

# Recyclage des chutes de composites thermoplastiques préimprégnés

par

Hanae PATTERY

MÉMOIRE PRÉSENTÉ À L'ÉCOLE DE TECHNOLOGIE SUPÉRIEURE  
COMME EXIGENCE PARTIELLE À L'OBTENTION DE  
LA MAÎTRISE AVEC MÉMOIRE EN GENIE MECANIQUE  
M. Sc. A.

MONTREAL, LE 01 NOVEMBRE 2024

ÉCOLE DE TECHNOLOGIE SUPÉRIEURE  
UNIVERSITÉ DU QUÉBEC



Hanae Pattery, 2024



Cette licence [Creative Commons](https://creativecommons.org/licenses/by-nc-nd/4.0/) 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 MEMOIRE A ETE EVALUE

PAR UN JURY COMPOSE DE :

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

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

M. Philippe Causse, membre du jury  
Département de génie des systèmes à l'École de technologie supérieure

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

LE 22 OCTOBRE 2024

A L'ECOLE DE TECHNOLOGIE SUPERIEURE



## REMERCIEMENTS

Cette maîtrise a été une fabuleuse aventure, riche en expériences et en apprentissages et qui a dépassé mes attentes. Premièrement, je tiens à remercier ma directrice, la Professeure Martine Dubé pour m'avoir accordé l'opportunité de participer à ce projet. Son implication, ses conseils et remarques ont été des éléments clés dans la réussite de cette maîtrise.

Merci au Docteur Adam Smith, qui en sa qualité de post doctorant m'a accueilli, guidé et mentoré tout au long du projet. Son aide et ses encouragements ont été plus que précieux. Je remercie également Arthur PIK qui a activement participé aux travaux de cette maîtrise lors de son stage.

J'exprime ma reconnaissance à notre partenaire industriel Teijin Carbon représenté par Jean-Philippe Canard pour les matériaux, le financement ainsi que sa participation constante tout au long du projet. Je remercie également les Arts et Métiers et l'École de Technologie Supérieure pour leur partenariat qui a rendu possible cet échange universitaire.

Je suis reconnaissante du soutien de l'ensemble de mes collègues du LIPEC, avec une pensée particulière pour Carl-Olivier, Romain et Stéphane pour leurs formations et conseils. Je remercie l'aide et la réactivité de Nabil Mazeghrane et de Mario Corbin dans l'utilisation de leur laboratoire. J'exprime ma gratitude à toute l'équipe du Centre de Développement des Composite du Québec à Saint-Jérôme. Merci Jean-Philippe Harvey et Vincent Brideau pour votre soutien technique.

Mes derniers remerciements vont à mes parents et grands-parents qui ont été mon soutien moral et ma source de motivation pendant ces deux années. Merci également à mes amis pour vos encouragements et votre intérêt !



# **Recyclage des chutes de composites thermoplastiques préimprégnés**

Hanae PATTERY

## **RÉSUMÉ**

Ce mémoire s'inscrit dans un projet visant le développement d'une solution de valorisation des déchets générés lors de la production des rouleaux de préimprégnés en fibres de carbone avec une matrice en polyétheréthercétone. Ces déchets correspondent aux bords des rouleaux qui sont coupés car ils ne respectent pas les exigences en termes de taux de fibres et d'épaisseur. Générées avant le processus d'enroulement, ces chutes sont réduites aléatoirement en morceaux de plus petites tailles pour faciliter le stockage. Appelées par la suite *Tape Edge Trim* (TET), elles ressemblent à des flocons traditionnels mais présentent une forte hétérogénéité géométrique. L'hypothèse d'une amélioration des performances mécaniques avec l'uniformité et la longueur de fibre des flocons entraîne un tamisage des TET. Des plaques sont ensuite moulées par compression pour les différents lots obtenus, mais également pour des flocons issus de produits commerciaux et des TET non triés à des fins comparatives. Elles subissent une inspection ultrasonique visant à localiser les zones de potentiels défauts, ensuite analysées par microscopie. Des essais de traction et de flexion sont menés pour chacune de ces plaques. Une amélioration globale des résistances est constatée avec la longueur de fibre des flocons TET. L'ensemble des résultats se caractérise par une grande variabilité. Les valeurs de rigidité en flexion et en traction sont du même ordre de grandeur et n'évoluent quasiment pas entre les tamis. Elles apparaissent comme moins sensibles que les résistances aux fluctuations géométriques et d'orientation des flocons. Les flocons recyclés se caractérisent par des propriétés similaires à celles des pièces à base de produits commerciaux. Globalement, les performances obtenues avec les flocons TET non triés sont équivalentes à celles des autres tamis. Une brève analyse de l'impact environnemental de la réutilisation du TET à la place de flocons vierges est présentée.

**Mots-clés :** composites thermoplastiques, recyclage, flocons orientés aléatoirement, inspection ultrasonique, essais mécaniques



## Recycling thermoplastic composite wastes

Hanae PATTERY

### ABSTRACT

This thesis is part of a project aimed at developing a solution for reusing waste generated during the production of carbon fibre pre-impregnated rolls with a polyetheretherketone matrix. This waste comes from trimming the edges of the pre-impregnated, which do not always meet the expected fibre content and thickness. Generated before the winding process, these trimmings are randomly reduced into smaller pieces to facilitate storage. Referred to as *Tape Edge Trim* (TET), they resemble traditional strands but exhibit significant geometric heterogeneity. A sieving carried out prior to this study is based on the hypothesis that mechanical performance improves with the uniformity and fibre length of the strands. Panels were compression moulded from the various batches obtained from the sieving process, as well as from unsorted TET strands and commercial products for comparative purposes. The panels underwent ultrasonic inspection to locate areas of potential defects, which were then analysed through microscopy. Tensile and flexural tests were conducted on each of these panels. A general improvement in strength was observed with the fibre length of the TET strands. However, the results exhibited significant variability. The stiffness values in both flexion and tension are of the same order of magnitude and show little variation between the sieves. They appear to be less sensitive to geometric and orientation fluctuations of the strands compared to the strength values. The recycled strands demonstrated properties similar to those of parts made from commercial products. Overall, the performance of unsorted TET strands is comparable to that of the other sieves. A brief analysis of the environmental impact of reusing the TET instead of virgin strands is presented.

**Keywords:** thermoplastic composites, upcycling, randomly oriented strand, ultrasonic inspection, mechanical testing





## TABLE DES MATIÈRES

	Page
INTRODUCTION .....	1
CHAPITRE 1 REVUE DE LITTÉRATURE.....	5
1.1 Gestion des déchets en composites .....	5
1.1.1 Contexte .....	5
1.1.2 Enfouissement et incinération.....	7
1.1.3 Recyclage chimique ou solvolysé.....	8
1.1.4 Recyclage thermique.....	9
1.1.5 Pyrolyse.....	9
1.1.5.1 Pyrolyse assistée par micro-ondes .....	10
1.1.5.2 Pyrolyse par lit fluidisé .....	11
1.1.6 Recyclage mécanique.....	12
1.2 Réutilisation directe des déchets sans transformation .....	13
1.2.1 Composite à matrice thermodurcissable .....	13
1.2.2 Composite à matrice thermoplastique.....	15
1.3 Moulage par compression de flocons orientés aléatoirement.....	17
1.3.1 Définition .....	17
1.3.1.1 Hétérogénéité de la structure .....	19
1.3.2 Propriétés mécaniques .....	21
1.3.2.1 Influence des dimensions .....	23
1.3.2.2 Mode de rupture .....	24
1.3.3 Application industrielle et commerciale .....	25
1.4 Objectifs de recherche.....	26
1.4.1 Structure du mémoire.....	26
CHAPITRE 2 ÉTAPES PRÉLIMINAIRES : TRI ET PRÉPARATION DES MATÉRIAUX.....	29
2.1 Flocons TET.....	29
2.1.1 Procédés de tamisage .....	30
2.1.2 Mesure de la longueur de fibre .....	32
2.2 Fabrication des panneaux.....	34
CHAPITRE 3 MÉTHODOLOGIE.....	37
3.1 Inspection ultrasonique .....	37
3.2 Microscopie.....	40
3.3 Éprouvettes de tests mécaniques.....	41
3.4 Essais de traction.....	42
3.5 Essais de flexion .....	44
CHAPITRE 4 RÉSULTATS ET DISCUSSIONS .....	45

4.1	C-scan .....	45
4.2	Analyse microscopique .....	46
4.2.1	Régions de hautes amplitudes .....	46
4.2.2	Régions de moyennes amplitudes .....	48
4.2.3	Régions de basses amplitudes .....	49
4.3	Taux de porosité local .....	49
4.4	Discussion sur le premier objectif .....	51
4.5	Essais de traction .....	52
4.5.1	Résistances et modules .....	52
4.5.2	Flocons recyclés vs commerciaux .....	54
4.5.3	Variabilité des résultats .....	54
4.5.4	Analyse de la rupture .....	56
4.6	Essais de flexion .....	57
4.6.1	Résistances et modules .....	57
4.6.2	Flocons recyclés vs commerciaux .....	59
4.6.3	Variabilité des résultats .....	60
4.7	Discussion sur le second objectif .....	61
4.8	Estimation de la production de déchets .....	62
4.9	Réduction des gaz à effet de serre - Impact sur l'environnement .....	64
CONCLUSION .....		67
ANNEXE I	C-scan des plaques .....	70
ANNEXE II	Résultats des essais mécaniques .....	73
LISTE DE RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES .....		75

## LISTE DES TABLEAUX

	Page
Tableau 2.1	Caractéristiques des panneaux .....36
Tableau 3.1	Séquence de polissage.....41
Tableau 4.1	Estimation du taux de rebut pour deux largeurs de rouleaux.....63
Tableau 4.2	Estimation de la production annuelle de déchets TET.....63



## LISTE DES FIGURES

	Page
Figure 1.1	Sources de production des déchets lors des processus de fabrication de composites.....6
Figure 1.2	Principe de pyrolyse par lit fluidisé .....11
Figure 1.3	(a) Schéma du déchiqueteur vu du haut et sur le coté, (b) photo d'un déchiqueteur.....12
Figure 1.4	Démonstrateurs faits à partir de flocons issus de préimprégnés périmés (a) prothèse tibiale gazelle, (b) skateboards, (c) éléments de conception, (d) coque de téléphone .....15
Figure 1.5	Déchets de préimprégné CF/PEEK produits lors du procédé LATP .....16
Figure 1.6	Classification des composites à fibre discontinues.....18
Figure 1.7	Mise en forme et performance des composites LDF comparé aux autres matériaux .....19
Figure 1.8	C-scan généré suite à l'inspection d'un échantillon avec une sonde de fréquence 2,25, 5 et 10 MHz (de haut en bas) .....20
Figure 1.9	Micrographie d'un échantillon fait avec des flocons courts .....21
Figure 1.10	Chemin suivi par la rupture, traduction du texte « La rupture suit le chemin avec les superpositions les plus courtes » .....24
Figure 1.11	Pièces structurelles pour avions .....25
Figure 2.1	Flocons TET fournis par l'entreprise Teijin Carbon .....29
Figure 2.2	Tamiseuse (a) Model B Ro-Tap®; (b) Gilson TS-1, (c) tamis à maille carrée du Model B Ro-Tap®;(d) tamis de la Gilson TS-1.....31
Figure 2.3	Flocons TET provenant des différents tamis .....32
Figure 2.4	Distribution de masse des flocons de TET récupérés dans les tamis de différentes tailles .....32
Figure 2.5	(a) Disposition pour la prise de photo des flocons, (b) photo des flocons avant tri vu par le code python, (c) sortie visuelle du code Python

	d'analyse d'image, comprenant le seuillage, l'ajustement des polygones et la détection des lignes .....33
Figure 2.6	(a) Évolution de la longueur de fibre selon la méthode des bandes de 2 mm, (b) différence entre la longueur de fibre moyenne et le coefficient de variation de chaque tamis par rapport aux flocons non triés.....34
Figure 2.7	(a) Presse LMG 150 tonnes, (b) moule carré de 305 mm, (c) panneau et flash découpé.....35
Figure 3.1	Scan en immersion (a) absence de défaut, (b) détection d'un défaut et génération de l'écho associé.....39
Figure 3.2	C-scan d'un panneau fait de flocons orientés aléatoirement en CF/epoxy.....39
Figure 3.3	(a) Installation du panneau avant découpe, (b) plan de découpe, (c) panneau après découpe .....42
Figure 3.4	Échantillon de traction et ses zones d'analyse, rouge pour l'extensomètre et vert pour la DIC .....43
Figure 4.1	Superposition du c-scan et du plan de coupe des échantillons de la traction, flexion et microscopie.....46
Figure 4.2	Ligne de porosité et portion du c-scan associé pour un échantillon du panneau Sorted 2,5 mm.....47
Figure 4.3	Enroulement de fibre, zones riches en résine et portion du c-scan associé pour un échantillon du panneau Sorted 2,5 mm.....47
Figure 4.4	Micrographies d'échantillons issus des zones de moyennes amplitudes...48
Figure 4.5	Micrographie d'échantillons prélevés dans des zones de basses amplitudes .....49
Figure 4.6	(a) Image en niveau de gris de la section transversal d'un spécimen, (b) Image en noir et blanc après seuillage .....50
Figure 4.7	Taux de porosité local pour l'ensemble des échantillons de microscopie .51
Figure 4.8	Évolution de la résistance en traction avec la longueur de fibre.....52
Figure 4.9	Évolution du module d'Young en fonction de la longueur de fibre .....53

Figure 4.10	Coefficient de variation de (a) la résistance en traction (b) et du module en fonction du coefficient de variation de la longueur de fibre .....56
Figure 4.11	Strand pulling out during the failure (a) front view (b) back view .....56
Figure 4.12	C-scan, champ de déformation avant rupture et photo d'un spécimen cassé (a) à proximité d'un hotspot et (b) éloigné d'un hotspot.....57
Figure 4.13	Évolution de la résistance en flexion en fonction de la longueur de fibre.58
Figure 4.14	Évolution du module en flexion en fonction de la longueur de fibre .....59
Figure 4.15	Coefficient de variation de (a) la résistance en flexion (b) et du module en fonction du coefficient de variation de la longueur de fibre .....61
Figure 4.16	Estimation des émissions de GES pour une année de production de déchets.....65





## LISTE DES ABRÉVIATIONS, SIGLES ET ACRONYMES

CF	Fibre de carbone ( <i>carbon fibre</i> )
CND	Contrôle non destructif
DIC	Corrélation d'images numériques ( <i>digital image correlation</i> )
GES	Gaz à effet de serre
GWP	Potentiel de réchauffement global ( <i>global warming potential</i> )
EI	Écart interquartile
LATP	Pose de bandes assistées par laser ( <i>laser-assisted automated tape placement</i> )
LDF	Fibre longues discontinues ( <i>long discontinuous fibre</i> )
PEEK	Polyétheréthercétone
PEI	Polythéterimide
PPS	Polysulfure de phénylène
PRFC	Polymères renforcés en fibre de carbone
QI	Quasi-isotrope
ROS	Flocons orientés aléatoirement ( <i>randomly oriented strands</i> )
TET	Tape edge trim



## LISTE DES SYMBOLES ET UNITÉS DE MESURE

### Symboles

$d_f$	diamètre des fibres
CV	Coefficient de variation
E	Module d'Young
$E_b$	Module d'élasticité en flexion
$L_c$	Longueur de fibre critique
$L_f$	Longueur de fibre
$w_r$	Largeur des rouleaux de préimprégnés ( <i>width rolls</i> )
$w_s$	Largeur moyenne des flocons TET non triés ( <i>width strands</i> )
$\sigma$	Ecart-type
$\sigma_f$	Résistance en traction de la fibre
$\sigma_T$	Résistance maximale en traction
$\sigma_{fm}$	Résistance maximale en flexion
$\mu$	Moyenne
$\tau$	Résistance en cisaillement de la matrice

### Unités de mesure

A	ampère
°C	degré Celsius
°C/min	degré Celsius par minute
CO <sub>2</sub> eq	dioxyde de carbone équivalent
CO <sub>2</sub> eq/MWh	dioxyde de carbone équivalent par mégawattheure

## XXIV

g	gramme
g/m <sup>2</sup>	gramme par mètre carré
kg	kilogramme
kWh	kilowatt par heure
kt/yr	kilotonnes par an
MHz	mégahertz
min	minute
MJ/kg	mégajoules par kilogramme
mm	millimètre
mm/min	millimètre par minute
mm/s	millimètre par seconde
MPa	mégapascal
tonnes/yr	tonnes par an
V	volt

## INTRODUCTION

Longtemps délaissés au profit des composites thermodurcissables, les composites thermoplastiques connaissent depuis plusieurs années une croissance exponentielle en partie due à leur facilité et rapidité de mise en œuvre. Outre leurs propriétés mécaniques intéressantes, c'est leur comportement recyclable qui en font un véritable atout pour l'industrie. En effet, les matrices thermoplastiques ont la capacité d'être ramollies et mises en forme plusieurs fois ainsi que d'être conservées à température ambiante. Les composites fabriqués à partir de ces matrices se posent donc en alternative attrayante d'un point de vue mise en forme et développement durable face aux traditionnels composites thermodurcissables.

Dans les secteurs aéronautique et automobile, les industriels ont recours à des rouleaux de préimprégné couramment appelés *prepregs* pour la fabrication de leurs pièces. La production de ces rouleaux se déroule à température et pression déterminées et consiste en l'imprégnation des fibres par un polymère ramolli ou fondu. Dans l'aéronautique la fibre de carbone est l'un des renforts couramment utilisé et associé avec des matrices thermoplastiques hautes performances comme le polyéthylène téréphtalate (PEEK), le polyéthylène imide (PEI) ou le polysulfure de phénylène (PPS). Les rouleaux produits doivent respecter une épaisseur et un taux de fibre précis. Cependant, il est fréquent que leurs bords n'atteignent pas ces exigences et soient donc rognés avant le procédé d'enroulage. Ces déchets de production ressemblent à des flocons ayant des géométries très variées. Le terme Tape Edge Trim (TET) est utilisé dans la suite du document pour y faire référence. Chaque année, les flocons TET produits sont destinés à de l'enfouissement comme pour la majorité des déchets en composites. En dépit du fait qu'il s'agisse de rebuts, ces chutes restent néanmoins des composites en fibre de carbone non utilisés. Sachant à quel point la production de fibres de carbone est énergivore et coûteuse, c'est un échec écologique et économique de vouer ces flocons à de l'enfouissement.

Actuellement, les principales solutions de recyclage des composites sont réparties en trois catégories : mécanique, thermique et chimique. Chacune d'entre elles, impliquant une étape de

transformation des déchets et entraînant de nouvelles dépenses énergétiques. Les propriétés mécaniques des composites sont étroitement liées à la longueur des fibres, l'objectif est donc de les préserver au maximum. Si les recyclages thermique et chimique permettent de répondre au mieux à ce critère, ceci est fait au détriment de l'environnement, comme l'indique (Gharde & Kandasubramanian, 2019). Selon ces auteurs, le recyclage mécanique est le procédé le plus approprié pour les composites en fibres de carbone. Toutefois, il réduit drastiquement la taille des fibres.

La réalisation de pièces à géométrie complexe est peu compatible avec les fibres longues et continues des rouleaux de préimprégné et l'emploi de fibres courtes discontinues favorise une diminution des performances mécaniques. Une autre catégorie de composite les fibres longues discontinues s'est au fur et à mesure imposée. Offrant un compromis entre mise en forme et performances mécaniques, il s'agit par exemple de flocons découpés dans des rouleaux de prepregs. Les chutes générées lors de la production des prepregs partagent beaucoup de similitude avec ces flocons. Serait-il possible de se servir des TET pour des applications similaires ?

A la suite de leur découpe, ces flocons de préimprégnés, sont positionnés aléatoirement dans un moule, puis mis en forme par moulage par compression. L'étude de leurs propriétés mécaniques révèle plusieurs informations. Premièrement, l'influence de la longueur des flocons sur les résistances et modules (Eguémann et al., 2014). Deuxièmement, des valeurs de résistances en traction plus faibles que celle des composites quasi-isotropes (QI) à fibres continues (Feraboli, Peitso, Deleo, Cleveland, & Stickler, 2009). Mais aussi des résistances en traction, compression et cisaillement de même magnitude (Selezneva & Lessard, 2016). Par conséquent, l'hypothèse formulée est la suivante : les performances mécaniques des plaques faites à partir de flocons TET devraient être également influencées par la longueur de fibres. Pour rappel, les flocons TET présentent des variations géométriques, de taux de fibre et/ou d'épaisseur. Ils ne donc sont pas uniformes, à l'inverse des flocons issus des produits commerciaux. Une première étape de tamisage réalisée en amont de ce mémoire a permis de

regrouper les TET selon leurs dimensions. Des plaques sont ensuite moulées par compression pour les différents lots obtenus afin d'être analysées. L'objectif de ce mémoire est l'évaluation de la qualité des pièces et des performances mécaniques des flocons TET.

Le premier chapitre présente une revue critique de la littérature sur les méthodes de recyclage. Il fournit également les bases concernant les propriétés associées aux flocons de préimprégnés moulés par compression. Le deuxième chapitre développe le tamisage des flocons et le procédé de fabrication des plaques réalisés en amont du mémoire. Le troisième chapitre aborde la démarche de travail et les méthodes utilisées telles que l'inspection ultrasonique. Le quatrième chapitre présente les résultats des travaux, où la qualité des panneaux, les propriétés en traction et en flexion ainsi qu'une brève étude de l'impact environnemental sont analysées. Enfin le mémoire se conclut par une synthèse des travaux et de leurs limites, tout en proposant des recommandations d'axes de recherches.





## **CHAPITRE 1**

### **REVUE DE LITTÉRATURE**

Cette revue de littérature a pour objectif de présenter les principales méthodes de recyclage associées aux composites thermoplastiques. Elle fait également un état de l'art sur le moulage par compression des flocons en composites thermoplastiques orientés aléatoirement.

#### **1.1 Gestion des déchets en composites**

##### **1.1.1 Contexte**

Depuis un peu plus d'une vingtaine d'années, le marché des composites connaît une croissance exceptionnelle dans les différents secteurs de l'industrie. L'Airbus A350 sorti en 2006 se compose de près de 53 % de composites contre 5% pour l'Airbus A300 mis en service 40 ans plus tôt (« Les perspectives d'évolution de l'aviation civile à l'horizon 2040 : préserver l'avance de la France et de l'Europe », 2023). En 2018, la production des polymères renforcés de fibre de carbone (PRFC) atteignait les 128 000 tonnes (Bledzki, Seidlitz, Goracy, Urbaniak, & Rösch, 2021) dont 23,9% utilisant des matrices thermoplastiques. La demande en composite en fibre de carbone est prévisionnée à 285 000 tonnes (Zhang, Lin, Vaidya, & Wang, 2023), pour 2025. L'essor des composites dans l'industrie s'accompagne d'une augmentation des déchets générés. Il est estimé qu'à elles seules les industries aéronautiques et éoliennes produiront 840 300 tonnes de déchets PRFC en 2050 (« The looming 840,000 ton waste problem that isn't single-use plastics », 2023). Situation problématique, puisque la capacité actuelle de traitement du gisement de déchets est d'un peu moins de 100 000 tonnes en Europe (Arussi, Reiland, Ierides, & Borghero, s.d.). Les déchets composites peuvent être répartis en deux catégories selon leur provenance.

La première regroupe les rebuts et déchets de production générés au cours des différentes étapes de fabrication. Il s'agit par exemple de chutes après découpe ou de morceaux non utilisés en fin de rouleaux, comme visible sur la Figure 1.1. Ils possèdent théoriquement des propriétés mécaniques similaires à celles des matériaux vierges et ne nécessitent donc pas de traitement avant d'être utilisés. Pour autant, leur emploi n'est qu'au stade de recherche. La seconde classe de déchets correspond aux pièces en fin de vie et issues des opérations de maintenance, telles que les pâles d'éolienne ou les pièces d'intérieur d'avions. Décommissionnés après des années de service, cette catégorie n'est pas traitée dans la suite de ce mémoire.

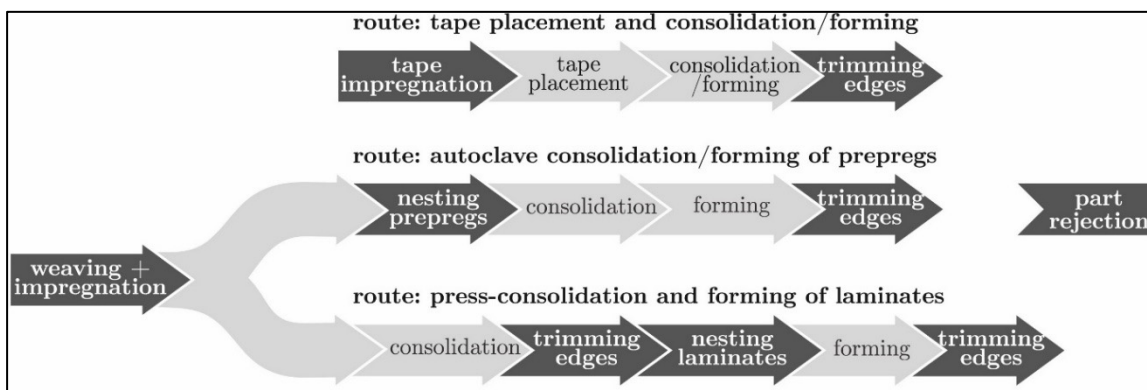


Figure 1.1 Sources de production des déchets lors des processus de fabrication de composites  
Tirée de Vincent (2019, p. 2)

Actuellement, le pourcentage moyen de déchets de production lié à l'ensemble des processus de fabrication est estimé à 32,4 % (Zhang et al., 2023). Les solutions de valorisation des déchets ne sont peu ou pas développées, ainsi l'enfouissement et l'incinération sont les solutions traditionnelles de traitement de ces déchets (Shuaib, Mativenga, Kazie, & Job, 2015). Cependant, des réglementations nationales et internationales visant à améliorer le recyclage des déchets, obligent les industriels à se pencher sur cette question. En France, depuis juillet 2022, le taux de recyclage des éoliennes en fin de vie est établi à 45% de la masse du rotor. Dans un cadre plus large, la directive européenne ELV End-of-Life Vehicle adoptée en 2023, fixe des objectifs à respecter afin de limiter les déchets provenant des composants des véhicules en fin de vie (« End-of-Life Vehicles - European Commission », 2023).

### **1.1.2 Enfouissement et incinération**

L'enfouissement constitue la principale destination pour les composites thermodurcissables et thermoplastiques (Bernatas, Dagreou, Despax-Ferreres, & Barasinski, 2021). En 2006, près de 98% du gisement de déchets en composite du Royaume-Uni a été enterré (Shuaib et al., 2015). Selon Gharde (2019), les sites d'enfouissement se présentent comme la solution la plus économique au traitement des déchets. Même s'ils sont supposés être bien isolés de l'environnement (Fanran Meng et al., 2018), il ne s'agit pas de la solution miracle puisqu'ils entraînent des dommages sur l'écosystème et l'environnement (Gharde & Kandasubramanian, 2019).

L'incinération des composites en fibre de carbone génère environ 30 MJ/kg de déchets (Zhang, Chevali, Wang, & Wang, 2020) et permet une valorisation des déchets à l'inverse de l'enfouissement. Cependant comme le fait remarquer Zhang (2020), cette méthode n'est pas considérée comme une méthode de recyclage selon les directives européennes. En effet, malgré la production énergétique, cette stratégie n'implique pas la récupération d'au moins une partie du produit pour un usage similaire ou alternatif.

Si l'enfouissement et l'incinération peuvent être utilisés pour l'ensemble des déchets, ces procédés ne sont plus satisfaisants en raison des problématiques environnementales (Stieven Montagna, Ferreira de Melo Morgado, Lemes, Roberto Passador, & Cerqueira Rezende, 2023). Par conséquent, de nouvelles alternatives orientées sur le recyclage des déchets sont en voie de développement.

### 1.1.3 Recyclage chimique ou solvololyse

Le recyclage chimique est réalisé selon le principe de dépolymérisation et a pour objectif la récupération de la matrice et des renforts. Le composite est soumis à l'action d'un solvant réactif qui vient rompre les liaisons du réseau macromoléculaire (Krawczak, 2011) et retourne le polymère à son état initial de monomère. Cette technique appelée solvololyse a recours à différents types de solvants que sont l'eau, l'alcool, l'acide ou le glycol, à l'origine du nom des procédés suivants : hydrolyse, alcoololyse, acidolyse et glycolyse. Permettant d'obtenir des fibres de meilleure qualité par rapport aux autres procédés de recyclages (Krauklis, Karl, Gagani, & Jørgensen, 2021), le recyclage chimique est à privilégier pour les composites à base de fibre de carbone, plutôt que de fibres de verre selon Krauklis (2021). Si la solvololyse est applicable aux composites thermodurcissables et thermoplastiques, il est important de préciser que dans le premier cas la matrice est généralement détruite alors qu'elle est récupérée dans le second (Pegoretti, 2021).

La solvololyse peut se dérouler dans deux conditions. La première dite sub-critique a lieu à pression atmosphérique et pour des températures maximales de 200°C (Oliveux, Dandy, & Leeke, 2015). L'inconvénient de ces conditions réside dans l'utilisation de solutions souvent à base d'acides et qui présentent des dangers pour la santé et l'environnement selon les mêmes auteurs. Toutefois, Liu (2019) réussit à récupérer les renforts et la matrice d'un stratifié CF/PEI en utilisant un solvant organique et une température de 60 °C. De plus, les pièces fabriquées à partir des composants recyclés présentent des propriétés mécaniques à peine inférieures à celles des composites vierges. La solvololyse supercritique a recours à des températures jusqu'à 450 °C et des pressions comprises entre 5 MPa et 30 MPa, permettant ainsi une pénétration efficace du fluide dans les laminés et assurant un bon taux de retrait de matrice (Oliveux et al., 2015). La dépense énergétique associée étant importante et pour des raisons écologiques, l'hydrolyse est le procédé privilégié. Cependant, pour des matrices thermoplastiques à hautes performances comme le PEEK, la solvololyse en milieu aqueux seul n'est pas réalisable pour des températures inférieure à 430 °C (Dandy, Oliveux, Wood, Jenkins, & Leeke, 2015). Aussi,

les auteurs proposent comme alternative l'utilisation d'un co-solvant à base d'eau et d'éthanol. Une solvolysée réalisée avec ce mélange accompagné de carbonate de césium comme catalyseur et à une température de 350 °C, leur a permis de séparer les constituants d'un composite CF/PEEK en 30 min. En dépit du succès des études précédemment mentionnés, le recyclage chimique fait face à de nombreux challenges tel que l'adhésion des fibres recyclées avec la matrice (Jiang et al., 2009), la mise en place des processus au niveau industriel ou encore les préoccupations environnementales.

#### **1.1.4 Recyclage thermique**

Avec pour objectif la récupération des fibres par destruction de la matrice, le recyclage thermique se déroule à hautes températures et est utilisé pour les composites à matrices thermodurcissables ou thermoplastiques sans distinction (Pegoretti, 2021). Il existe trois types de traitement thermique que sont la pyrolyse, la pyrolyse par micro-ondes assisté et la pyrolyse par lit fluidifié.

#### **1.1.5 Pyrolyse**

La pyrolyse est le traitement thermique le plus avancé, comme en témoignant les capacités de recyclage au niveau industriel (déchets de productions et pièces en fin de vie) de plusieurs entreprises : Gen 2 Carbon, UK (2 kt/year), Carbon Conversions, US (2 kt/year), KarboNXT, Germany (2 kt/year), Carbon Fibre Recycle Industry, Japan (2 kt/year), (Zhang et al., 2023). Également appelé thermolyse, ce procédé consiste à dégrader la matrice par chauffage thermique avec des températures comprises entre 400 °C et 1000 °C, dans un four à atmosphère inerte. La matrice se volatilise et une couche de résidus carbonés appelés char est déposée sur les fibres récupérées. Une opération de post-pyrolyse est généralement effectuée afin de retirer les résidus présents sur les fibres, avant qu'elles ne soient utilisées pour une autre application. La pyrolyse a été principalement développée pour les composites en fibre de carbone. En effet, pour des températures supérieures à 450 °C, une diminution de 50 % des propriétés mécaniques

pour les fibres de verre est observée (Cunliffe & Williams, 2003). De plus, l'ensemble du procédé demande une énergie estimée à 30 MJ/kg (Job et al., 2016). Il est donc pertinent comparé aux 704 MJ/kg (Hao et al., 2020) nécessaire pour la fabrication de fibres de carbone vierges.

Si la majorité des travaux présents dans la littérature porte sur le recyclage thermique des composites à matrice thermodurcissables, quelques données sur les composites thermoplastiques sont tout de même disponibles. L'étude de Baek (2018) sur la pyrolyse de déchets de composite fibre de carbone et polyamide montre que les résistances au cisaillement inter laminaire (ILSS) des pièces faites à partir des fibres de carbone issues de la pyrolyse à 500 °C ont des valeurs se rapprochant de celles des fibres vierges. Dans le cas d'un composite en CF/PEEK, la température de pyrolyse visée est comprise entre 550 °C et 640 °C selon Goodship (2010). Les résultats de l'analyse thermogravimétrique réalisée par Kenny et Torre (1995), révèlent que pour une pyrolyse à 550 °C sous atmosphère interne, il faudra plus de 6h pour dégrader le PEEK. Et selon Oliveux (2015), afin de maintenir une certaine qualité de fibre la limite de température de pyrolyse pour les fibres de carbone serait de l'ordre de 500 – 550 °C. Pour cette raison et en plus d'être énergivore, ce type de recyclage n'est pas le plus adapté au composite CF/PEEK.

#### **1.1.5.1 Pyrolyse assistée par micro-ondes**

C'est une variation de la pyrolyse classique, le matériau est chauffé en son cœur rendant ainsi le transfert thermique bien plus rapide et réduisant la dépense énergétique (Oliveux et al., 2015). Cette technique a été utilisée pour la première fois par Lester (2004) sur un composite CF/époxy et a produit des fibres présentant de meilleures propriétés que des fibres obtenues par un système de lit fluidisé.

### 1.1.5.2 Pyrolyse par lit fluidisé

Appliquée aux composites à fibre de verre (Pickering, 2006) ou de carbone (F. Meng, McKechnie, Turner, & Pickering, 2017), la pyrolyse par lit fluidisé requiert une étape de redimensionnement des déchets en morceaux de petites tailles. Elle peut être employée sur des rebuts de production comme sur des pièces en fin de vie (F. Meng et al., 2017). Les composites sont ensuite placés dans un bain sur un lit de sable siliceux. Le procédé illustré par la Figure 1.2 se caractérise par un flux d'air chaud supplémentaire d'une température comprise entre 450 °C et 550 °C qui souffle dans le bain de sable siliceux afin de le transformer en un état fluide permettant la dissolution de la matrice et, par conséquent, l'élimination des résidus de la matrice polymérisée. (De Fazio, Boccarusso, Formisano, Viscusi, & Durante, 2023). Cette technique pratiquée sur les thermodurcissables semble produire des fibres de carbone plus endommagées que lors d'une simple pyrolyse (Oliveux et al., 2015).

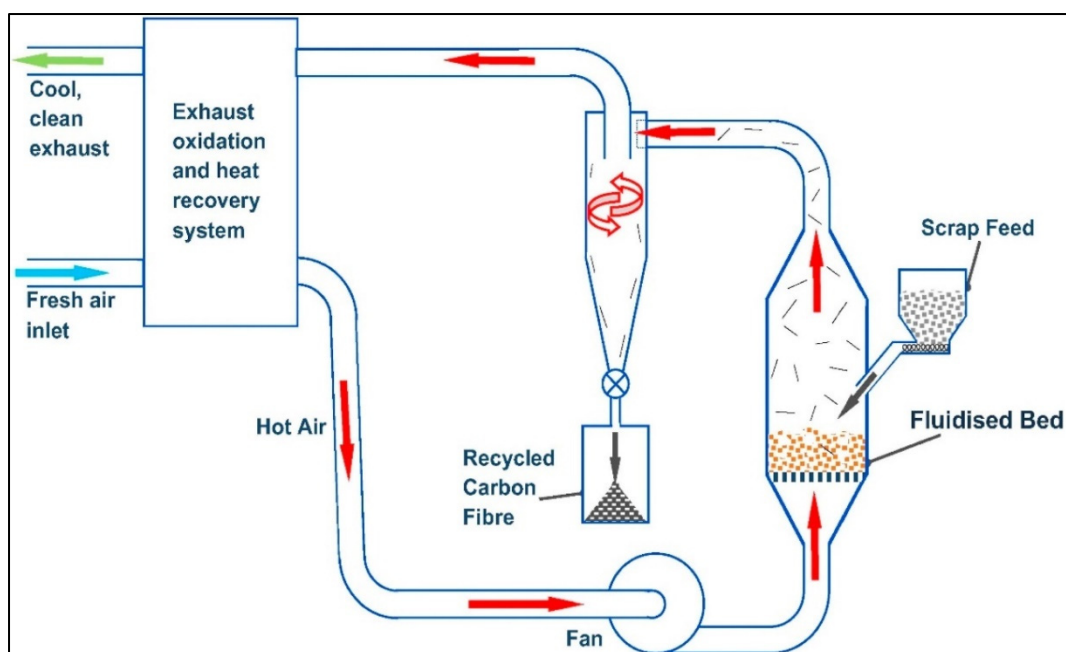


Figure 1.2 Principe de pyrolyse par lit fluidisé  
Tirée de Meng et al (2017)

### 1.1.6 Recyclage mécanique

Il s'agit de la méthode de recyclage, la plus utilisée pour les composites thermodurcissables (Gharde & Kandasubramanian, 2019). C'est également la solution de valorisation plus mature pour les PRFC (Zhang et al., 2020). Elle se compose de plusieurs étapes visant à diminuer les dimensions des chutes/rebuts de production ou des composants en fin de vie (Pegoretti, 2021). Dans un premier temps, les déchets sont déchiquetés pour atteindre une taille comprise entre 50 mm et 100 mm (Zhang et al., 2020). Le processus de déchiquetage (Figure 1.3) fonctionne de la manière suivante, plusieurs couples d'arbres contre-rotatifs et équipés de lames dentées vont forcer les déchets à passer au travers des lames (De Fazio et al., 2023). Viennent ensuite les opérations de broyage pour obtenir des morceaux de plus petites tailles et qui sont ensuite séparés par tamisage (Pegoretti, 2021). Les produits obtenus se regroupent en deux catégories : les poudres à forte teneur en résine et les fibres encore enrobées de résine (Pegoretti, 2021) qui sont ensuite utilisées dans des procédés usuels comme le moulage par compression, le moulage par injection et l'extrusion.

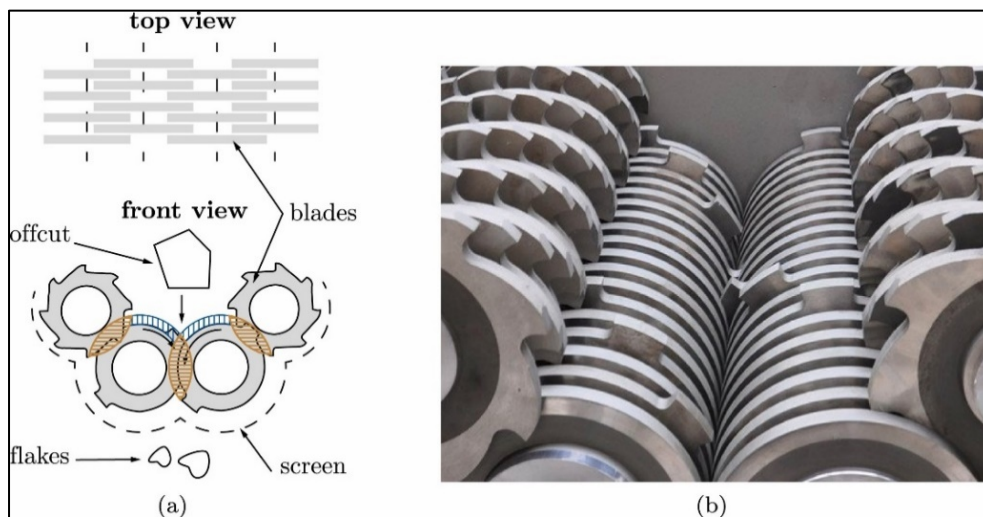


Figure 1.3 (a) Schéma du déchiqueteur vu du haut et sur le côté,  
(b) photo d'un déchiqueteur

Tirée de Vincent (2019)



L'inconvénient du recyclage mécanique vient de la longueur des produits finis. En effet après ces différentes étapes, les composites obtenus ne peuvent plus être considérés comme des composites à fibres longues continues. Après ces différentes étapes, les composites ont généralement une longueur inférieure à 3 mm (Moothoo, Bar, & Ouagne, 2021). Ils appartiennent ainsi à la famille des composites à fibres courtes. Or la longueur des fibres est à l'origine des propriétés mécaniques, aussi en la réduisant, les propriétés diminuent également. Pour cette raison certains auteurs comme Oliveux (2015) et Schinner (1996) considèrent que le broyage des composites en fibre de carbone n'est pas pertinent compte tenu de la perte importante des propriétés. Les opérations de traitement chimique et thermique bien que polluantes et coûteuses restent néanmoins moins onéreuses pour obtenir des fibres de carbone recyclées de qualités similaires à des fibres vierges.

L'ensemble des techniques de recyclages présentées entraîne à minima une modification des déchets avant leur réutilisation. Si ces transformations sont nécessaires dans certains cas pour les pièces en fin de vie. Pour les déchets de production, une alternative serait de les employer directement.

## **1.2 Réutilisation directe des déchets sans transformation**

La précédente partie a permis de faire un point sur les techniques de recyclage existantes pour les composites, leurs avantages et inconvénients. La prochaine section porte sur les exemples de réutilisation directe des déchets de production. Les recherches présentées ci-après concernent à la fois les composites à matrice thermodurcissable et thermoplastique.

### **1.2.1 Composite à matrice thermodurcissable**

Pour rappel, les matrices thermodurcissables ne peuvent être mises en forme qu'une fois. Dès la fin des années 90, la question de la gestion des chutes de production générées dans l'aéronautique est abordée par Pannkoke (1998) en proposant une réutilisation de ces découpes

de préimprégné non polymérisé. Vingt ans plus tard, Souza (2019) propose d'analyser le comportement mécanique de spécimens fait à partir de chutes de prepregs en fibre de carbone non polymérisées et provenant d'une zone de découpe. Ces chutes sont disposées aléatoirement dans un moule et cuites sous autoclave à une température de 180 °C pour une pression de 0,7 MPa. La structure des panneaux ne révèle pas de larges régions de porosité ou riches en résine. En comparant les résultats obtenus avec ceux de laminés QI du même matériau, les auteurs observent une diminution de 13 % et 23 % pour les résistances en traction et compression, une augmentation de 34 % concernant la résistance en cisaillement inter laminaire. Une réduction de 56 % est également observée pour la résistance en flexion par rapport aux données présentes dans la littérature. Ces différences s'expliquent par le changement de 120 °C à 180 °C pour la température de cuisson (de Souza et al., 2019).

Parmi les autres déchets de production se trouvent les rouleaux de préimprégnés dont la date de conservation est dépassée. Les travaux de Jin (2017) et Nilakantan (2018) présentent les performances mécaniques obtenues en ayant recours à ce type de matériau. Jin (2017) emploie des flocons découpés dans des prepregs périmés depuis deux ans. En optant pour une méthode de « *mat-stacking* » consistant à former des feuilles avec les flocons, à les empiler puis les compresser, l'auteur fait l'état d'une nette amélioration des performances en traction. Toutefois, ce travail laborieux et chronophage (Jin et al., 2017) entraîne également une réduction de la variabilité des résultats. Les rouleaux utilisés par Nilakantan (2018) ont une date de péremption datant d'au moins 3 ans. Ici aussi, des flocons issus de ces rouleaux sont répartis de manière aléatoire pour produire des plaques selon différents procédés. Malgré des taux de porosités supérieurs à 2 %, aucune influence sur les propriétés en traction et en compression n'a pu être montrée. Les auteurs concluent ainsi sur la non-qualification du taux de porosité comme indicateur solide concernant les performances mécaniques de ces matériaux.

Les articles s'accordent sur la possibilité d'utiliser ces différents déchets pour des applications non critiques dans l'aéronautique ou l'automobile. Les secteurs sportifs et médicaux sont

également des industries pouvant être envisagées pour ces déchets (Nilakantan & Nutt, 2015), des démonstrateurs sont présentés à la Figure 1.4.

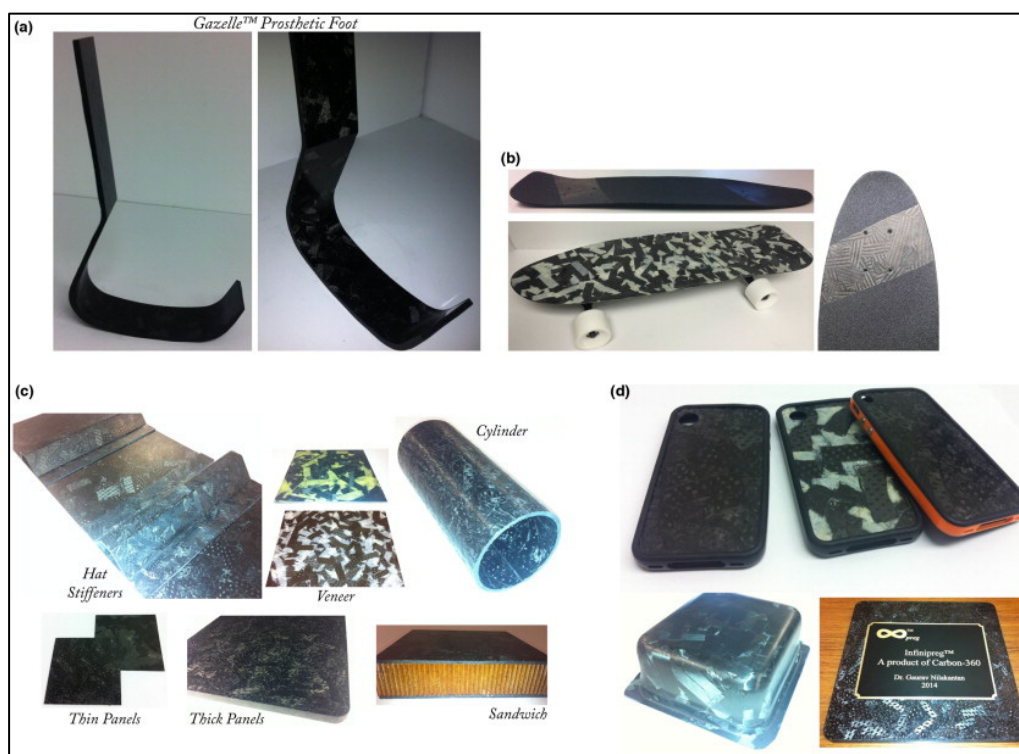


Figure 1.4 Démonstrateurs faits à partir de flocons issus de préimprégnés périmés  
 (a) prothèse tibiale gazelle, (b) skateboards, (c) éléments de conception,  
 (d) coque de téléphone  
 Tirée de Nilakantan & Nutt (2015)

Des compagnies telles que 121C se lancent aussi dans la réutilisation des déchets en composite. En dépit de ces opportunités, de nombreuses difficultés associées à la logistique de collecte des déchets, les coûts en termes de temps et de main d'œuvre ainsi que la nécessité d'une base de données pour les propriétés sont mentionnés et doivent être surmontés.

## 1.2.2 Composite à matrice thermoplastique

La particularité des composites thermoplastiques réside dans leur capacité à être remis en forme à chaud. Il est possible de réutiliser des chutes de préimprégnés comme celles de

stratifiés. Les travaux réalisés par Moothoo (2020) ont recours à ces dernières qui sont découpées en grains rectangulaires de différentes tailles. Les propriétés mécaniques des panneaux moulés à partir de ces grains en fibre de verre E et polypropylène montrent une réduction de plus de 50% de la résistance en traction et un module d'Young proche de celui du panneau QI. L'auteur explique cette forte baisse en raison du mode de rupture exclusivement dominé par la matrice (Moothoo et al., 2021).

Dans un article publié en début d'année, Kumar (2024) propose une alternative aux chutes de préimprégné produites par le procédé de pose de bandes assisté par laser (LATP). Cette technique prometteuse emploie un laser pour permettre l'adhésion du rouleau de préimprégné sur la surface choisie. Cependant, comme visible à la Figure 1.5, les bords des pièces présentent des morceaux de rouleaux excessifs et devant être coupés. Ces chutes rectangulaires en CF/PEEK, de longueur  $110 \pm 10$  mm servent à la fabrication de panneaux par autoclave, pour différentes dispositions (Kumar Bandaru et al., 2024). Les résistances en cisaillement inter laminaire obtenues pour ces déchets sont similaires ou supérieures aux échantillons vierges fabriqués avec des LATP à 50 % de chevauchement. Pour autant, comme dans le cas des composites thermodurcissables, les applications au niveau industriel pour l'ensemble de ces déchets ne sont actuellement pas possibles.

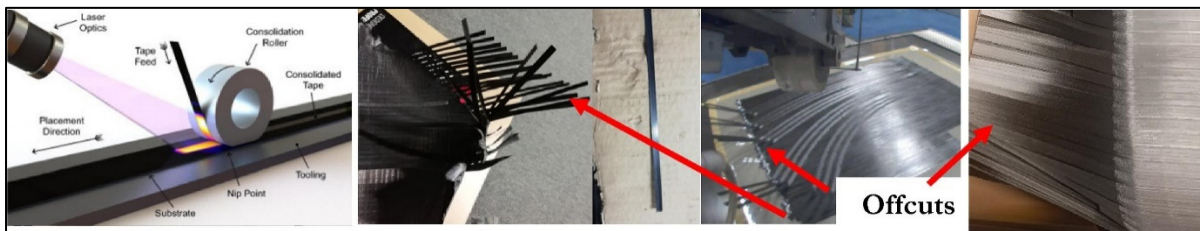


Figure 1.5 Déchets de préimprégné CF/PEEK produits lors du procédé LATP  
Tirée de Kumar Bandaru et al(2024)

### 1.3 Moulage par compression de flocons orientés aléatoirement

Les pièces en composite sont réalisées en priorité avec des fibres longues continues, permettant ainsi de tirer parti des renforts au maximum. Bien que les propriétés mécaniques soient à leur maximum avec ce type de fibre, elles ne sont pas adaptées à la fabrication de pièces à géométrie complexe. Pour pallier à ce problème, une autre famille de composite tend à se développer à travers l'usage de flocons orientés aléatoirement et provenant des rouleaux de préimprégné. L'objectif de cette section est de faire un état des connaissances liées à l'utilisation de ce matériau.

#### 1.3.1 Définition

De forme généralement rectangulaire, ces flocons sont des morceaux coupés dans des prepregs. Parmi les différents noms dans la littérature faisant référence aux flocons se trouvent : randomly oriented strands (ROS), discontinuous fibre composites, prepreg platelet molded composite and ultra-thin chopped carbon fibre tape-reinforced thermoplastics. Selon l'article de Visweswaraiah (2018), ces flocons se classent dans la catégorie des composites à fibres longues discontinues (LDF) (Figure 1.6) car leur taux de fibre est supérieur à 37 % et leur longueur de fibre ( $L_f$ ) à  $50 * L_c$  la longueur de fibre critique. Cette valeur donnée par l'équation (1.1) du modèle de Kelly-Tyson doit être nécessairement respectée afin de transférer la charge de la matrice à la fibre. De plus, selon Chang (1991) les performances du matériau augmentent avec la longueur de fibre jusqu'à plafonner lorsque  $L_f \gg 50 * L_c$ . Dans cette équation,  $d_f$  représente le diamètre des fibres,  $\tau$  la résistance en cisaillement de la matrice et  $\sigma_f$  la résistance en traction de la fibre.

$$L_c = \frac{d_f * \sigma_f}{2\tau} \quad (1.1)$$

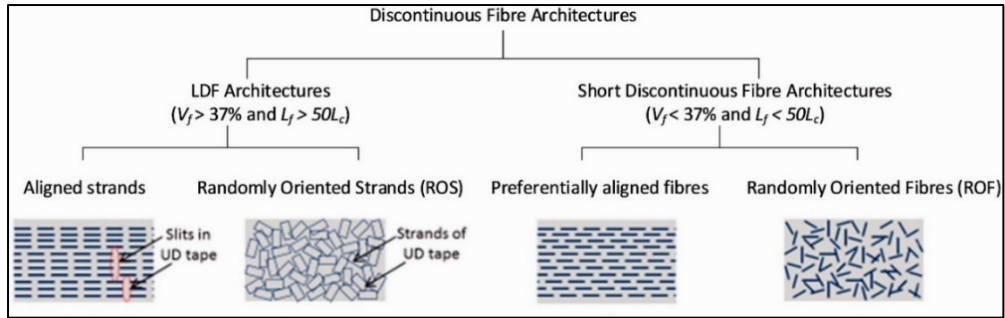


Figure 1.6 Classification des composites à fibre discontinues  
Tirée de Visweswaraiah et al (2018)

Les composites LDF se développent car ils offrent un compromis intéressant entre performance mécanique et facilité de mise en forme (Figure 1.7). Le procédé majoritairement employé est le moulage par compression (Eguémann et al., 2014 ; Selezneva, Roy, Lessard, & Yousefpour, 2016 ; Kravchenko et al., 2019). Lors de la fabrication, les flocons sont répartis de manière aléatoire dans le moule, les principaux modes de disposition sont : manuellement (Selezneva & Lessard, 2016) ou par papier humide comme dans les procédés de bulk moulding compound (Yamashita, Hashimoto, Suganuma, & Takahashi, 2016). Dans la suite, ces flocons sont référencés sous l'acronyme ROS se traduisant par flocons orientés aléatoirement.

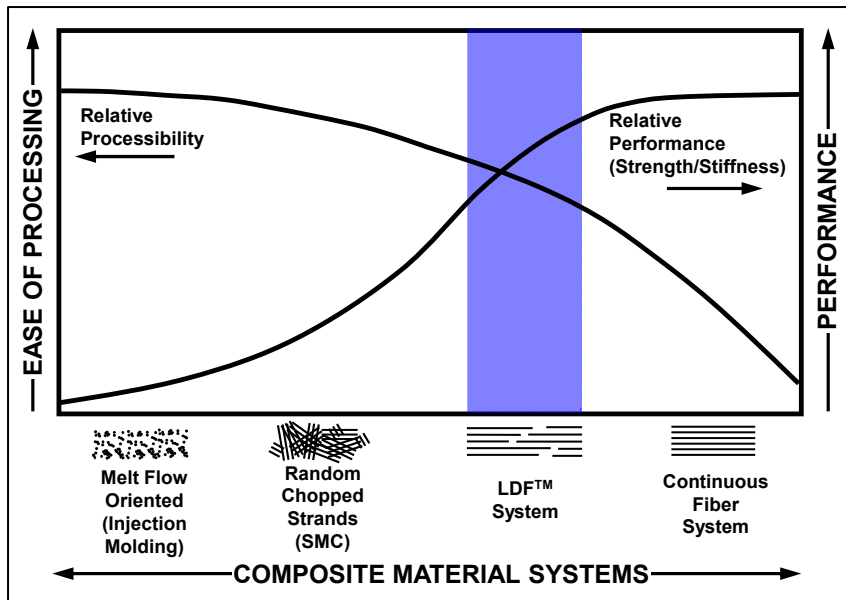


Figure 1.7 Mise en forme et performance des composites LDF  
comparé aux autres matériaux  
Tirée de A. W. Smith (2021)

### 1.3.1.1 Hétérogénéité de la structure

De par la nature et la disposition des ROS, les pièces fabriquées à partir de ceux-ci présentent une structure fortement hétérogène. La détection des défauts internes via la thermographie n'étant pas concluante, l'inspection ultrasonique est l'option choisie, malgré les difficultés associées à la distinction du bruit des défauts (Feraboli, Cleveland, Ciccu, Stickler, & DeOto, 2010). Les auteurs parviennent à détecter les défauts qui correspondent aux zones d'atténuation du signal sonore. Pour trouver la meilleure fréquence d'utilisation de la sonde, Feraboli (2010) réalise des essais à 2,5 MHz, 5 MHz et 10 MHz. La Figure 1.8 justifie le choix de la fréquence de 5MHz comme celle permettant le meilleur équilibre entre sensibilité et bruit (Feraboli et al., 2010). Ce choix est également pris dans le cas d'autres inspections présentes dans la littérature (Selezneva, 2015a ; Yamashita et al., 2016). Représentés par la couleur bleue sur l'image du c-scan (Figure 1.8), ces zones appelées « hotspots » fournissent certes des indications sur la dimension et l'emplacement du défaut mais ne donnent pas le type de défauts associé. Pour cela, il est nécessaire de réaliser une analyse microscopique.

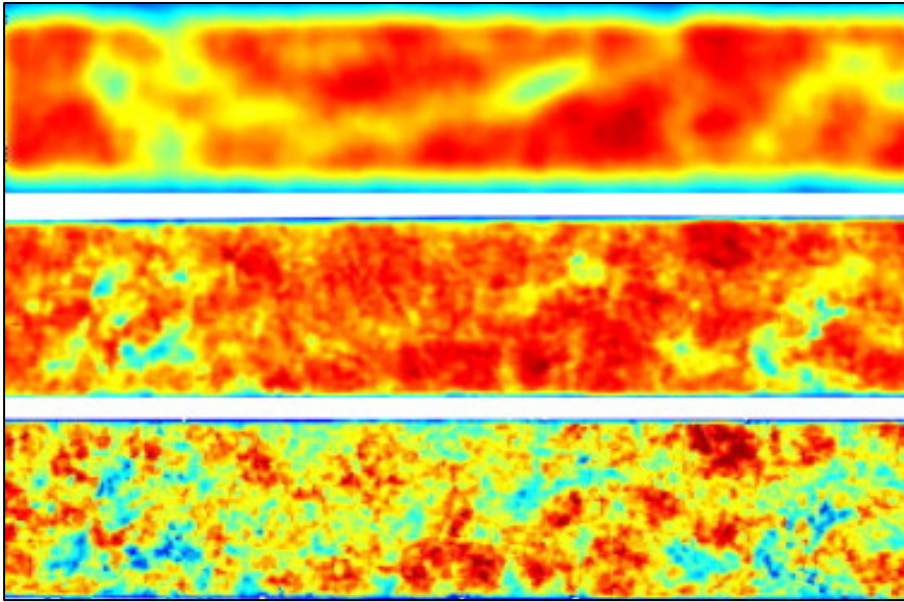


Figure 1.8 C-scan généré suite à l'inspection d'un échantillon avec une sonde de fréquence 2,25, 5 et 10 MHz (de haut en bas)  
Tirée de Feraboli et al (2010)

La liste suivante présente les défauts détectés dans des composites ROS (Feraboli et al., 2010 ; Selezneva & Lessard, 2016) : zones riches en résine, porosités, enroulements de fibres et orientation hors du plan de flocons. Il est possible que ces défauts se combinent entre eux comme un amas de résine contenant des porosités. Les panneaux faits de petits flocons ont tendance à avoir un plus grand nombre de zones riches en résine particulièrement au bout des flocons (Figure 1.9 en raison d'une plus grande hétérogénéité de la structure (Selezneva & Lessard, 2016). Dans les cas d'un refroidissement rapide et/ou à faible pression des défauts de surface apparaissent et sont détectés au c-scan (Landry & Hubert, 2015 ; Selezneva, 2015a). Landry (2015) observe une augmentation du taux de porosité, lors du relâchement de la pression à haute température. La cause de ces défauts est un rétrécissement non uniforme dû à un fort coefficient d'expansion thermique (Landry & Hubert, 2015). Les petites régions riches en résine vu par Yamashita (2016) n'ont pas d'influence sur la résistance en traction des échantillons.



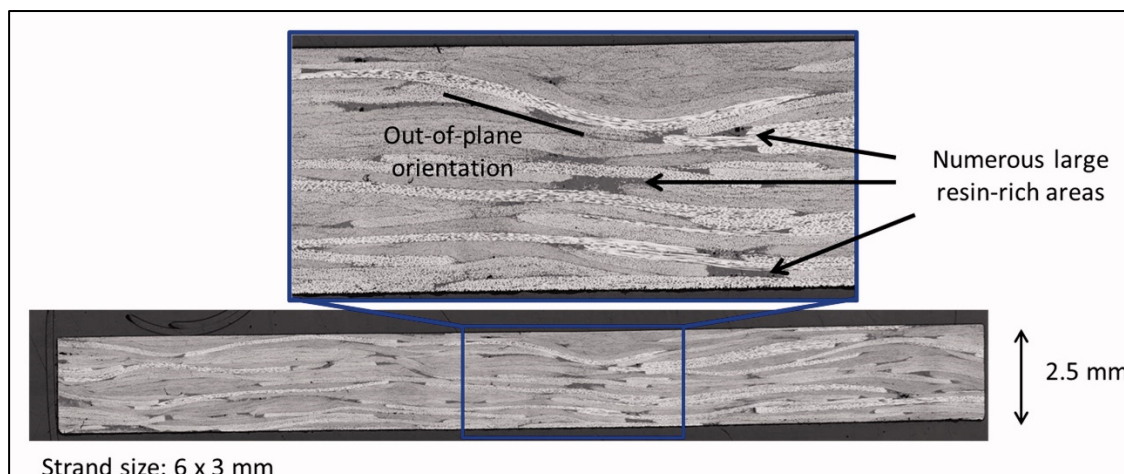


Figure 1.9 Micrographie d'un échantillon fait avec des flocons courts  
Tirée de Selezneva & Lessard (2016)

Le gauchissement est une autre problématique rapportée dans la majorité des panneaux plats. Présentant une déformation unique, le gauchissement de chaque plaque est dû à l'orientation aléatoire des flocons (Collins, Batista, & Hubert, 2021) et à la variabilité du coefficient de dilatation thermique entraînant des contraintes résiduelles (Selezneva & Lessard, 2016). Selon Collins (2021), c'est uniquement en combinant flocons de petites dimensions et augmentation de l'épaisseur des panneaux qu'il est possible d'observer une diminution du gauchissement. Une autre option proposée par Visweswaraiah (2018) est de mélanger le type de flocons utilisés. L'influence ou non du gauchissement sur les propriétés mécaniques n'est pas reportée dans la littérature.

### 1.3.2 Propriétés mécaniques

De nombreuses études ont été réalisées sur les performances mécaniques des panneaux obtenus avec des flocons orientés aléatoirement en CF/PEEK. En 2014, une meilleure résistance en traction pour les spécimens faits à partir de CF/PEEK comparé à du CF/époxy est mis en évidence (Eguémann et al., 2014). Les tests menés par Selezneva (2016) fournissent de nouvelles données sur les propriétés en traction, compression, cisaillement et en fatigue. D'autres tests de traction ont également été menés par Kravchenko (2019) et Tomblin (2024).

pour le même type de matériau. De manière générale, une grande variabilité est observée pour toutes les données (Eguémann et al., 2014 ; Selezneva, 2015a ; Tomblin et al., 2024).

Les comparaisons des performances en traction des ROS par rapport aux laminés quasi-isotrope présentes dans la littérature s'accordent sur les points suivants :

- des modules d'Young similaires
- des résistances à la rupture plus faible de 50% (Jin et al., 2017), 60% (Selezneva & Lessard, 2016) et 70 % (Yamashita et al., 2016).

Ces faits observés dans le cadre d'essai en traction le sont aussi en compression, à la fois pour des flocons en CF/époxy (Feraboli et al., 2009) qu'en CF/PEEK (Selezneva & Lessard, 2016). Ces auteurs constatent également des valeurs de résistances en compression plus élevée qu'en traction lors de l'utilisation de flocons orientés aléatoirement, alors qu'il s'agit de l'inverse dans le cas des QI. Concernant les propriétés en cisaillement, peu d'informations sont disponibles, mais les essais menés par Selezneva (2016) indiquent des résistances proches voire supérieure à celles en traction.

L'influence des défauts, plus particulièrement des porosités sur les propriétés en compression est étudié par Landry (2015). Il conclut sur une forte sensibilité de la rupture aux porosités de surfaces et constate une réduction de 15 % à 25 % de la résistance pour une augmentation du taux de porosité comprise entre 0,65 % et 1,3 %. Afin de déterminer l'influence d'un trou sur la résistance en traction, certains Boursier (2010), Qian (2011) et plus récemment Tomblin (2024) ont réalisé des *open hole tensile test* (test de traction à trou ouvert). Si les résultats des deux premiers auteurs montrent une insensibilité des tests au trou, expliqué par l'hétérogénéité de la structure en ROS. Les résultats de Tomblin (2024) suggère que la rupture est en réalité plus susceptible de se produire au niveau du trou si la taille de celui-ci excède les dimensions des flocons utilisés. Concrètement, pour un trou de diamètre 6,35 mm avec des flocons 12,7 mm x 12,7 mm la rupture aura tendance à se produire loin du trou et les résistances seront similaires à celles obtenues en l'absence de trou (Tomblin et al., 2024). Tandis que pour des

trous de diamètres 19,1 mm ou 25,4 mm, la rupture se produit au niveau du trou puisque le matériau y est plus sensible, selon l'auteur.

### **1.3.2.1 Influence des dimensions**

D'après les informations disponibles dans la littérature, les propriétés mécaniques dépendent des dimensions de flocons utilisés. Plusieurs auteurs s'accordent sur l'augmentation de la résistance et du module en traction avec l'accroissement de la longueur des flocons et donc de la longueur de fibre (Eguémann et al., 2014 ; Kravchenko et al., 2019 ; Selezneva & Lessard, 2016 ; Selezneva et al., 2016). L'écart est d'autant plus important en comparant les données des flocons les plus courts avec ceux des plus longs. Une possible explication serait une propension plus importante des flocons courts à être orientés hors du plan et diminuant ainsi la valeur du module dans le plan (Selezneva & Lessard, 2016). Une asymptote dans les propriétés en traction est observée à partir d'une longueur de flocons de 18 mm (Yamashita et al., 2016). Ce fait se retrouve également pour les modules obtenus par Eguémann (2014). A longueur fixe, Tomblin (2024) constate de meilleures propriétés en traction lors de l'utilisation de flocons ayant une largeur plus petite, 1,76 mm contre 12,7 mm.

Concernant l'influence de l'épaisseur des spécimens, celle-ci diffère selon les études. Dans le cas des flocons en CF/époxy, le module d'Young double entre un panneau de 2 mm et de 6 mm (Feraboli et al., 2009). De plus, une réduction du coefficient de variation de 20 % à 4 % est observée par l'auteur. Pour Selezneva (2016) il n'y a pas d'impact remarquable entre les panneaux de 2,5 mm et 6 mm, alors les résultats de Kravchenko (2019) et de Tomblin (2024) montrent eux une amélioration de la résistance avec l'épaisseur des panneaux. Avec une stagnation qui est constatée à partir d'une épaisseur de 3,7 mm et 3,81 mm respectivement.

Cette tendance d'amélioration des propriétés en traction avec la longueur des flocons est aussi valable pour les résistances en compression et en cisaillement. Toutefois, l'effet de la longueur

des flocons n'est réellement visible que lors de la comparaison entre les flocons les plus courts et les plus longs.

### 1.3.2.2 Mode de rupture

A l'inverse des composites unidirectionnels où la fibre détermine la rupture, dans le cas des composites à base de ROS elle est dominée par la matrice (Feraboli et al., 2009). Suivant le chemin de moindre résistance, elle se faufile entre les flocons comme visible à la Figure 1.10. Qui dit chemin de moindre résistance, ne veut pas dire passage obligatoire par un défaut, puisque l'agencement des flocons environnants peut bloquer le passage (Feraboli et al., 2009). En outre, la disposition aléatoire des flocons ralentit parfois la propagation de la rupture, celle-ci prend plus de temps à se déplacer entre les flocons superposés (Boursier & Lopez, 2010). Dans le cas des longs flocons, la distance entre flocons est plus longue à parcourir ce qui pourrait expliquer les valeurs de résistance plus grandes (Selezneva & Lessard, 2016).

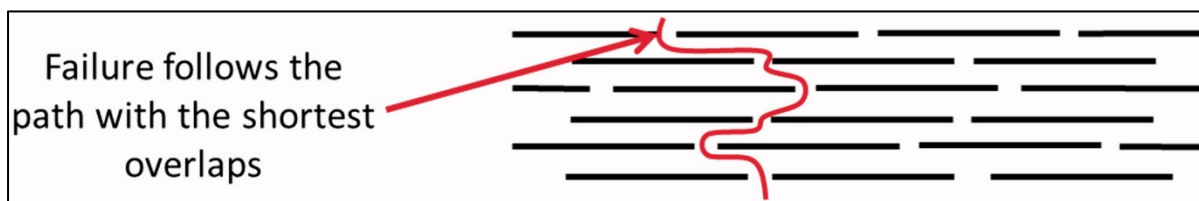


Figure 1.10 Chemin suivi par la rupture, traduction du texte « La rupture suit le chemin avec les superpositions les plus courtes »  
Tirée de Selezneva & Lessard (2016)

Les analyses de rupture des tests de traction ne montrent que peu de ruptures dues à la fibre (Feraboli et al., 2010 ; Yamashita et al., 2016). Les ruptures se caractérisent plutôt comme des « délaminations » à travers l'épaisseur sous la forme de séparation de groupes de flocons. Les modes de rupture en traction recensés dans la littérature sont les suivants : splitting of chopped tapes (déchirement de flocons), pulling out of chopped tapes (décollement de flocons), fibre breakage (rupture de fibre) (Yamashita et al., 2016). Les deux premiers sont ceux principalement observées et correspondent à une rupture dominée par la matrice. C'est en

raison de la rupture dominée par la matrice et de l'hétérogénéité du matériau qu'une forte diminution de la résistance ultime en traction est observée. De plus, Yamashita (2016) remarque qu'un grand nombre de flocons qui se décollent ont une petite longueur de fibre.

Les premières fissures se réalisent en surface, au niveau de flocons orientés hors du plan, à l'interface entre deux flocons ou bien à la limite d'une zone de résine (Boursier & Lopez, 2010). Ces fissures ne sont pas nécessairement responsables de la rupture finale qui peut se produire loin de celles-ci. Les ruptures en compression surviennent selon quatre modes d'après les observations de Selezneva (2016). Ni elle ni Landry (2015) n'ont pu établir une connexion entre les modes de rupture et la longueur des flocons. Concernant la rupture en cisaillement, les composites ROS démontrent un chemin non symétrique avec différentes régions de déformations.

### 1.3.3 Application industrielle et commerciale

Certaines entreprises produisent des composites thermoplastiques ROS et les utilisent d'ores et déjà pour certaines de leurs pièces. Une majorité de fournisseurs de ROS sont logiquement des producteurs de rouleaux de préimprégnés, il est possible de citer parmi eux :

- Toray avec le composant Cetex MC1200 PEEK,
- Hexcel et le produit HexMC-i/M77
- Quantum Composite avec AMC 8590

L'une des entreprises les plus connue concernant la fabrication de produits à partir de ces matériaux est sans doute Greene Tweed qui propose la production de pièce structurales (Figure 1.11) pour l'industrie aéronautique à base de flocons en fibre de carbone avec des matrices PEKK, PEEK ou PEI.



Figure 1.11 Pièces structurales pour avions

## 1.4 Objectifs de recherche

Nocifs pour l'environnement, énergivores, perte des propriétés mécaniques, onéreux tels sont les principaux inconvénients qui reviennent lors de l'analyse des méthodes de recyclage pour les composites. Quelle option de valorisation est-il possible de considérer pour les TET ? Ces chutes de production obtenues lors de la fabrication des rouleaux de préimprégné ressemblent fortement aux flocons orientés aléatoirement. Ces ROS sont utilisés dans la fabrication de pièces complexes, et fournissent une piste d'utilisation pour les TET. Les travaux menés sur les composites ROS mettent en évidence l'influence des dimensions des flocons sur les propriétés. Or, les TET se caractérisent par une grande diversité de formes. Un tamisage des TET par rapport à leurs dimensions a été réalisé en amont de ce mémoire. Cependant, avant de produire quelconques pièces, il est nécessaire de connaître les performances mécaniques de ce matériau. Mais, celles-ci n'existent pas dans la littérature. Ce mémoire a un objectif double :

1. Analyser les défauts présents dans les panneaux moulés avec des TET,
2. Évaluer l'impact du tamisage des flocons TET sur les propriétés en traction et flexion.

### 1.4.1 Structure du mémoire

Ces objectifs sont adressés au travers des chapitres suivants :

- **chapitre 2** fait un retour sur les opérations de tamisage mis en place pour améliorer l'uniformité des flocons TET. Ainsi que sur la fabrication des panneaux. Bien que réalisées en amont de ce mémoire, ces travaux sont nécessaires et impactent la suite du projet;
- **chapitre 3** décrit l'ensemble des méthodes utilisés pour répondre aux deux objectifs. Les procédés d'inspection ultrasonique, la préparation des échantillons mécaniques et de microscopie ainsi que les techniques de tests sont abordées.

- **chapitre 4** présente les résultats et offre une discussion sur les travaux menés. Une évaluation de la qualité des panneaux y est proposée ainsi qu'une caractérisation mécanique des panneaux obtenus à partir des TET. Une analyse sommaire du potentiel de réchauffement global entre flocons recyclés et commerciaux est également réalisée.





## CHAPITRE 2

### ÉTAPES PRÉLIMINAIRES : TRI ET PRÉPARATION DES MATÉRIAUX

Ce chapitre fournit les informations et les résultats concernant les étapes de tamisage des flocons et de fabrication des panneaux. Réalisés en amont de ce mémoire, ces deux procédés impactent les travaux menés par la suite.

#### 2.1 Flocons TET

La fabrication des préimprégnés implique le dépôt d'une couche de matrice sur des renforts, qui passent ensuite à travers des rouleaux à une température et une pression déterminée. Si à l'issue de ce processus, l'épaisseur et le taux de fibre à l'intérieur des rouleaux de prepreps sont contrôlés, il n'est pas rare que leurs bords présentent certaines variations. Ne respectant pas les exigences de production, ils sont coupés de manière aléatoire et forment des flocons appelés Tape Edge Trim (TET). La Figure 2.1 présente les flocons TET ici étudiés et issus de la ligne de production du préimprégné unidirectionnel Tenax®-E TPUD PEEK-HTS45 P12 12K-UD-145 de Teijin.



Figure 2.1 Flocons TET fournis par l'entreprise Teijin Carbon

Le matériau vierge produit par cette ligne se compose de fibres de carbone Tenax®-E HTS45 de module standard disposées en trames de 12K et imprégnées d'une matrice PEEK. La masse surfacique du préimprégné et la teneur en poids de la matrice sont respectivement de 220 g-m<sup>-2</sup> et 34 %, selon la fiche technique (*Production of Tenax® Thermoplastic UniDirectional (TPUD) in Heinsberg*, 2020). Toutefois, les flocons TET qui sont des chutes de production peuvent ne pas répondre aux spécifications du préimprégné vierge. Ils présentent de plus une grande variété de forme et de taille. Ces TET représentent actuellement jusqu'à 15 % du poids du rouleau de préimprégné, en fonction de facteurs tels que la largeur du rouleau et les niveaux d'optimisation du processus atteints au cours d'un cycle de production donné.

### 2.1.1 Procédés de tamisage

La première partie du projet consiste à améliorer l'uniformité géométrique des flocons par un procédé de tamisage. Deux systèmes sont envisagés, le premier correspond à une machine de tamisage Model B Ro-Tap® de l'entreprise Tyler Industrial Products présentée à la Figure 2.2 (a). Ce modèle qui décrit un mouvement circulaire dans le plan est finalement écarté en raison de la formation d'agrégats lors du tamisage (A. Smith et al., 2022). Ce phénomène se produit lorsque des flocons de petites tailles se coincent à l'intérieur de plus grands flocons. Pour plus de détail sur ce procédé, il est possible de se référer à l'acte de conférence publié par (A. Smith et al., 2022). Le second système est une machine Gilson TS-1, Figure 2.2 (b), fonctionnant selon un mouvement linéaire vertical. N'entraînant pas la formation d'agrégats, ce processus permet de trier une plus grande quantité de flocons pour le même laps de temps, faisant de lui le système retenu pour la suite (A. Smith et al., 2022).

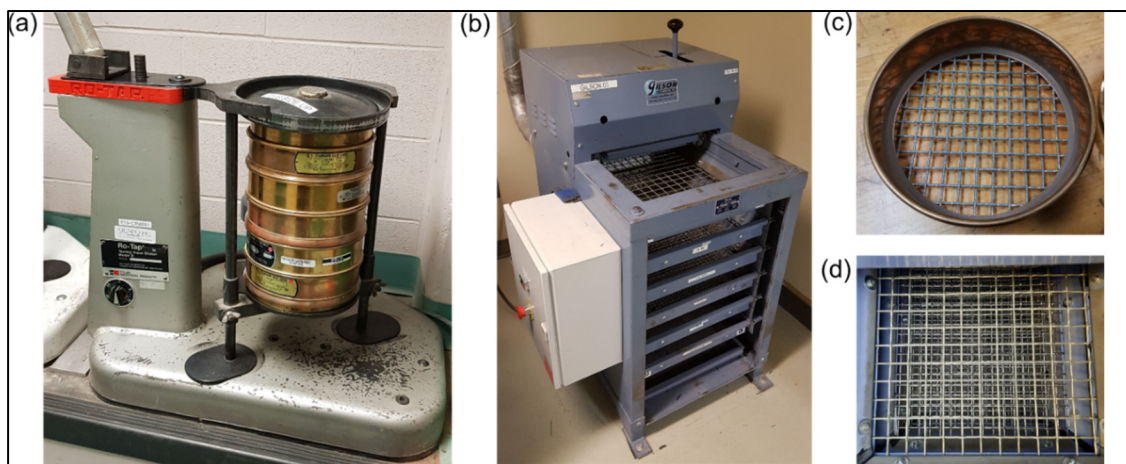


Figure 2.2 Tamiseuse (a) Model B Ro-Tap®; (b) Gilson TS-1, (c) tamis à maille carrée du Model B Ro-Tap®; (d) tamis de la Gilson TS-1

Tirée de Smith (2022)

La Figure 2.3 présente les flocons triés et récoltés dans les six tamis de maillages décroissants : 28 mm, 20 mm, 14 mm, 10 mm, 5 mm et 2,5 mm. Pour une masse de 1 kg de flocons triés en l'espace de 10 min, la Figure 2.4 correspond à la distribution des quantités de TET récoltés dans chaque tamis. À eux seuls, les tamis de 14, 10 et 5 mm concentrent plus de 70 % des flocons alors que les masses des deux plus grands (28 et 20 mm) n'excèdent pas les 5 %.

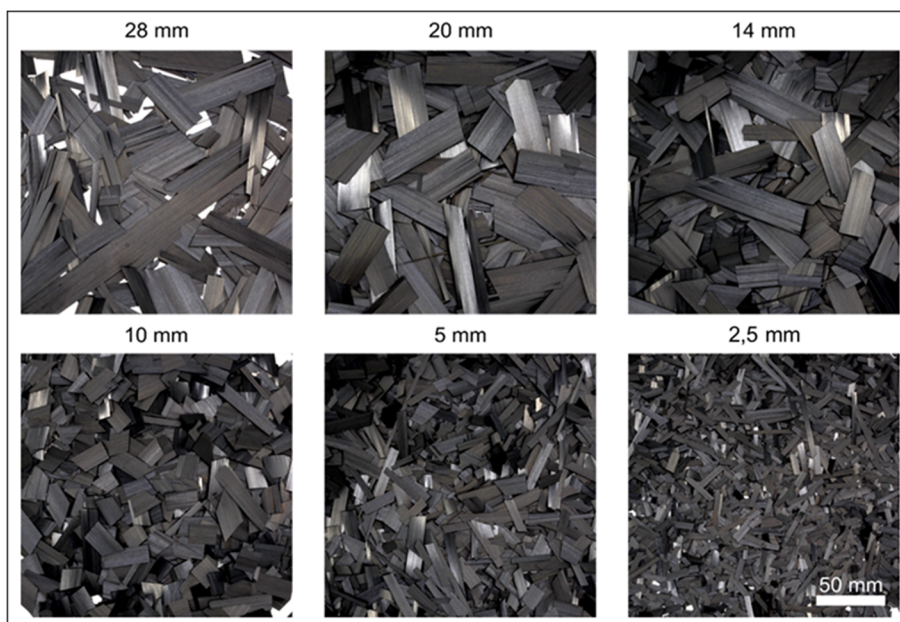


Figure 2.3 Flocons TET provenant des différents tamis

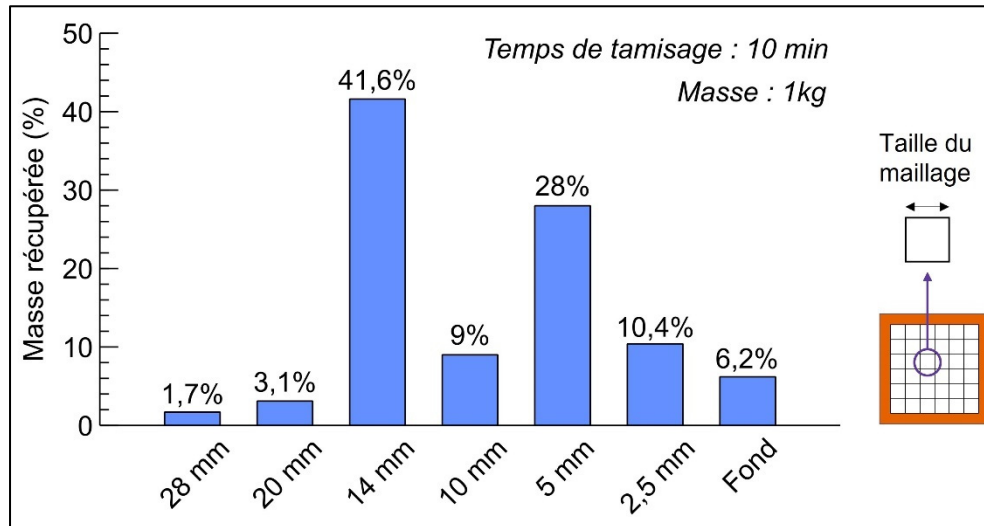


Figure 2.4 Distribution de masse des flocons de TET récupérés dans les tamis de différentes tailles

### 2.1.2 Mesure de la longueur de fibre

Afin de s'assurer du regroupement des flocons selon leur taille, une analyse optique est réalisée (A. Smith et al., 2022). Un échantillon de TET représentatif de la population de chaque tamis est prélevé, pris en photo et soumis à l'analyse d'un code python (Figure 2.5). Ce code transforme l'image en noir et blanc, numérote chaque flocon, puis vient détecter leurs contours. Un polygone virtuel est généré et à l'aide de cette représentation, les données suivantes sont mesurées :

- longueur moyenne,
- largeur moyenne,
- allongement,
- aire.

L'analyse des résultats de chaque tamis, permet aux auteurs de conclure que la dimension minimale d'un flocon constitue le paramètre déterminant son passage d'un tamis à un autre. En raison de la diversité des formes des flocons, qui ne sont pas des rectangles parfaits, la

mesure de longueur représente une moyenne des dimensions des polygones irréguliers. Cette longueur moyenne ne fournit donc pas une représentation très précise des longueurs de fibres pour chaque tamis, limitant ainsi son utilité pour des comparaisons détaillées des performances mécaniques.

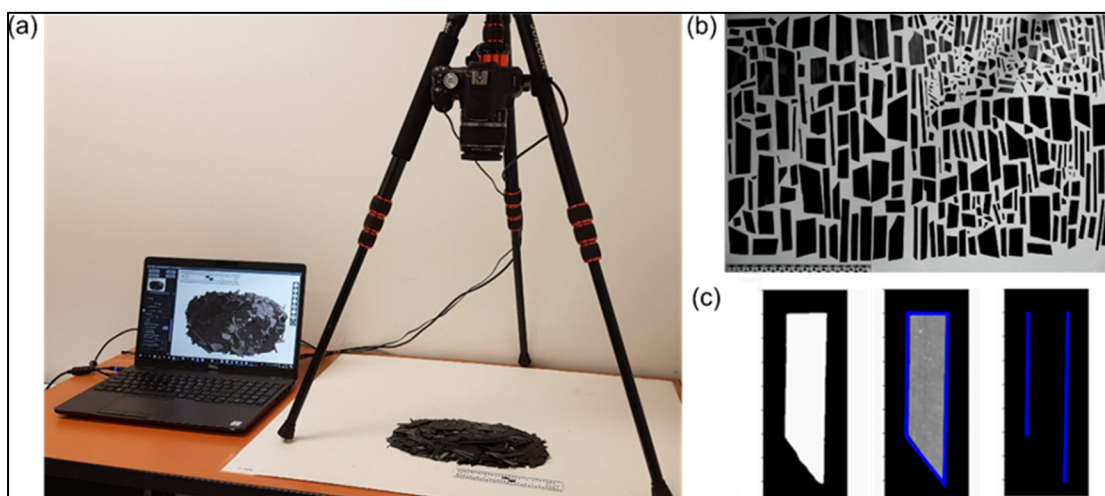


Figure 2.5 (a) Disposition pour la prise de photo des flocons, (b) photo des flocons avant tri vu par le code python, (c) sortie visuelle du code Python d'analyse d'image, comprenant le seuillage, l'ajustement des polygones et la détection des lignes parallèles

Tirée de Smith (2022)

Pour mesurer plus précisément les longueurs de fibre, une méthode alternative est appliquée aux TET triés et non triés. Ceux-ci sont virtuellement divisés en bande de 2 mm de largeur dans le sens de la longueur des fibres, puis mesurés individuellement. La Figure 2.6 (a) résume les éléments clés obtenus pour chaque lots, tels que la moyenne, la médiane, l'écart interquartile (EI). Les moustaches minimales et maximales sont définies par le premier point de données présent dans la limite des valeurs aberrantes du quartile 1 moins  $1,5 \cdot EI$  et du quartile 3 plus  $1,5 \cdot EI$ , respectivement. Les conclusions tirées de la Figure 2.6 (b) qui compare la longueur de fibre moyenne et le coefficient de variation de chaque tamis par rapport aux résultats des flocons non triés, sont les suivantes :

1. L'augmentation de la longueur de fibre est constatée avec l'accroissement du maillage du tamis ;

2. La diminution de la variabilité des flocons au sein des tamis (exception faite pour celui de 2,5 mm) par rapport aux flocons non triés.

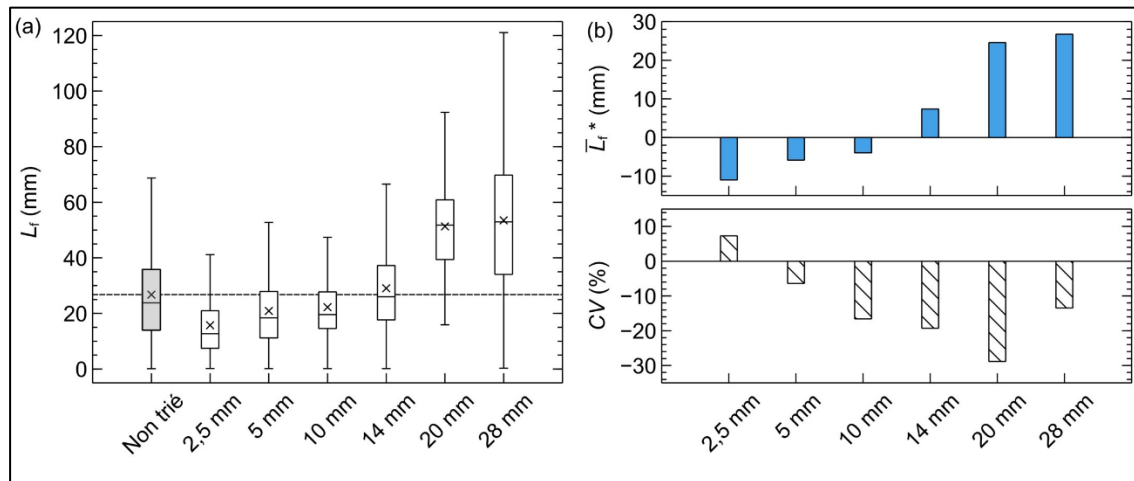


Figure 2.6 (a) Évolution de la longueur de fibre selon la méthode des bandes de 2 mm, (b) différence entre la longueur de fibre moyenne et le coefficient de variation de chaque tamis par rapport aux flocons non triés

## 2.2 Fabrication des panneaux

Les différents lots de flocons TET sont envoyés à Teijin Carbon pour la fabrication des panneaux. Les plaques sont moulées par compression à l'aide d'une presse LMG 150 tonnes montré à la Figure 2.7 (a). Il s'agit d'obtenir des panneaux d'une épaisseur égale à 3,2 mm, en utilisant un moule de dimension 305 mm x 305 mm Figure 2.7 (b). Pour cela, la masse de flocons nécessaire est estimée à 567 g pour chaque pièce. Après le tamisage de 14 kg de flocons, les quantités récoltées dans les tamis de 20 et 28 mm ne sont pas suffisantes, ces deux cas sont par conséquent exclus de l'étude.

Les TET sont répartis manuellement, par petits lots et de manière aléatoire afin de minimiser l'orientation hors plan et d'assurer une distribution uniforme dans le moule. Le cycle de fabrication correspondant aux recommandations du fabricant est ensuite appliqué. Il se caractérise par un temps de consolidation de 30 minutes à 400 °C pour une pression de



consolidation de 1 MPa et un refroidissement lent à 3-5 °C/min. Le moulage de l'ensemble des plaques s'accompagne de la production de matériel s'échappant par les côtés du moule et appelé « flash ». Cet excédent unique à chaque panneau est enlevé Figure 2.7 (c), fournissant ainsi des panneaux carrés de dimension 278 mm et dont les épaisseurs sont comprises entre 2,6 et 3,8 mm.

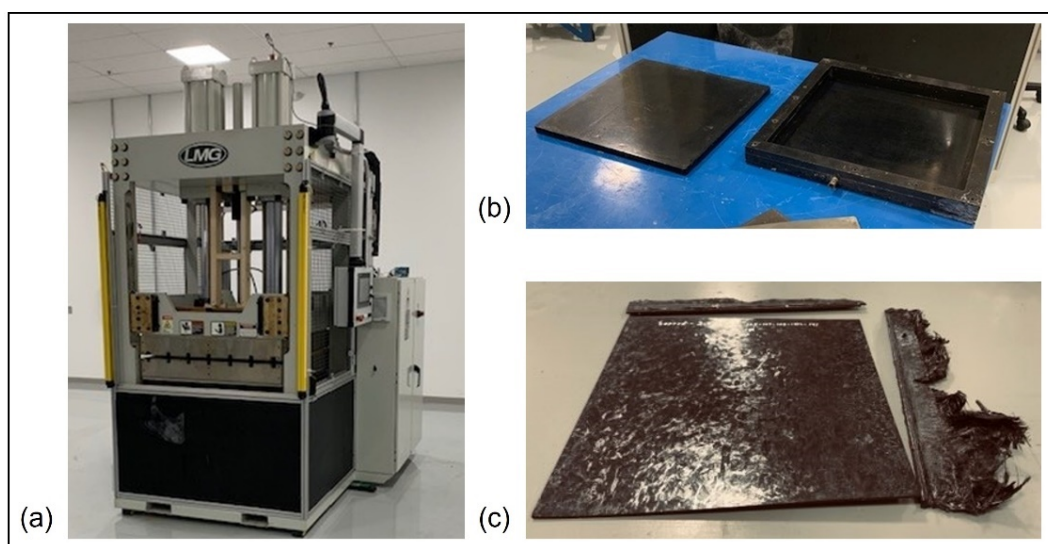


Figure 2.7 (a) Presse LMG 150 tonnes, (b) moule carré de 305 mm, (c) panneau et flash découpé

Des panneaux sont également fabriqués à partir de flocons TET non triés et de flocons commerciaux c'est-à-dire des flocons ayant été coupés dans le rouleau de prepreg issu de la ligne de production d'où proviennent les TET. Le Tableau 2.1 récapitule les caractéristiques de l'ensemble des panneaux fabriqués. Ceux faits à partir de TET sont nommés d'après le tamis d'où les flocons sont extraits. Dans le cas où deux plaques sont moulées avec le même type de flocons, le chiffre 1 ou 2 est ajouté à la suite du nom des panneaux pour les différencier. Par exemple, Sorted 10 mm - 2 désigne le deuxième panneau réalisé avec les flocons extraits du tamis de 10 mm.

Tableau 2.1 Caractéristiques des panneaux

Nom du panneau	Type de flocons	Longueur de fibre moyenne	Nombre de panneau
Baseline	TET non triés	$26,7 \pm 17,1$ mm	2
Sorted 2,5 mm	Tamis 2,5 mm	$15,8 \pm 11,2$ mm	1
Sorted 5 mm	Tamis 5 mm	$20,9 \pm 12,0$ mm	2
Sorted 10 mm	Tamis 10 mm	$22,8 \pm 10,8$ mm	2
Sorted 14 mm	Tamis 14 mm	$34,1 \pm 15,3$ mm	2
Virgin	Flocons commerciaux	12,7 mm	1



## **CHAPITRE 3**

### **MÉTHODOLOGIE**

Ce chapitre explique les méthodes mises en œuvre pour étudier les panneaux fabriqués à partir des flocons TET. Pour rappel, les axes d'étude abordés sont :

1. L'analyse des défauts présents dans les panneaux moulés avec des flocons TET ;
2. L'évaluation de l'impact du tamisage des flocons TET sur les propriétés mécaniques.

Afin de répondre au premier objectif du projet, centré sur la caractérisation des plaques, un contrôle non destructif (CND) par ultrasons ainsi qu'une analyse par microscopie sont réalisés afin d'évaluer la qualité des panneaux.

La seconde partie du projet s'intéresse à l'influence du tri sur les performances mécaniques. La préparation des éprouvettes est donc détaillée, tout comme les paramètres spécifiques aux essais de traction et de flexion.

Pour finir, une analyse sommaire est proposée pour évaluer l'impact environnemental associé à la réutilisation de ces chutes de production.

#### **3.1 Inspection ultrasonique**

Cette section fait le point sur les principes de l'inspection ultrasonique avec un focus sur le cas des composites. L'inspection ultrasonique est une technique utilisée depuis de nombreuses années et permettant la détection des défauts internes des pièces (Daniel, Wooh, & Komsky, 1992 ; Feraboli et al., 2010 ; Fromme, Endrizzi, & Olivo, 2018). Comme son nom l'indique, le CND ultrasonique n'endommage pas la pièce, en plus d'être une technique rapide et précise. Des ondes acoustiques à haute fréquence, également appelées ultrasons, sont dirigées vers la

pièce à analyser. Dans le cadre de cette maîtrise, les inspections sont réalisées avec des ondes se propageant à l'intérieur du matériau et dont les particules se déplacent parallèlement à la direction de propagation. Elles sont donc qualifiées d'ondes de volume longitudinales. Pour les matériaux composites, leurs fréquences sont généralement comprises entre 1 et 10 MHz (Kersemans, Verboven, Segers, Hedayatrasa, & Paepegem, 2018). Les ondes se propagent de proche en proche, lorsqu'elles rencontrent une discontinuité une partie est réfléchi et l'autre poursuit son passage à travers la pièce. Ces discontinuités peuvent en autres correspondre à une porosité, une délamination, un corps étranger ou un changement de milieu au sein de la pièce.

Les mesures d'inspection ultrasonique peuvent être classées en deux grandes catégories : par réflexion (*pulse-echo* en anglais) et par transmission directe (*through transmission*). Le premier mode couramment employé pour les pièces en composites (Fromme et al., 2018 ; Kersemans et al., 2018 ; Luo, Tian, & Lin, 2008) correspond au mode retenu pour les scans des plaques de ce projet. Lors d'une inspection par réflexion, le transducteur fait à la fois office d'émetteur d'ultrasons et de récepteur d'échos, avec une pièce qui peut être immergée ou non. La Figure 3.1 présente un exemple de résultat généralement observé, l'analyse de l'amplitude et du délai de l'écho de défaut donne respectivement des indications sur la taille et la profondeur du défaut.

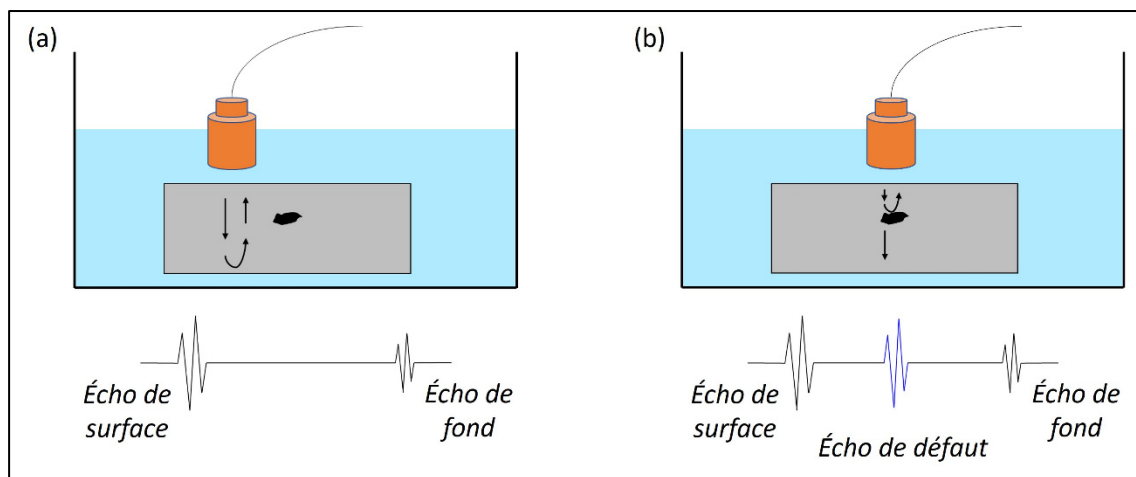


Figure 3.1 Scan en immersion (a) absence de défaut,  
(b) détection d'un défaut et génération de l'écho associé

Les résultats des inspections ultrasonores sont fréquemment affichés sous la forme de c-scan. Il s'agit d'une représentation en deux dimensions de la pièce scannée pour une vue du dessus. Sous la forme de carte de couleur, elle est aussi bien employée pour des composites unidirectionnels (Kersemans et al., 2018) que pour des composites à base de flocons orientés aléatoirement (Feraboli et al., 2010). La Figure 3.2 correspond à une image de c-scans pour un panneau en ROS en fibre de carbone/époxy. Les variations de couleurs sont associées à l'amplitude maximale des échos de défauts. L'auteur indique dans son article que les couleurs chaudes (rouges-oranges) représentent des amplitudes d'échos faibles tandis que les couleurs froides (bleu) traduisent des amplitudes élevées (Feraboli et al., 2010) et donc des zones de potentiels défauts.

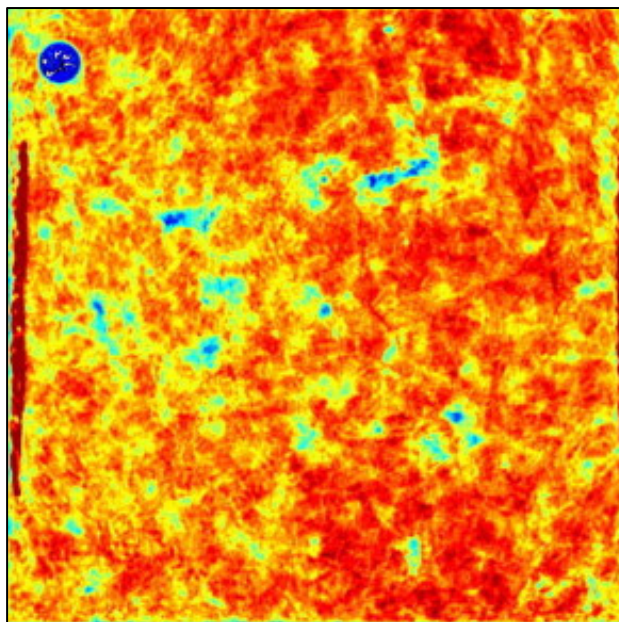


Figure 3.2 C-scan d'un panneau fait de flocons  
orientés aléatoirement en CF/epoxy  
Tirée de Feraboli (2010)

L'inspection ultrasonique étant très sensible, le moindre changement dans la structure sans pour autant qu'il s'agisse d'un défaut peut conduire à la formation d'écho. Or la disposition aléatoire des flocons pour les composites à base de ROS induit une forte hétérogénéité de la structure. Feraboli (2010) attire donc l'attention sur la difficulté à distinguer le bruit des véritables défauts. Afin de limiter au mieux ce problème, les auteurs font le choix de qualifier de zones de potentiels défauts, les espaces présentant des pics d'amplitude supérieure ou égale à 80 % (Feraboli et al., 2010). Ces zones sont nommées « *hotspots* » dans la littérature.

En plus d'être orientés aléatoirement, les flocons TET ont des géométries diverses venant accroître les dissemblances au sein de la structure. Le défi ici est de savoir s'il est possible de détecter ces zones de hotspots pour ce matériau. Chaque panneau est scanné à l'aide du système d'inspection ultrasonique par immersion TCIS-1000 de TecScan à une fréquence de 5 MHz, choisie suite aux différentes indications trouvées dans la littérature pour l'inspection de composite en fibre de carbone (Feraboli et al., 2010 ; Fromme et al., 2018 ; Kersemans et al., 2018 ; Selezneva, 2015a). Les scans sont réalisés à l'aide d'une sonde focalisée Panametrics V309, de diamètre 12,7 mm et d'une longueur focale de 50,8 mm. L'acquisition des données s'effectue par un pas de 1 mm, en déplaçant la sonde le long de l'axe x à une vitesse de 12,5 mm/s. Le balayage étant unidirectionnel, la sonde revient en  $x = 0$  puis se décale de 1 mm le long de l'axe y et repart. Les données recueillies sont analysées à l'aide du logiciel TecView UT2 fourni par la même société.

### 3.2 Microscopie

Les panneaux Baseline - 2, Sorted 2,5 mm et Sorted 14 mm - 2 sont sélectionnés pour l'analyse microscopique. Ils permettent une représentation des différentes catégories de flocons : non triés, issus du plus petit et du plus grand des tamis. Pour chacun, des échantillons sont prélevés dans les zones suivantes :

- Région dont le pic d'amplitude du c-scan est supérieur à 80 %, appelée *haute amplitude* ;

- Région dont le pic d'amplitude du c-scan est compris entre 35 % et 65 %, appelée *moyenne amplitude* ;
- Région dont le pic d'amplitude du c-scan est inférieur à 20 %, appelée *basse amplitude*.

Étant donné que les panneaux sont également utilisés pour des essais mécaniques, les échantillons prélevés pour la microscopie ne peuvent provenir que du squelette des panneaux après découpe des éprouvettes de traction et de flexion. Une superposition du plan de découpe, du squelette et du c-scan de chaque panneau est réalisée afin de sélectionner les échantillons dans les régions mentionnées plus haut. Les spécimens sont découpés à l'aide d'une scie Dremel et montés dans une résine acrylique. Ils sont polis à l'aide d'une meuleuse/polisseuse automatique MotoPol 2000, selon le programme explicité ci-après dans le Tableau 3.1.

Tableau 3.1 Séquence de polissage

Papier sablé	Durée (min)	Vitesse du plateau (tr/min)	Force appliquée (N)
240/P280	2	150	100
320/P400	4	150	100
600/P1200	7	150	100
800/P2400	6	150	100
1200/P4000	8	150	100

Les échantillons sont imagés à l'aide d'un microscope optique Olympus GX51. En raison de leur longueur, les spécimens ne peuvent pas être visualisés en une seule vue sous le microscope. Par conséquent, plusieurs photos sont prises sur leur longueur et assemblées à l'aide du logiciel GIMP afin d'obtenir une image complète et à haute résolution du spécimen.

### 3.3 Éprouvettes de tests mécaniques

Les dimensions des échantillons de traction et de flexion sont déterminées respectivement à partir des normes ASTM D3039 et D790. Le plan de découpe présenté à la Figure 3.3 est appliqué à chaque panneau, avec en bleu les éprouvettes de traction et en orange celles de

flexion. Une machine de découpe au jet d'eau ProtoMax est utilisée pour usiner les spécimens. Le jet d'eau produit des bords avec une légère inclinaison, ceux-ci sont donc sablés en utilisant un papier de grain 120 afin d'obtenir des bords droits.

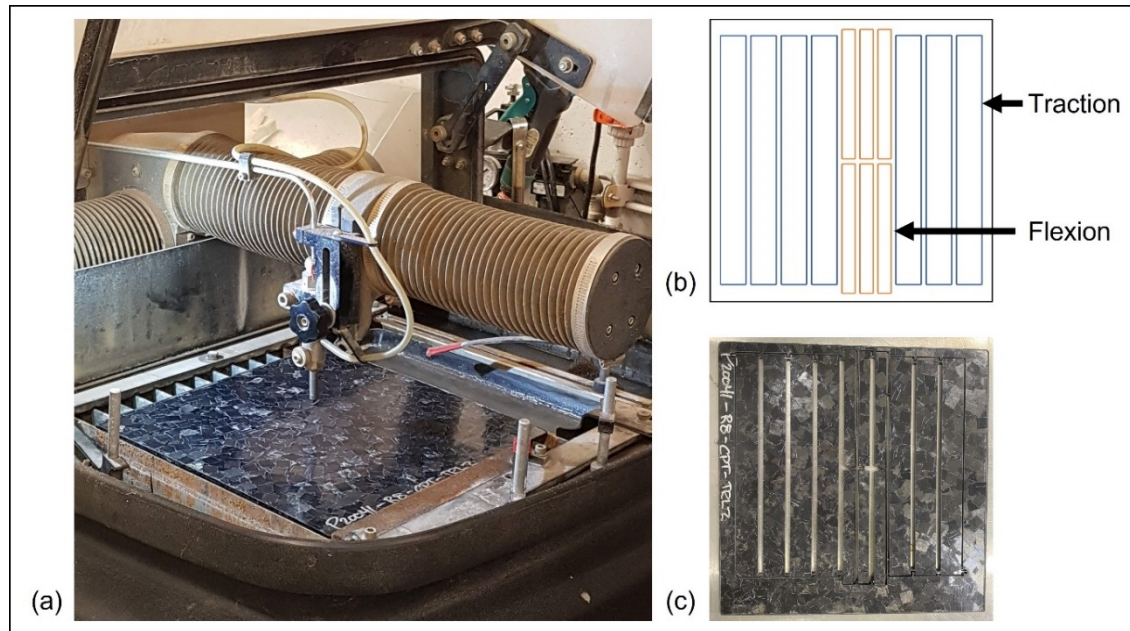


Figure 3.3 (a) Installation du panneau avant découpe, (b) plan de découpe, (c) panneau après découpe

### 3.4 Essais de traction

Sept éprouvettes ayant une longueur de 250 mm et une largeur de 25 mm sont testées par panneau. Les essais sont effectués à une vitesse de déplacement de 2 mm/min, et la technique de corrélation d'images numériques appelée digital image correlation (DIC) en anglais est utilisée pour mesurer les déplacements. Cette méthode employée dans l'analyse de pièces en composite permet d'étudier le champ de déformations complet, contrairement à l'extensomètre, qui est limité à une zone précise. La Figure 3.4 est une photo d'une éprouvette de traction avant le test, avec les champs d'analyse superposés selon la méthode utilisée. Le rectangle rouge correspond à la partie étudiée par l'extensomètre et le vert celle par la DIC. L'orientation aléatoire des flocons ainsi que leur hétérogénéité géométrique contribuent à produire des

spécimens dont la structure est particulièrement hétérogène. Il est donc plus adéquat d'opter pour une technique permettant d'étudier le plus grand champ de déformation correspondant au rectangle vert sur la Figure 3.4 et associé à la DIC.

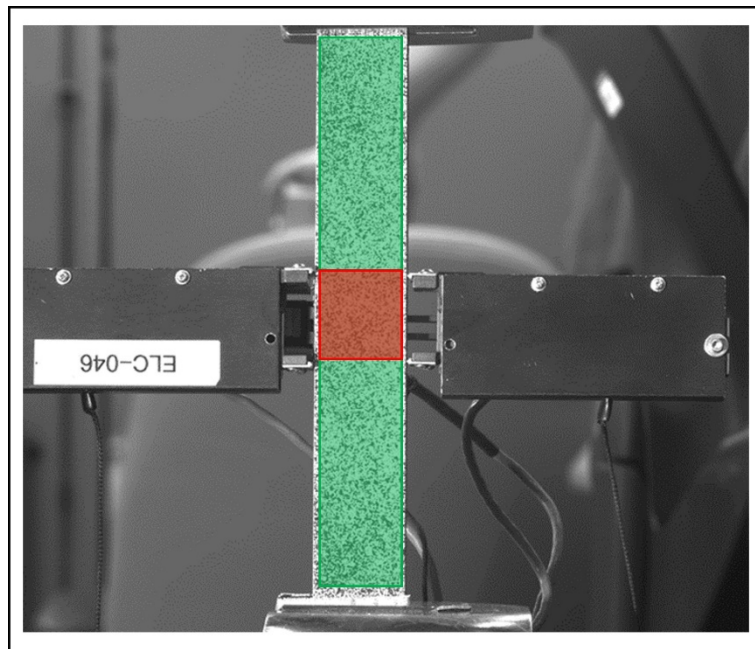


Figure 3.4 Échantillon de traction et ses zones d'analyse, rouge pour l'extensomètre et vert pour la DIC

La DIC a pour principe de comparer une image déformée à son image de référence. Pour ce faire, un motif de mouchetage blanc et noir est créé avec de la peinture. Dans un premier temps, une couche de peinture blanche est appliquée à l'aide d'une bombe aérosol Rust-Oleum sur la longueur de la jauge. Puis un mouchetis noir est ensuite apposé grâce à une bombe de peinture Rust-Oleum noire sur les éprouvettes afin d'obtenir un motif à 50 % blanc et noir.

Au cours des essais, des images sont capturées toutes les secondes à l'aide d'une caméra monochrome FLIR Grasshopper 3-51SM5M. Par la suite, les images sont traitées à l'aide du logiciel Digital Image Correlation Engine (DICE) avec une taille de sous-ensemble dit susbet de 35 pixels et un pas de 15 pixels. La déformation d'une image est calculée comme la

moyenne des déformations des sous-ensembles à l'aide d'un programme Python. La contrainte maximale est calculée comme la force maximale appliquée divisée par la surface de la section transversale. Le module de Young est déterminé comme la pente linéaire de la courbe contrainte-déformation entre  $\varepsilon=0,1\%$  et  $\varepsilon=0,3\%$ .

### **3.5 Essais de flexion**

Les éprouvettes de flexion mesurent 130 mm de longueur et 13 mm de largeur et sont soumises à des essais de flexion à trois points conformément à la norme ASTM D790. Six spécimens sont testés pour chaque panneau avec un rapport portée/profondeur de 32:1. Les calculs de la contrainte maximale de flexion et du module d'élasticité tangent sont effectués selon les équations dérivées de la norme.



## CHAPITRE 4

### RÉSULTATS ET DISCUSSIONS

Ce chapitre analyse les résultats obtenus, selon l'organisation suivante : les données relatives à l'analyse de la qualité des panneaux sont exposées. Ensuite, les performances en traction et en flexion des flocons TET sont abordées et comparées à celles de produits commerciaux. Enfin, une estimation de la quantité de déchets produites annuellement et l'impact environnemental de leur réutilisation sont discutés.

#### 4.1 C-scan

Les résultats de l'inspection ultrasonique sont présentés sous forme de c-scans. Il s'agit d'images cartographiques en 2D, qui ici illustrent l'amplitude maximale des échos de défauts à chaque point. Cette amplitude est traduite sous forme d'une échelle de couleur, comme présentée à la Figure 4.1. Dans ce contexte, les échos d'amplitude élevée sont représentés par des pixels tendant vers le bleu, tandis que les échos d'amplitude faible se manifestent en orange ou rouge. Les panneaux scannés présentent une structure très hétérogène en raison de l'orientation aléatoire et de la diversité des brins. Lors de l'inspection, certains échos de fond sont saturés, réduisant ainsi la qualité des c-scans et compliquant la distinction entre le bruit et les zones de potentiels défauts. Pour différencier les échos de bruit, liés à l'hétérogénéité de la pièce, des échos de défaut, un seuil de 80 % d'amplitude de pic a été fixé : une zone est ainsi considérée comme un hotspot si sa couleur varie entre le bleu et le noir. Ce seuil de 80 % a déjà été adopté pour des panneaux fait à base de flocons commerciaux dans d'autres études (Feraboli et al., 2010 ; Selezneva, 2015b). La Figure 4.1 montre les c-scans respectifs des trois panneaux superposés au plan de coupe des échantillons. Les échantillons de microscopie correspondent aux petits rectangles noirs situés en dehors des spécimens de traction et de flexion. L'ensemble des c-scans sont disponibles à la Figure-A I-1 de l'annexe I.

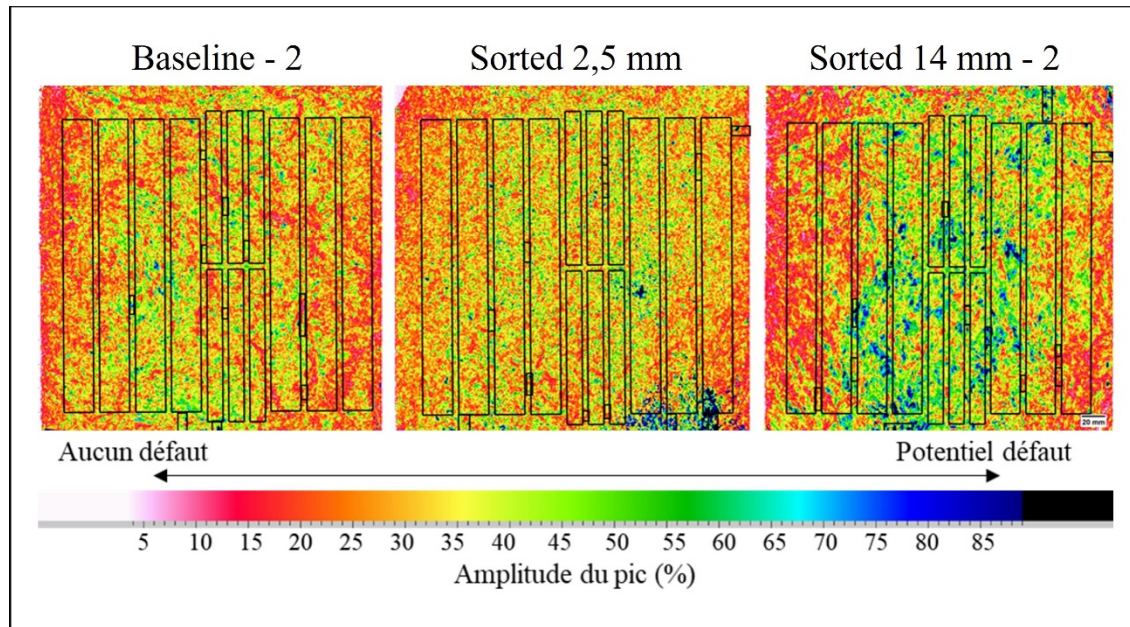


Figure 4.1 Superposition du c-scan et du plan de coupe des échantillons de la traction, flexion et microscopie

## 4.2 Analyse microscopique

### 4.2.1 Régions de hautes amplitudes

Les régions de hautes amplitudes également dites *hotspots* correspondent à des échos de défauts ayant une amplitude supérieure à 80 % et sont associées au bleu/noir sur l'échelle de couleur. L'observation de ces zones au microscope met en évidence des défauts pouvant être regroupés en deux catégories. Le premier type de défauts majoritairement observés correspondent à des porosités, se présentant sous plusieurs formes. Il peut s'agir d'une ligne de porosités observée à la Figure 4.2. Ou encore de porosités à l'intérieur de poches riches de résine ou dispersées aléatoirement dans une région. Lorsque l'ultrason traverse la pièce et rencontre une porosité, l'onde change de milieu et passe du composite à l'air. Les deux milieux étant très différents, l'écho réfléchi est caractérisé par une grande amplitude. Ainsi, quelques porosités proches suffisent à produire un pixel noir, qualifiant la région de hotspot.

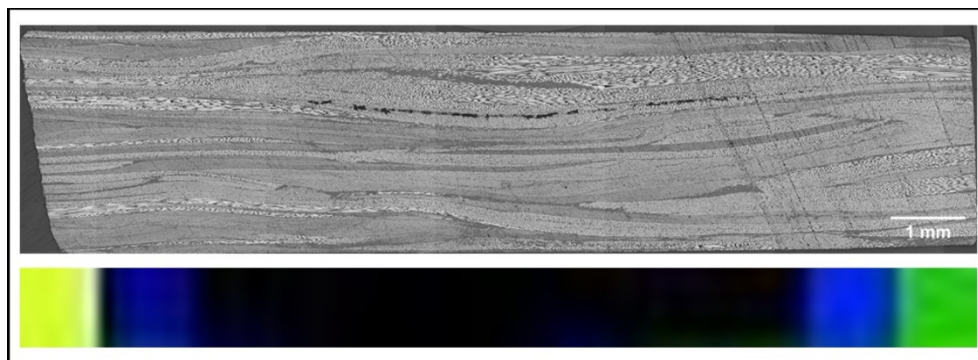


Figure 4.2 Ligne de porosité et portion du c-scan associé pour un échantillon du panneau Sorted 2,5 mm

L'autre type de défaut mis en évidence par la microscopie dans ces zones de hautes amplitudes est un important enroulement de fibres associé à plusieurs zones riches en résine (interne et externe à l'enroulement), Figure 4.3. Ces défauts s'étendent sur presque toute l'épaisseur de l'échantillon, ce qui explique pourquoi le tourbillon et les poches de résine à l'intérieur sont associés à des pixels de couleur noire, qui indiquent une amplitude maximale de 100 %. Comme ce défaut n'est pas localisé sur toute la longueur de l'échantillon, le reste du C-scan est caractérisé par de faibles amplitudes de défaut.

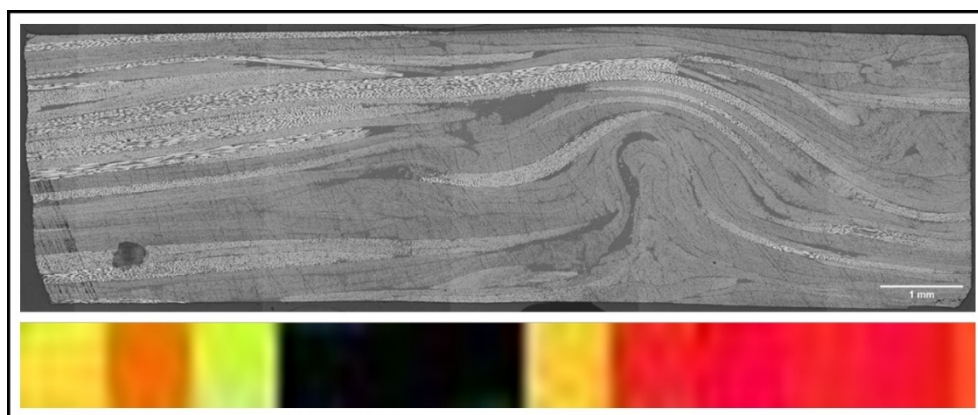


Figure 4.3 Enroulement de fibre, zones riches en résine et portion du c-scan associé pour un échantillon du panneau Sorted 2,5 mm

Il apparaît que les échos avec d'amplitude dépassant 80 % peuvent survenir en présence de défauts significatifs par rapport à l'épaisseur de l'échantillon, ou lorsque de nombreuses porosités se trouvent dans une zone rapprochée.

#### 4.2.2 Régions de moyennes amplitudes

La deuxième catégorie rassemble les régions ayant des échos d'amplitudes comprises entre 35 et 65 %, soit de couleur verte. Bien qu'il ne s'agisse pas de régions de hotspots, puisqu'un écho de défaut a été détecté, l'objectif des micrographies réalisées est de déterminer s'il s'agit d'une discontinuité ou d'un bruit dû à l'hétérogénéité de la pièce. La Figure 4.4 est composée de trois micrographies qui mettent en avant les différentes observations faites pour cette région.

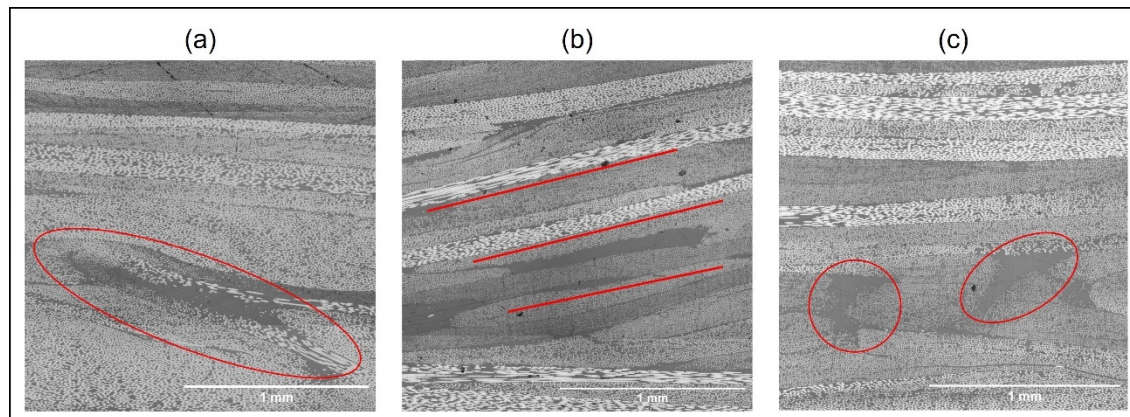


Figure 4.4 Micrographies d'échantillons issus des zones de moyennes amplitudes

La Figure 4.4 (a) montre un léger enroulement de fibres avec une poche de résine au fond de l'échantillon. Ce phénomène déjà observé à la section précédente, présente ici des dimensions moins importantes comparativement à l'épaisseur de l'échantillon. Ceci pourrait expliquer l'amplitude de pic inférieure. L'échantillon (b) illustre une autre particularité, l'orientation hors du plan des flocons. Plusieurs TET désignés par les traits rouges sont positionnés en diagonale dans l'épaisseur et non horizontalement. Étant donné les épaisseurs respectives des trois panneaux (3,77 mm, 3,2 mm et 2,6 mm), il est possible de supposer que les flocons de longueur



inférieure à ces valeurs ont davantage de chances de se retrouver orientés hors du plan. La majorité des micrographies provenant des zones d'amplitudes moyennes montrent des régions riches en résine. Ces discontinuités, plus fréquentes dans le panneau "Sorted 2.5 mm," se forment lorsque la résine fond et comble les espaces entre les flocons. Comme les TET du tamis de 2,5 mm sont de plus petites dimensions, un plus grand nombre de flocons est nécessaire pour atteindre la masse requise de 567 g, ce qui favorise davantage ce phénomène lors de l'utilisation de TET de petite taille.

### 4.2.3 Régions de basses amplitudes

La dernière catégorie est celle où l'écho a une amplitude inférieure à 20 %. Les échantillons extraits de ces régions sont supposés présenter très peu ou pas de défauts, étant donné les faibles amplitudes d'écho des défauts. Les flocons sont orientés dans le plan et bien empilés les uns sur les autres. Sur l'image (a) de la Figure 4.5, il est possible de voir de petites poches de résine à l'extrémité de certains TET mais rien de comparable à ce qui est observé dans les sections précédentes.

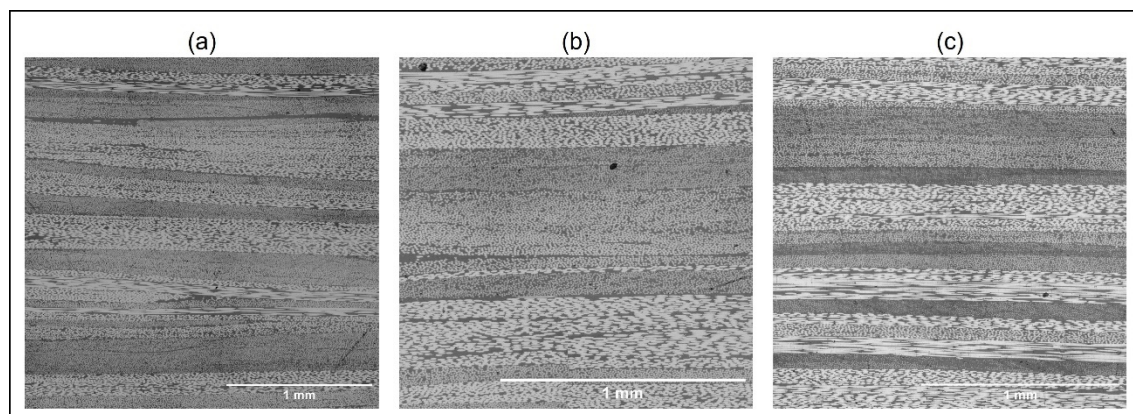


Figure 4.5 Micrographie d'échantillons prélevés dans des zones de basses amplitudes

## 4.3 Taux de porosité local

Le taux de porosité est un facteur utilisé pour analyser la qualité d'une pièce faite en composites. Pour chaque spécimen, le taux de porosité local est déterminé à l'aide du logiciel

ImageJ. Chaque micrographie est transformée en une image en niveau de gris, Figure 4.6 (a). Sur ces nouvelles images les porosités correspondent aux pixels noirs. Un seuillage est ensuite réalisé avec une valeur de seuil fixée à 60 pour créer des images en noir et blanc, où les zones blanches sont associées aux porosités, Figure 4.6 (b). Le taux de porosité pour chaque micrographie est calculé comme le rapport de l'aire blanche sur l'aire total étudiée.

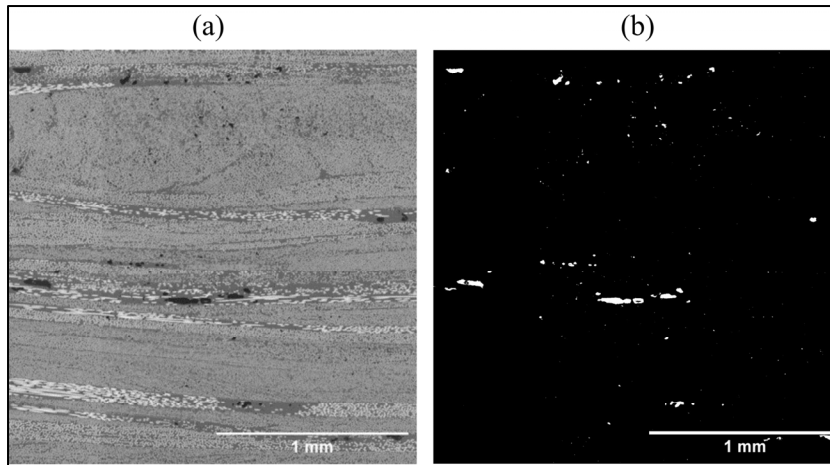


Figure 4.6 (a) Image en niveau de gris de la section transversal d'un spécimen,  
(b) Image en noir et blanc après seuillage

La Figure 4.7 présente les résultats pour chaque échantillon. Globalement pour chaque panneau une augmentation du taux de porosité est constatée avec l'augmentation de l'amplitude du pic de défaut ultrasonique. Autrement dit, les porosités sont plus susceptibles d'être prédominantes dans les régions dites de hotspots. Deuxième constat, pour l'ensemble des spécimens analysés le taux de porosité est inférieur à 1 %. Il est d'ailleurs inférieur à 0,2 % en dehors des régions de hotspots. Étant donné que les échantillons ont été prélevés à divers emplacements au sein des panneaux, ces résultats suggèrent une qualité globale satisfaisante des pièces.

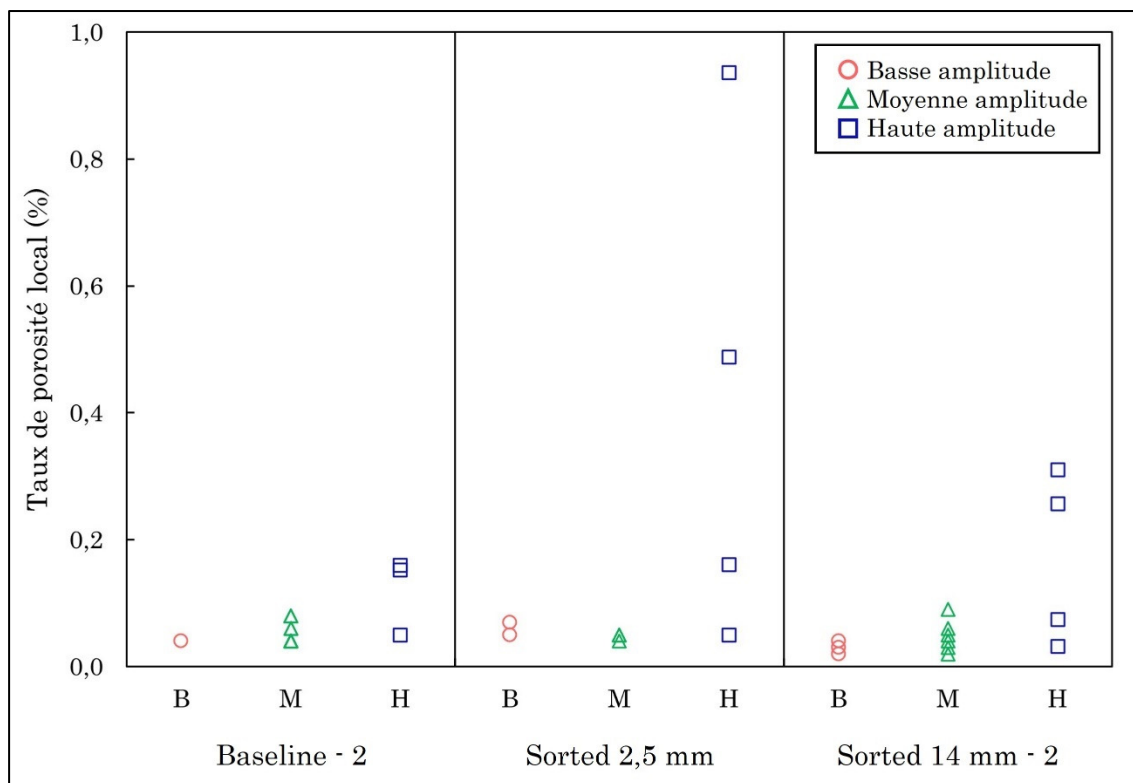


Figure 4.7 Taux de porosité local pour l'ensemble des échantillons de microscopie

#### 4.4 Discussion sur le premier objectif

L'analyse ultrasonique combinée à la microscopie a permis d'évaluer la qualité des panneaux et de dégager plusieurs conclusions. Premièrement, les défauts liés à l'utilisation de flocons recyclés sont comparables à ceux observés dans les produits commerciaux, incluant des zones riches en résine, des porosités, des enroulements de fibres et des orientations hors plan, observés seuls ou en combinaison. Deuxièmement, en l'absence de zones de concentration de défauts hotspots, la teneur en vides mesurée reste inférieure à 0,2 %. Les zones avec des échos de faible amplitude se caractérisent par des flocons bien empilés, et sans grand défauts apparent. Enfin, les hotspots, autrement dit les zones où les amplitudes des échos dépassent 80 %, révèlent des caractéristiques telles que des amas de porosités ou des défauts importants par

rapport à l'épaisseur des échantillons. Ainsi, le contrôle par ultrasons s'avère être un moyen efficace pour identifier la présence de défauts.

## 4.5 Essais de traction

Les Figure 4.8 Figure 4.9 présentent respectivement les résultats des résistances ultimes en traction et des modules d'Young pour les éprouvettes testées. Les valeurs affichées correspondent aux valeurs moyennes accompagnées des barres d'erreurs déterminées à partir des écarts-types. Le Tableau-A II-1 disponible à l'annexe II récapitule l'ensemble des données de traction avec  $\mu$  la moyenne,  $\sigma$  l'écart-type et CV le coefficient de variation exprimé en pourcentage et calculé comme le rapport de l'écart-type sur la moyenne.

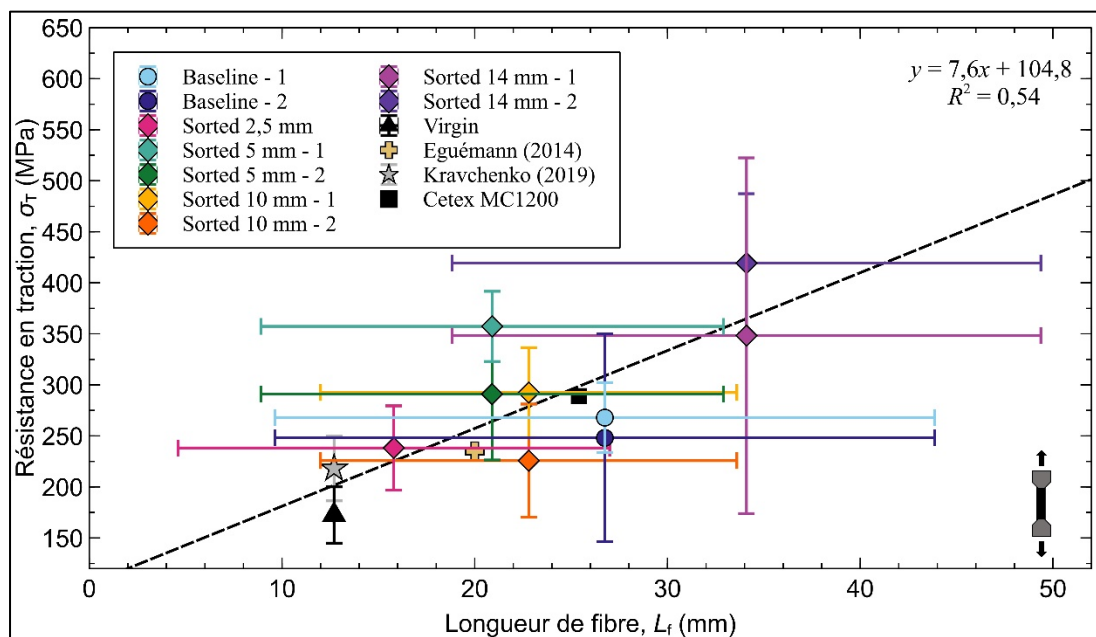


Figure 4.8 Évolution de la résistance en traction avec la longueur de fibre

### 4.5.1 Résistances et modules

Une augmentation de la résistance en traction est constatée avec la longueur de fibre moyenne. Elle est particulièrement visible en comparant les flocons de petites tailles (issus du tamis de



2,5 mm) avec ceux de plus grandes dimensions (issus du tamis de 14 mm). Les éprouvettes extraites des tamis de 2,5 mm, 5 mm et 10 mm présentent également des résistances proches. Ce phénomène est accentué pour les tamis de 5 mm et 10 mm, qui sont caractérisés par des longueurs moyenne de fibre très proches respectivement 20,9 mm et 22,8 mm. Les panneaux Baseline – 1 et 2 sont faits à base de TET non triés, ainsi leurs longueurs de fibres englobent presque toutes les longueurs présentes dans les tamis. Malgré une forte hétérogénéité géométrique, les résistances mécaniques des Baseline varient de 146,3 MPa à 350 MPa, rejoignant ainsi en grande partie les données des panneaux des tamis 2,5 mm, 5 mm et 10 mm. Le panneau Sorted 5 mm - 1 se distingue par une résistance moyenne plus élevée, tout comme les panneaux issus du tamis de 14 mm. Les conclusions de la littérature suggèrent que l'utilisation de brins plus gros favorise un plus grand chevauchement, ce qui allonge le chemin de rupture et conduit à des valeurs de résistance plus élevées (Selezneva & Lessard, 2016).

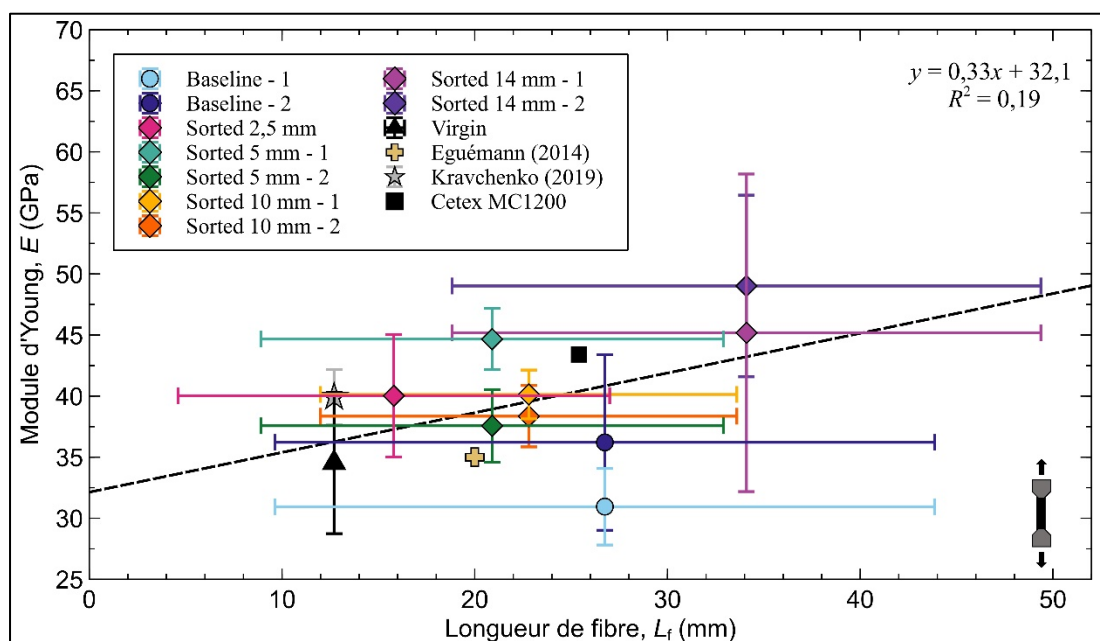


Figure 4.9 Évolution du module d'Young en fonction de la longueur de fibre

Cette augmentation des résistances avec la longueur de fibre ne se retrouve pas dans le cas des modules. Les valeurs de rigidité obtenues sont relativement proches les unes des autres et

semblent moins affectées par la longueur des fibres que la résistance. Le panneau Sorted 2,5 mm a un module d'Young moyen de 40 GPa tandis que pour le panneau Sorted 14 mm - 2 il est de 49 GPa, soit une augmentation de moins de 10 GPa alors que la longueur de fibre moyenne est quasiment doublée entre les deux tamis. Bien que les modules d'Young des panneaux Baseline couvrent la plupart des valeurs obtenues pour les panneaux Sorted 2,5 mm, 5 mm et 10 mm, leurs valeurs moyennes restent elles inférieures.

#### **4.5.2 Flocons recyclés vs commerciaux**

Des valeurs tirées de la littérature ont été ajoutées aux graphiques des Figure 4.8 Figure 4.9 à des fins comparatives. Ces valeurs proviennent d'études réalisées par Eguémann (Eguémann et al., 2014), Kravchenko (Kravchenko et al., 2019), et de l'industriel Toray (Cetex MC1200) (« Toray Cetex® MC1200 - Toray Advanced Composites », s.d.). Elles concernent des composites en CF/PEEK, semblable au matériel des TET. Les résultats du panneau Virgin, dont les flocons sont issus du produit commercial dont la production à générer les flocons TET, sont également présentes dans ces graphiques. Les produits commerciaux sont caractérisés par des brins de dimensions fixes et une teneur en fibre constante, ce qui n'est pas le cas des flocons de TET. Les valeurs issues des articles (Eguémann et al., 2014 ; Kravchenko et al., 2019) correspondent aux paramètres se rapprochant le plus des conditions de cette étude en termes de dimensions des flocons et d'épaisseur des panneaux. Les panneaux Sorted 14 mm - 1 et 2 et Sorted 5 mm - 1 se distinguent par des valeurs supérieures à celles des produits vierges à la fois pour la résistance et le module. En moyenne, les résultats pour les produits commerciaux se trouvent à proximité des lignes de régression, autrement dit, les performances en traction des produits commerciaux et recyclés sont du même ordre de grandeur.

#### **4.5.3 Variabilité des résultats**

Qu'il s'agisse de panneaux faits à base de TET triés, de TET non triés, ou de flocons vierges, une variation des résultats est observée pour les résistances et les modules. Malgré le processus

de tamisage, qui a permis de rassembler les TET en lots plus homogènes, la géométrie des flocons demeure variable à l'intérieur d'un même tamis. D'où les barres d'erreurs horizontales représentant les écarts-types observés pour les longueurs des fibres par tamis. Ces écarts-types étant calculés par tamis et non par panneau, les différences de résultats entre les panneaux d'un même tamis pourraient s'expliquer par la présence de brins plus longs et plus larges dans l'un d'entre eux. Dans cette optique, deux graphiques ont été tracés pour comparer les coefficients de variation des longueurs de fibres avec ceux des résistances à la Figure 4.10 (a) et avec ceux des modules Figure 4.10 (b). Les régressions linéaires réalisées ne permettent pas de d'établir une relation/un modèle entre variabilité des résultats et variabilité des longueurs de fibre. Par conséquent, il est possible que l'orientation des flocons ait un rôle plus influent que la diversité des tailles des flocons sur la variabilité des résultats. Ceci permettrait également d'expliquer les écarts-types obtenus pour le panneau Virgin qui est fait à base de flocons rectangulaires identique. Les flocons sont positionnés de manière aléatoire dans le moule. Si une région présente une concentration de flocons dont les fibres sont orientées dans le sens de l'essai de traction, on obtiendra de meilleurs résultats. Inversement, un nombre important de flocons orientés perpendiculairement à la direction de l'essai donnera des résultats plus faibles.

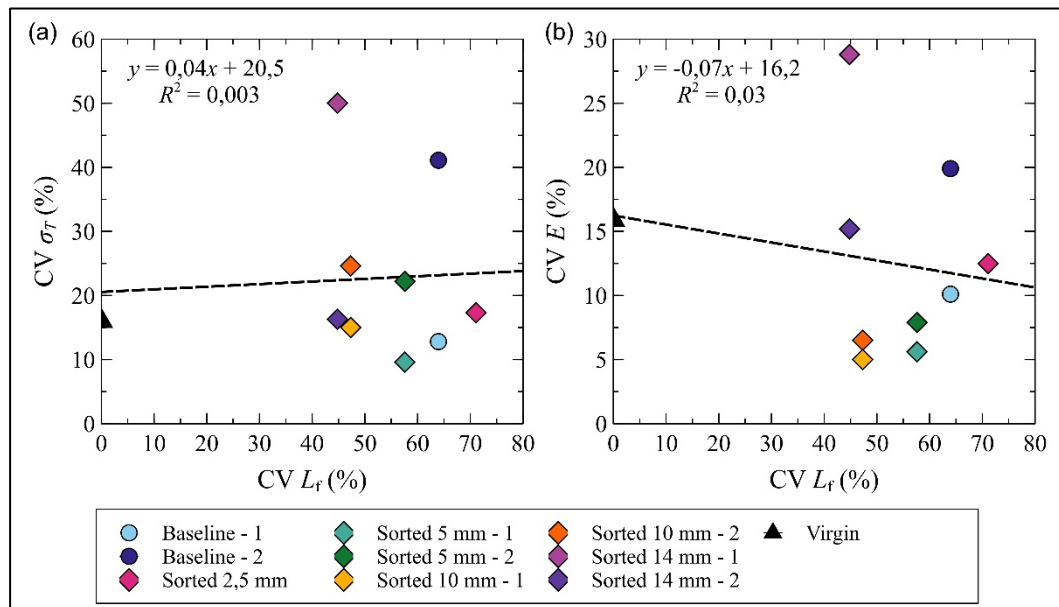


Figure 4.10 Coefficient de variation de (a) la résistance en traction  
(b) et du module en fonction du coefficient de variation de la longueur de fibre

#### 4.5.4 Analyse de la rupture

L'analyse des phénotypes de rupture révèle une rupture dominée par la matrice en accord avec les conclusions trouvés dans la littérature pour les flocons commerciaux (Feraboli et al., 2009 ; Selezneva & Lessard, 2016 ; Yamashita et al., 2016). Plus de trois quarts des échantillons se cassent en deux. Le mode de rupture majoritairement observé est l'arrachement des flocons « *pulling out of strands* » avec peu de rupture de fibre, la Figure 4.11 en est un bon exemple. Les flèches rouges sur l'image indiquent le flocon supérieur qui s'est détaché de part et d'autre de la rupture.

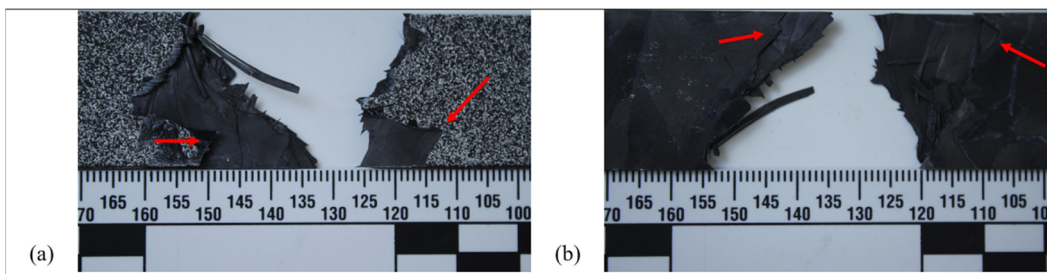


Figure 4.11 Strand pulling out during the failure (a) front view (b) back view

L'étude du déplacement via DIC permet de comparer l'évolution des zones de concentration de déformation avec les régions de hotspots des c-scans. La Figure 4.12 met en évidence la rupture à proximité d'un hotspot dans le cas (a) et éloigné pour le (b). La première ligne de l'image correspond aux c-scans de jauge des éprouvettes de traction. Pour rappel, les hotspots sont associées aux régions avec des pixels bleus et les deux échantillons en présentent un. La deuxième ligne montre le champ de déformation une seconde avant la rupture obtenu grâce à la DIC. Dans le premier cas, la zone de concentration de la déformation se trouve dans la même région que le hotspot, alors qu'elles sont plutôt opposées dans le second. Enfin, la dernière

ligne montre les éprouvettes cassées, confirmant les interprétations des deux premières lignes. Bien que les zones de déformation maximale soient parfois associées à une région de hotspot, seuls 26 % des échantillons se cassent à proximité de ces zones. Il n'est donc pas possible de conclure que la rupture est principalement influencée par les hotspots.

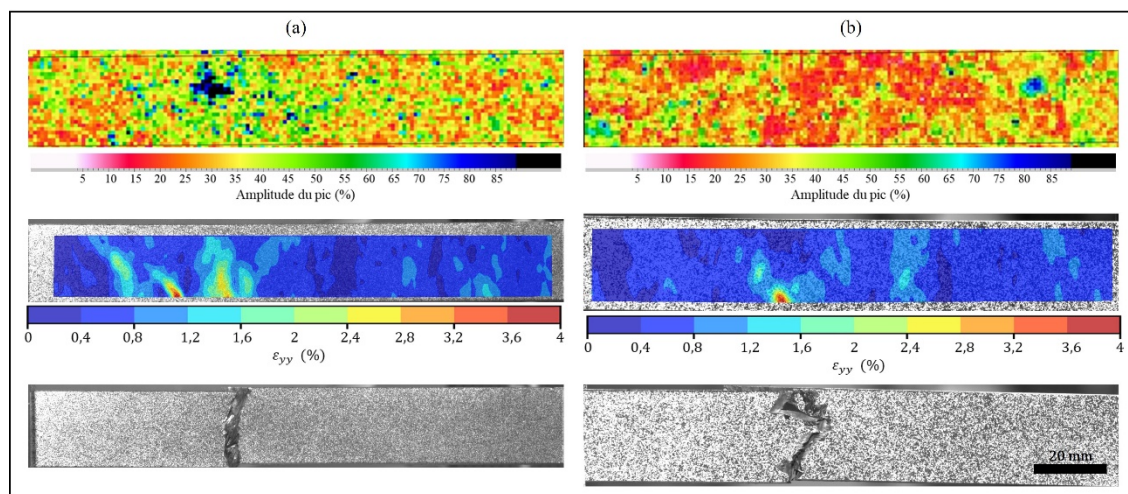


Figure 4.12 C-scan, champ de déformation avant rupture et photo d'un spécimen cassé (a) à proximité d'un hotspot et (b) éloigné d'un hotspot

## 4.6 Essais de flexion

Dans le même esprit que les essais de traction, les Figure 4.13Figure 4.14 présentent respectivement les résultats des résistances et modules en flexion. Il s'agit des valeurs moyennes accompagnées de leurs barres d'erreurs, déterminées à l'aide des écarts-types. Le Tableau-A II-2 disponible à l'annexe II récapitule l'ensemble des données des essais de flexion avec  $\mu$  la moyenne,  $\sigma$  l'écart-type et CV le coefficient de variation exprimé en pourcentage et calculé comme le rapport de l'écart-type sur la moyenne.

### 4.6.1 Résistances et modules

La Figure 4.13 met en évidence une amélioration de la résistance moyenne en flexion en fonction de la longueur de fibres pour les panneaux fabriqués avec des flocons TET triés. Pour

autant, le panneau Sorted 2,5 mm qui est supposé être composé des flocons de plus petites tailles obtient la deuxième meilleure résistance moyenne concernant les TET triés. Tout comme pour la traction, les panneaux issus des tamis de 5 mm et de 10 mm ont des résistances très similaires. Contenu de ces résultats, et des dimensions proches de leurs flocons il pourrait être pertinent de ne garder que l'un de ces deux tamis. Les panneaux fait des flocons non triés, présentent de meilleures propriétés moyennes que les autres panneaux triés, à l'exception du panneau Sorted 14 mm - 2, qui se différencie à nouveau par les performances les plus élevées.

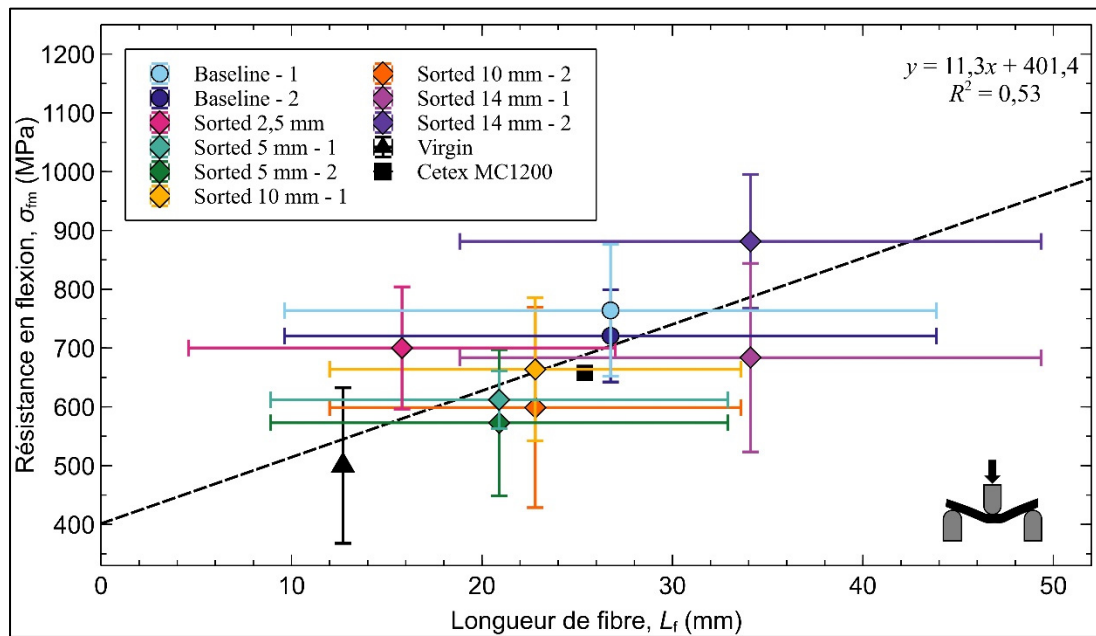


Figure 4.13 Évolution de la résistance en flexion en fonction de la longueur de fibre

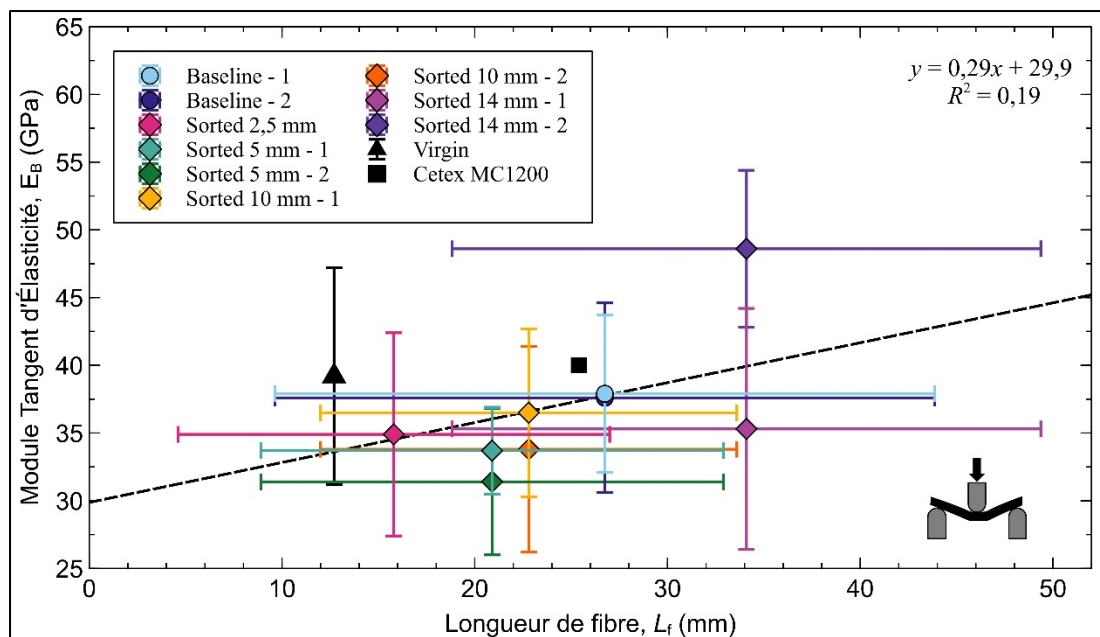


Figure 4.14 Évolution du module en flexion en fonction de la longueur de fibre

Les valeurs de modules qu'il s'agisse de flocons TET triés ou non sont relativement toutes proches (Figure 4.14). Il n'est pas possible de distinguer une influence du tamisage sur les rigidités en flexion pour ce matériau. À l'inverse de la traction, les Baseline sont caractérisés par des valeurs moyennes supérieures à celles des autres panneaux. De plus, leurs barres d'erreurs englobent la quasi-totalité des résultats obtenus.

Les résistances à la flexion sont en moyenne plus élevées que les résistances à la traction. Ce fait a également été observé pour des flocons en fibres de verre/époxy (Feraboli et al., 2009). Par ailleurs, les modules sont du même ordre de grandeur que pour les essais de traction et 78 % des échantillons se rompent en traction.

#### 4.6.2 Flocons recyclés vs commerciaux

Il n'existe pas autant de données disponibles dans la littérature pour les essais de flexion comparativement à ceux de traction. Deux sources de données sont donc utilisées, les résultats obtenus pour le panneau Virgin testé dans les mêmes conditions que les autres panneaux fait

de TET et la fiche technique du produit Cetex MC1200 (« Toray Cetex® MC1200 - Toray Advanced Composites », s.d.). Les résultats des produits commerciaux se situent dans la fourchette de valeurs des produits recyclés. Les panneaux Virgin et du Cetex MC1200 présentent des modules dont les valeurs moyennes sont supérieures à celles de l'ensemble des modules moyens obtenues pour les flocons TET, excepté le Sorted 14 mm - 2. Comme pour les essais de traction, l'utilisation de flocons recyclés (triés ou non) permet d'obtenir une résistance à la flexion supérieure à celle des produits commerciaux.

#### **4.6.3 Variabilité des résultats**

Les longueurs de fibres des TET dans les panneaux présentent une hétérogénéité notable, qui pourrait être à l'origine des résultats dispersés. La variabilité des résultats qui a été observée dans le cas de la traction, persiste également pour la flexion. Une étude similaire à celle de la section 4.5.3 évaluant le lien entre variation des résultats et diversité des longueurs de fibres est réalisée. En comparant les coefficients de variation des résistances et des modules avec ceux des longueurs de fibres (Figure 4.15), il apparaît qu'aucune tendance particulière ne se dégage. Ainsi, tout comme pour les essais de traction, la variabilité des résultats ne peut être attribuée uniquement à la géométrie des flocons, renforçant ainsi l'hypothèse du rôle de l'orientation des flocons dans les échantillons.



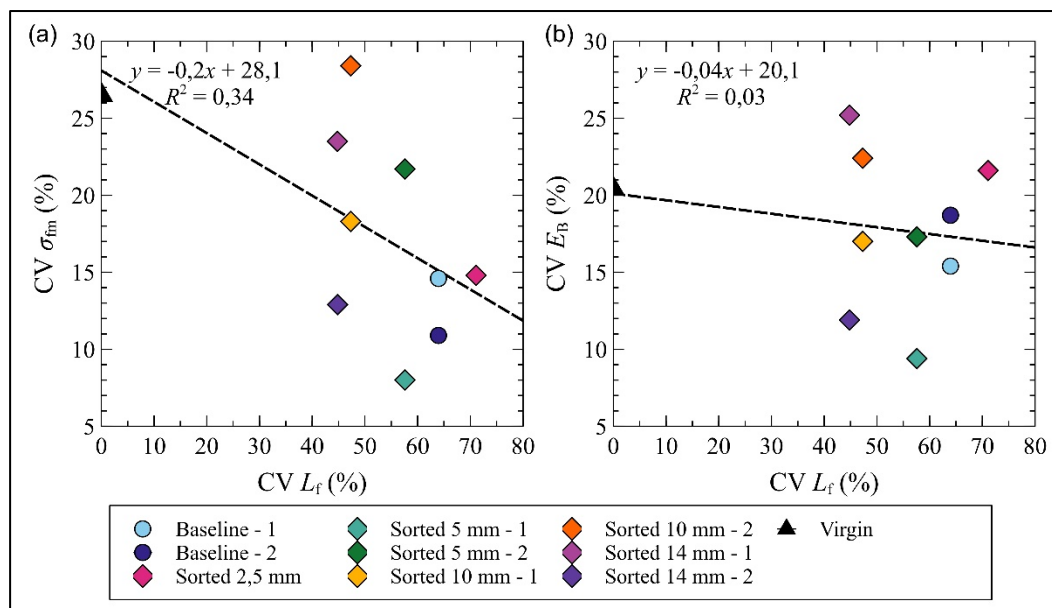


Figure 4.15 Coefficient de variation de (a) la résistance en flexion (b) et du module en fonction du coefficient de variation de la longueur de fibre

#### 4.7 Discussion sur le second objectif

D'après les résultats en traction et en flexion, le tamisage ne semble pas nécessaire pour garantir une grande amélioration des propriétés mécaniques. En effet, la réutilisation directe des flocons TET donne des performances satisfaisantes en comparaison avec les matériaux commerciaux. Cependant, le tamisage permet de séparer les TET selon leur longueur de fibre, et des résistances moyennes en traction et en flexion plus élevées sont obtenues pour les flocons issus du plus grand tamis (14 mm). La décision de procéder au tamisage avant utilisation dépendra donc des propriétés mécaniques recherchées, mais surtout des caractéristiques géométriques des pièces. Le tri permet de jouer sur les dimensions des TET. Des flocons provenant des plus petits tamis s'adapteront mieux aux formes géométriques complexes que ceux issus des grands tamis. Dans tous les cas, la variabilité des performances semble être inhérente aux composites à base de flocons.

#### 4.8 Estimation de la production de déchets

La section précédente a montré qu'en dépit d'être des déchets de production, les performances mécaniques obtenues par les flocons de TET sont du même ordre de grandeur que celles des produits commerciaux. Quel serait donc l'impact écologique lié à l'utilisation de ces flocons recyclés à la place de flocons commerciaux ? Les quantités exactes de déchets produites ne pouvant pas être communiquées, une estimation de la production annuelle de déchets TET est réalisée et détaillée ci-après. Ces données sont ensuite utilisées pour déterminer approximativement quelle quantité de gaz à effets de serre (GES) pourrait être évitée annuellement.

Les lignes de pré imprégnation sont capables de produire des rouleaux d'une largeur de 304,8 mm ou de 609,6 mm. L'analyse des flocons TET à l'aide du code python mentionné à la section 2.1.2, a permis de déterminer une largeur moyenne de 16,5 mm avec un intervalle interquartile de 8 à 23,4 mm. Le taux de rebut peut donc être estimé à l'aide de l'équation (4.1), où  $w_s$  correspond à la largeur moyenne des flocons TET et  $w_r$  la largeur du rouleau. Le Tableau 4.1 présente les résultats calculés pour les deux largeurs de rouleaux. Pour obtenir une estimation représentative du taux de rebut réel, trois taux de rebut sont calculés en utilisant les limites de l'EI et la largeur moyenne des flocons TET.

$$Taux\ de\ rebut = \frac{2 * w_s * 100}{w_r} \quad (4.1)$$

Tableau 4.1 Estimation du taux de rebut pour deux largeurs de rouleaux

	Taux de rebut		
Largeur rouleau	Faible	Moyen	Élevé
( $w_r$ )	( $w_s = 8$ mm)	( $w_s = 16,5$ mm)	( $w_s = 23,4$ mm)
304,8 mm (12 in)	5,2 %	10,8 %	15,4 %
609,6 mm (24 in)	2,6 %	5,4 %	7,7 %

Dans un article édité par CompositeWorld (« Inside Teijin's thermoplastic tape expansion », 2024), il est indiqué que la ligne de pré imprégnation de Heinsberg a une capacité de production maximale de 320 000 kg par an, qu'importe la largeur des rouleaux. Les taux de rebut ayant été déterminés pour ces deux largeurs, il est possible de calculer la production annuelle de déchets TET. En utilisant une approche similaire au calcul précédent et en supposant un taux d'utilisation de la ligne inconnu, la masse de déchets est calculée pour 20 %, 40 %, 60 % et 80 % de l'utilisation de la ligne. Ces données sont résumées dans le Tableau 4.2, pour chaque taux d'utilisation, deux masses sont calculées, une par ligne (304,8 mm ou 609,6 mm) en utilisant le taux de rebut moyen du Tableau 4.1.

Tableau 4.2 Estimation de la production annuelle de déchets TET

Taux d'utilisation de la ligne	Capacité de production	Production déchets TET : rouleau de 304,8 mm	Production déchets TET : rouleau de 609,6 mm
	(tonnes/an)	(tonnes/an)	(tonnes/an)
20 %	64	6,9	3,5
40%	128	13,9	6,9
60 %	192	20,8	10,4
80 %	256	27,7	13,9

La production annuelle de déchets TET est estimé entre 3,5 et 7,7 tonnes pour une ligne de pré imprégnation. Pour rappel, le processus de tri des flocons est réalisé par une tamiseuse Gilson TS-1. Sachant qu'il faut 10 min pour trier 1 kg de flocons, un tel système serait capable de

traiter près de 10 920 kg en une année, en supposant qu'il fonctionne 35 heures par semaine et 52 semaines par an. Dans ces conditions, trois appareils au maximum seraient nécessaires pour s'occuper de la production maximale de déchets à 80 % de l'utilisation de la ligne.

#### **4.9 Réduction des gaz à effet de serre - Impact sur l'environnement**

L'analyse menée ci-après vise à estimer les émissions de GES qui pourraient être évitées en fabriquant des pièces avec des TET à la place de flocons vierges. Il ne s'agit en aucun cas d'une analyse de cycle de vie. L'étude se base sur la production annuelle maximale de déchets TET, soit 27,7 tonnes. Deux scénarios sont envisagés :

- Scénario 1 : 50 % de flocons vierges et 50 % de flocons TET triés,
- Scénario 2 : 100 % de flocons vierges.

Le potentiel de réchauffement global traduit par global warming potential (GWP) en anglais, est une mesure exprimée en kg CO<sub>2</sub> eq. Les calculs se concentrent sur la première partie d'une évaluation « du berceau à la porte », c'est-à-dire les matières premières, la deuxième partie (fabrication) étant considérée comme identique pour les deux scénarios. La principale source d'émission de GES est liée à la production des matériaux et, plus particulièrement, des fibres de carbone vierges (vCF), qui représentent entre 69 % et 87 % des émissions totales liées à la fabrication des panneaux. (Witik et al., 2012). Aucune donnée n'ayant été trouvée pour un prepreg CF/PEEK, les émissions utilisées proviennent de l'article de Witik (Witik et al., 2012) et concernent un prepreg en CF/époxy. Ainsi, pour l'ensemble du procédé de pré-imprégnation les émissions associées sont de 53,6 kg CO<sub>2</sub> eq pour 1 kg de préimprégné. Cette valeur est prise à titre indicatif, cependant, il est important de préciser qu'elle pourrait être plus élevée dépendamment du type de matrice thermoplastique et de fibre (haut module ou module standard). Contenu de leur faible impact dans d'autres études (Bianchi et al., 2021 ; Witik et al., 2012) et ne disposant pas de l'ensemble des données pour faire les calculs, les émissions associées aux opérations de découpage des prepregs vierges sont négligées. Les pertes liées aux opérations de fabrication des préimprégnés sont estimées avec le taux de rebut de la section

précédente (10,8 % pour la largeur de 304,8 mm et 5,4 % pour celle de 609,6 mm) et sont incluses dans les calculs.

Les spécifications de machine de tamisage Gilson TS-1 sont de 115 V et 15 A. Une consommation électrique de 0,2875 kWh est obtenue pour le tamisage d'un kilogramme de flocons recyclés. Le taux d'émission pour l'électricité produit au Québec de 0,62 kg CO<sub>2</sub>eq/MWh est fourni par Hydro-Québec (« Taux d'émission de GES associés à l'électricité | Hydro-Québec », s.d.).

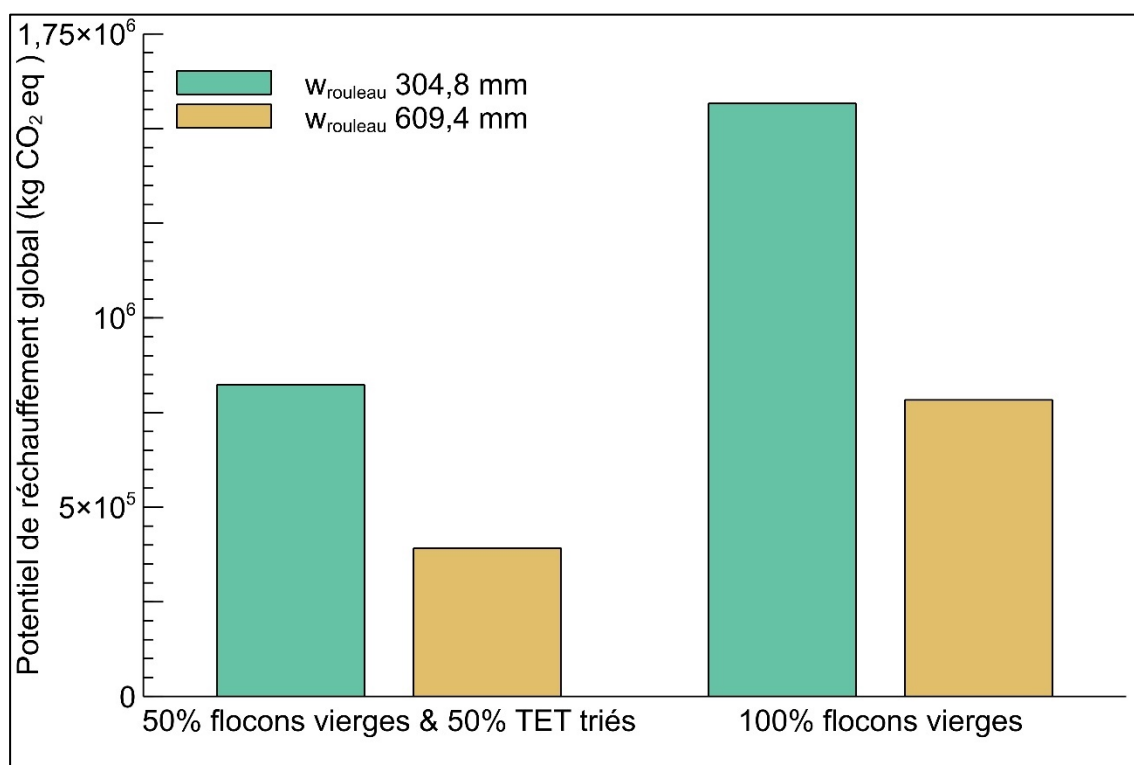


Figure 4.16 Estimation des émissions de GES pour une année de production de déchets

La ligne de 304,8 mm a une empreinte carbone plus élevée, dû au taux de déchets également plus élevée 27,7 tonnes contre 13,9 tonnes (cf Tableau 4.2). Comme attendu, la principale cause de GWP correspond à la production des préimprégnés. Peu importe la ligne, le procédé de tri n'égale que 0,0003% des émissions produites avec des valeurs respectives de 2,5 et 1,2 kg CO<sub>2</sub> eq pour les lignes 304,8 mm et 609,4 mm. Deux conséquences découlent de ces

valeurs : l'impact du tri peut être négligé lors du choix entre flocons triés et non triés. Deuxièmement, les émissions provenant du mélange de flocons vierges et de brins TET présentent une réduction de près de 50 % des émissions de GES par rapport au scénario 100 % vierge (Figure 4.16). Le dernier scénario est sans surprise le plus polluant puisqu'il implique tout un lot de nouveaux matériaux. En choisissant d'utiliser des flocons TET à la place de produits commerciaux, environ 1,65e6 kg CO<sub>2</sub> eq seraient évités chaque année, pour une ligne de pré imprégnation.

## CONCLUSION

Chaque année, de grandes quantités de déchets en composite sont produites et non recyclées, telles que les chutes de production engendrées lors du cycle de fabrication des préimprégnés. Malgré le fait qu'il s'agisse de rebuts, ces flocons TET ici en fibre de carbone/PEEK possèdent un haut potentiel de valorisation puisqu'ils ne sont pas contaminés par d'autres éléments et qu'ils se composent de matériaux à forte valeur ajoutée.

L'objectif global du projet est d'évaluer la faisabilité du recyclage des déchets de TET par le moulage par compression, en tenant compte des performances mécaniques, de la facilité de traitement et des facteurs coût-volume. Ce mémoire s'est focalisé sur deux aspects, dans un premier temps une caractérisation de la qualité des plaques à l'aide de l'inspection ultrasonique et de la microscopie. La seconde partie étant consacrée à une étude des performances mécaniques des flocons TET à travers des essais de traction et de flexion.

L'inspection ultrasonique est une technique mature et couramment utilisée dans l'analyse de pièces en composite. Le moindre changement dans la structure de la pièce pouvant induire une réflexion partielle des ondes, le défi ici résidait dans la capacité à pouvoir distinguer le bruit des vrais défauts contenu de la structure hétérogène des pièces. L'analyse microscopique a permis d'observer des défauts en choisissant d'étudier les régions *d'hotspots* autrement dit les zones présentant des échos de défaut avec une amplitude élevée (supérieure ou égale à 80 %). Première remarque, les défauts observés sont semblables à ceux trouvés lors de l'emploi des flocons commerciaux. Une prépondérance des régions riches en résine et des orientations hors du plan des flocons est constatée lors de l'utilisation de TET de faibles dimensions (issus du tamis de 2,5 mm). Les plaques fabriquées à partir des plus longs (tamis de 14 mm) se caractérisent par des porosités plus nombreuses. Toutefois, à l'exception des zones de « *hotspots* », le taux de vide local n'excède pas les 0,2 % et ce pour l'ensemble des panneaux étudiés.

Le second objectif repose sur l'étude des propriétés en traction et en flexion du matériau. L'hypothèse est qu'une amélioration de l'uniformité géométrique des flocons avec le tamisage permettrait de meilleures propriétés mécaniques. Les essais ont été menés pour l'ensemble des lots de flocons TET triés, non triés et pour des flocons vierges coupés depuis un rouleau de préimprégné. Globalement, le tamisage conduit à une amélioration des résistances pour les deux tests mais n'a que peu d'effets sur les modules. Ceux-ci ont d'ailleurs le même ordre de grandeur, alors que les résistances sont plus élevées en flexion qu'en traction. Une importante variation des résultats est constatée à la fois en flexion et en traction. Si à première vue, l'hétérogénéité des flocons semblait être l'unique cause, l'étude des coefficients de variation a prouvé le contraire. Aucune relation n'a pas pu être établie entre les deux et de ce fait, l'orientation des flocons dans les pièces est une piste qu'il faudrait explorer. Comparativement aux matériaux vierges, des performances relativement similaires sont constatées avec l'utilisation des flocons recyclés (TET). Concernant l'impact des « *hotspots* » sur les performances mécaniques, aucun lien n'a pu être établi entre la rupture en traction et la présence de ces zones. Par ailleurs, il a été constaté que la longueur de fibres des flocons a une influence plus importante sur les propriétés en traction et en flexion par rapport aux hotspots.

Pour conclure, l'application d'un procédé de tamisage découle de contraintes mécaniques et manufacturières. Si de meilleures performances sont obtenues lors de l'emploi des flocons résultant du plus grand tamis (14 mm), ce ne sont pas toutes les applications qui peuvent se permettre l'emploi de flocons aussi longs ( $L_f = 34,1 \pm 15,3$  mm). D'autre part, sachant que les flocons recyclés non triés donnent des résultats similaires à ceux des produits commerciaux, il pourrait s'agir d'un matériau à considérer à l'avenir pour des applications non critiques à la place de l'enfouissement. Une analyse sommaire de la production des GES a montré qu'environ 1,65e6 kg CO<sub>2</sub> eq pourrait être évité en choisissant d'utiliser des flocons recyclés au lieu d'usiner de nouveaux produits. Enfin, le choix d'appliquer une opération de tamisage ou non dépend plutôt du type d'utilisation des TET.



Des propositions d'axes de recherches à mener sur le sujet sont adressées ci-après, celles-ci pouvant influencer le maintien du procédé tamisage et les performances mécaniques :

1. Etude de l'impact de la modification des paramètres de moulage par compression ;
2. Recherche sur l'effet de l'hybridation des TET avec d'autres composites vierges tels que des plis de tissés ou d'unidirectionnels ;
3. Analyse du cycle de vie complet de cette solution pour la comparer avec les autres solutions de recyclage.

## **ANNEXE I**

### **C-scan des plaques**

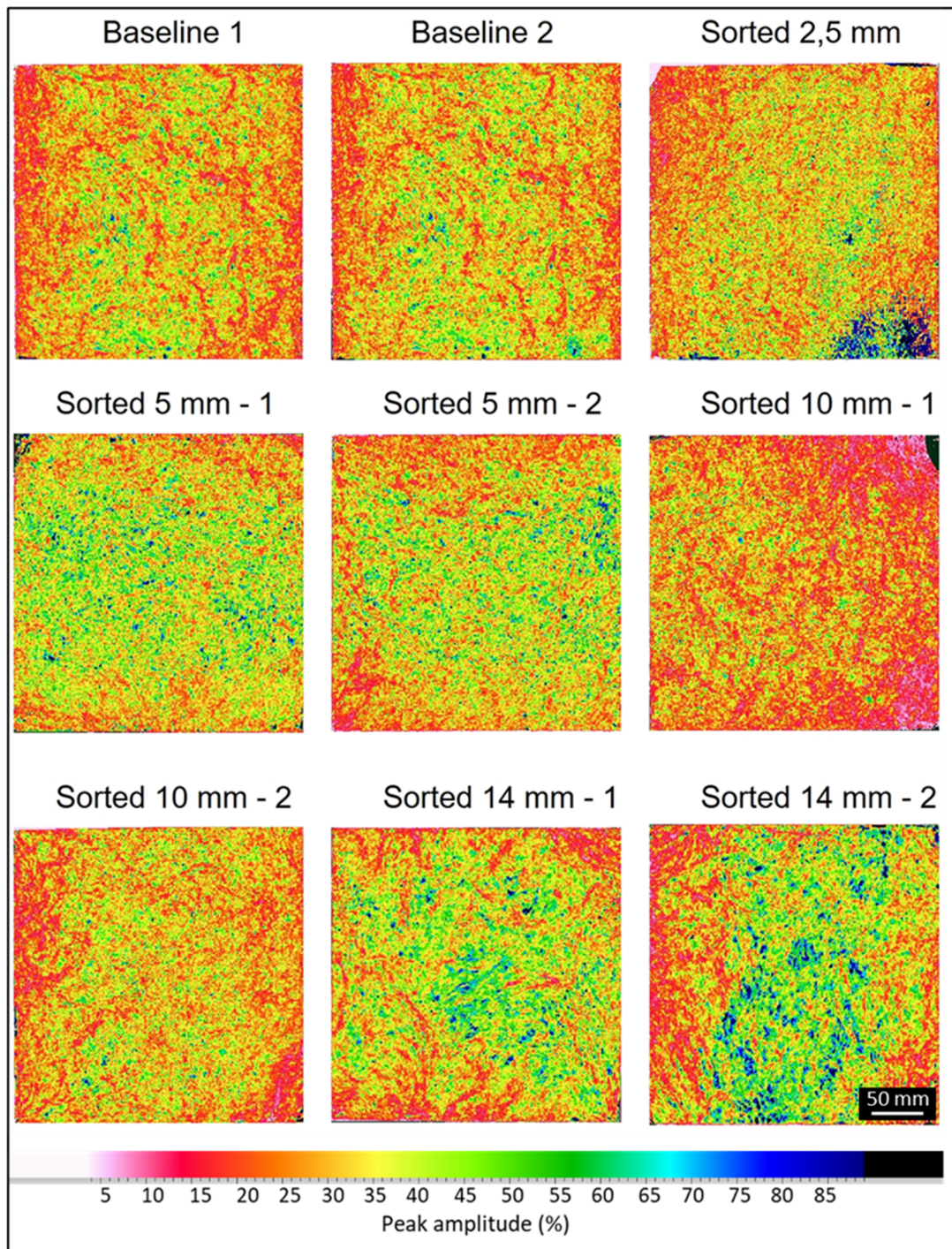


Figure-A I-1 C-scan des différentes plaques



## ANNEXE II

### Résultats des essais mécaniques

Tableau-A II-1 Récapitulatif des tests de traction

Panneaux	Longueur de fibre moyenne (mm)			Résistance ultime à la traction (MPa)			Module d'Young (GPa)		
	$\mu$	$\sigma$	CV (%)	$\mu$	$\sigma$	CV (%)	$\mu$	$\sigma$	CV (%)
Baseline - 1	26,7	17,1	64	267,9	34,3	12,8	31	3,1	10,1
Baseline - 2				248	101,8	41,1	36,2	7,2	19,9
Sorted 2,5 mm	15,8	11,2	71,1	238,2	41,3	17,3	40	5	12,5
Sorted 5 mm - 1	20,9	12	57,6	357,3	34,3	9,6	44,7	2,5	5,6
Sorted 5 mm - 2				291	64,6	22,2	37,6	3	7,9
Sorted 10 mm - 1	22,8	10,8	47,3	292,5	44	15	40,1	2	5
Sorted 10 mm - 2				225,7	55,4	24,6	38,4	2,5	6,5
Sorted 14 mm - 1	34,1	15,3	44,8	348,2	174,3	50	45,2	13	28,8
Sorted 14 mm - 2				49,2	68,2	16,3	49	7,4	15,2
Virgin	12,7	0	0	172,5	2,6	15,9	36,5	5,8	15,9

Tableau-A II-2 Récapitulatif des tests de flexion

Panneaux	Longueur de fibre moyenne (mm)			Résistance ultime en flexion (MPa)			Module en flexion (GPa)		
	$\mu$	$\sigma$	CV (%)	$\mu$	$\sigma$	CV (%)	$\mu$	$\sigma$	CV (%)
Baseline - 1	26,7	17,1	64	764,6	112	14,6	37,9	5,8	15,4
Baseline - 2				720,8	78,5	10,9	37,6	7	18,7
Sorted 2,5 mm	15,8	11,2	71,1	700,2	103,9	14,8	34,9	7,5	21,6
Sorted 5 mm - 1	20,9	12	57,6	612	49	8,0	33,7	3,2	9,4
Sorted 5 mm - 2				572,8	124,5	21,7	31,4	5,4	17,3
Sorted 10 mm - 1	22,8	10,8	47,3	663,6	121,7	18,3	36,5	6,2	17
Sorted 10 mm - 2				598,8	170,2	28,4	33,8	7,6	22,4
Sorted 14 mm - 1	34,1	15,3	44,8	683,8	160,4	23,5	35,3	8,9	25,2
Sorted 14 mm - 2				881,5	114,1	12,9	48,6	5,8	11,9
Virgin	12,7	0	0	500	132,3	26,5	39,2	8	20,4



## LISTE DE RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- Arussi, E., Reiland, J., Ierides, M., & Borghero, L. (s.d.). *Composite Materials: A Hidden Opportunity for the Circular Economy*. CSR Europe. Repéré à <https://www.csreurope.org/download-blueprint-composite-materials>
- Baek, Y.-M., Shin, P.-S., Kim, J.-H., Park, H.-S., Kwon, D.-J., DeVries, K. L., & Park, J.-M. (2018). Investigation of Interfacial and Mechanical Properties of Various Thermally-Recycled Carbon Fibers/Recycled PET Composites. *Fibers and Polymers*, 19(8), 1767-1775. <https://doi.org/10.1007/s12221-018-8305-x>
- Bernatas, R., Dagreou, S., Despax-Ferreres, A., & Barasinski, A. (2021). Recycling of fiber reinforced composites with a focus on thermoplastic composites. *Cleaner Engineering and Technology*, 5, 100272. <https://doi.org/10.1016/j.clet.2021.100272>
- Bianchi, I., Forcellese, A., Marconi, M., Simoncini, M., Vita, A., & Castorani, V. (2021). Environmental impact assessment of zero waste approach for carbon fiber prepreg scraps. *Sustainable Materials and Technologies*, 29, e00308. <https://doi.org/10.1016/j.susmat.2021.e00308>
- Bledzki, A. K., Seidlitz, H., Goracy, K., Urbaniak, M., & Rösch, J. J. (2021). Recycling of Carbon Fiber Reinforced Composite Polymers—Review—Part 1: Volume of Production, Recycling Technologies, Legislative Aspects. *Polymers*, 13(2), 300. <https://doi.org/10.3390/polym13020300>
- Boursier, B., & Lopez, A. (2010). FAILURE INITIATION AND EFFECT OF DEFECTS IN STRUCTURAL DISCONTINUOUS FIBER COMPOSITES.
- Chang, I. Y., & Pratte, J. F. (1991). LDF<sup>TM</sup> Thermoplastic Composites Technology. *Journal of Thermoplastic Composite Materials*, 4(3), 227-252. <https://doi.org/10.1177/089270579100400302>
- Collins, C., Batista, N. L., & Hubert, P. (2021). Warpage investigation of carbon/PEEK discontinuous long fibre thin panels. *Journal of Composite Materials*, 55(24), 3529-3537. <https://doi.org/10.1177/00219983211002247>
- Cunliffe, A. M., & Williams, P. T. (2003). Characterisation of products from the recycling of glass fibre reinforced polyester waste by pyrolysis☆. *Fuel*, 82(18), 2223-2230. [https://doi.org/10.1016/S0016-2361\(03\)00129-7](https://doi.org/10.1016/S0016-2361(03)00129-7)

Dandy, L. O., Oliveux, G., Wood, J., Jenkins, M. J., & Leeke, G. A. (2015). Accelerated degradation of Polyetheretherketone (PEEK) composite materials for recycling applications. *Polymer Degradation and Stability*, 112, 52-62. <https://doi.org/10.1016/j.polymdegradstab.2014.12.012>

Daniel, I. M., Wooh, S. C., & Komsky, I. (1992). Quantitative porosity characterization of composite materials by means of ultrasonic attenuation measurements. *Journal of Nondestructive Evaluation*, 11(1), 1-8. <https://doi.org/10.1007/BF00566012>

De Fazio, D., Boccarusso, L., Formisano, A., Viscusi, A., & Durante, M. (2023). A Review on the Recycling Technologies of Fibre-Reinforced Plastic (FRP) Materials Used in Industrial Fields. *Journal of Marine Science and Engineering*, 11(4), 851. <https://doi.org/10.3390/jmse11040851>

de Souza, C. S. R., Opelt, C. V., Cândido, G. M., de Souza, S. D. B., Botelho, E. C., Fernandes Marlet, J. M., & Rezende, M. C. (2019). Reuse of Uncured Carbon Fiber/Epoxy Resin Prepreg Scraps: Mechanical Behavior and Environmental Response. *ACS Sustainable Chemistry & Engineering*, 7(2), 2200-2206. <https://doi.org/10.1021/acssuschemeng.8b04852>

Eguémann, N., Giger, L., Masania, K., Dransfeld, C., Thiebaud, F., & Perreux, D. (2014). *Processing and Characterisation of Carbon Fibre Reinforced PEEK with Discontinuous Architecture. 16th European Conference on Composite Materials, ECCM 2014*. (S.l.) : (s.n.). (journalAbbreviation: 16th European Conference on Composite Materials, ECCM 2014).

End-of-Life Vehicles - European Commission. (2023, 13 juillet). Repéré à [https://environment.ec.europa.eu/topics/waste-and-recycling/end-life-vehicles\\_en](https://environment.ec.europa.eu/topics/waste-and-recycling/end-life-vehicles_en)

Feraboli, P., Cleveland, T., Ciccu, M., Stickler, P., & DeOto, L. (2010). Defect and damage analysis of advanced discontinuous carbon/epoxy composite materials. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 41(7), 888-901. <https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2010.03.002>

Feraboli, P., Peitso, E., Deleo, F., Cleveland, T., & Stickler, P. B. (2009). Characterization of Prepreg-Based Discontinuous Carbon Fiber/Epoxy Systems. *Journal of Reinforced Plastics and Composites*, 28(10), 1191-1214. <https://doi.org/10.1177/0731684408088883>

Fromme, P., Endrizzi, M., & Olivo, A. (2018). Defect imaging in composite structures (p. 130004). Communication présentée au 44TH ANNUAL REVIEW OF PROGRESS IN QUANTITATIVE NONDESTRUCTIVE EVALUATION, VOLUME 37, Provo, Utah, USA. <https://doi.org/10.1063/1.5031599>

Gharde, S., & Kandasubramanian, B. (2019). Mechanochemical and chemical recycling methodologies for the Fibre Reinforced Plastic (FRP). *Environmental Technology & Innovation*, 14, 100311. <https://doi.org/10.1016/j.eti.2019.01.005>



Goodship, V. (2010). *Management, recycling and reuse of waste composites*. Oxford, Boca Raton : Woodhead Pub.; Published in North America by CRC. Repéré à <http://site.ebrary.com/id/10833078>

Hao, S., Kuah, A. T. H., Rudd, C. D., Wong, K. H., Lai, N. Y. G., Mao, J., & Liu, X. (2020). A circular economy approach to green energy: Wind turbine, waste, and material recovery. *Science of The Total Environment*, 702, 135054. <https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2019.135054>

Inside Teijin's thermoplastic tape expansion. (2024, 26 juillet). Repéré à <https://www.compositesworld.com/articles/inside-teijins-thermoplastic-tape-expansion>

Jiang, G., Pickering, S. J., Lester, E. H., Turner, T. A., Wong, K. H., & Warrior, N. A. (2009). Characterisation of carbon fibres recycled from carbon fibre/epoxy resin composites using supercritical *n*-propanol. *Composites Science and Technology*, 69(2), 192-198. <https://doi.org/10.1016/j.compscitech.2008.10.007>

Jin, B. C., Li, X., Jain, A., González, C., LLorca, J., & Nutt, S. (2017). Optimization of microstructures and mechanical properties of composite oriented strand board from reused prepreg. *Composite Structures*, 174, 389-398. <https://doi.org/10.1016/j.compstruct.2017.05.002>

Job, S., Mativenga, P., Shuaib, N. A., Oliveux, G., Leeke, G., & Pickering, S. (2016). *Composites Recycling - Where are we now?* (S.l.) : (s.n.).

Kenny, J. M., & Torre, L. (1995). Degradation Kinetics of High-Performance Polymers and Their Composites. Dans *High-Temperature Properties and Applications of Polymeric Materials* (Vol. 603, pp. 140-154). (S.l.) : American Chemical Society. <https://doi.org/10.1021/bk-1995-0603.ch009>

Kersemans, M., Verboven, E., Segers, J., Hedayatrasa, S., & Paepegem, W. V. (2018). Non-Destructive Testing of Composites by Ultrasound, Local Defect Resonance and Thermography. *Proceedings*, 2(8), 554. <https://doi.org/10.3390/ICEM18-05464>

Krauklis, A. E., Karl, C. W., Gagani, A. I., & Jørgensen, J. K. (2021). Composite Material Recycling Technology—State-of-the-Art and Sustainable Development for the 2020s. *Journal of Composites Science*, 5(1), 28. <https://doi.org/10.3390/jcs5010028>

Kravchenko, S. G., Sommer, D. E., Denos, B. R., Favaloro, A. J., Tow, C. M., Avery, W. B., & Pipes, R. B. (2019). Tensile properties of a stochastic prepreg platelet molded composite. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 124, 105507. <https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2019.105507>

Krawczak, P. (2011). Recyclage des composites. *Techniques de l'Ingénieur*. <https://doi.org/10.51257/a-v1-am5895>

- Kumar Bandaru, A., Anderson, T., & Weaver, P. M. (2024). Recycling CF/PEEK offcut waste from laser assisted tape placement: Influence of overlaps and gaps. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 180, 108104. <https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2024.108104>
- Landry, B., & Hubert, P. (2015). Experimental study of defect formation during processing of randomly-oriented strand carbon/PEEK composites. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 77, 301-309.
- Les perspectives d'évolution de l'aviation civile à l'horizon 2040 : préserver l'avance de la France et de l'Europe. (2023, 3 avril). *Sénat*. Repéré à <https://www.senat.fr/rap/r12-658/r12-658.html>
- Lester, E., Kingman, S., Wong, K. H., Rudd, C., Pickering, S., & Hilal, N. (2004). Microwave heating as a means for carbon fibre recovery from polymer composites: a technical feasibility study. *Materials Research Bulletin*, 39(10), 1549-1556. <https://doi.org/10.1016/j.materresbull.2004.04.031>
- Liu, B., Zhu, P., Xu, A., & Bao, L. (2019). Investigation of the recycling of continuous fiber-reinforced thermoplastics. *Journal of Thermoplastic Composite Materials*, 32(3), 342-356. <https://doi.org/10.1177/0892705718759388>
- Luo, M., Tian, H., & Lin, L. (2008). Experimental investigation on porosity of carbon fiber-reinforced composite using ultrasonic attenuation coefficient.
- Meng, F., McKechnie, J., Turner, T. A., & Pickering, S. J. (2017). Energy and environmental assessment and reuse of fluidised bed recycled carbon fibres. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 100, 206-214. <https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2017.05.008>
- Meng, Fanran, Olivetti, E. A., Zhao, Y., Chang, J. C., Pickering, S. J., & McKechnie, J. (2018). Comparing Life Cycle Energy and Global Warming Potential of Carbon Fiber Composite Recycling Technologies and Waste Management Options. *ACS Sustainable Chemistry & Engineering*, 6(8), 9854-9865. <https://doi.org/10.1021/acssuschemeng.8b01026>
- Moothoo, J., Bar, M., & Ouagne, P. (2021). Mechanical Properties of Compression Moulded Aggregate-Reinforced Thermoplastic Composite Scrap. *Journal of Composites Science*, 5(11), 299. <https://doi.org/10.3390/jcs5110299>
- Moothoo, J., Garnier, C., & Ouagne, P. (2020). Recyclage de déchets de production de composites thermoplastiques par moulage en compression, 11.
- Nilakantan, G., & Nutt, S. (2015). Reuse and upcycling of aerospace prepreg scrap and waste. *Reinforced Plastics*, 59(1), 44-51. <https://doi.org/10.1016/j.repl.2014.12.070>

- Nilakantan, G., & Nutt, S. (2018). Reuse and upcycling of thermoset prepreg scrap: Case study with out-of-autoclave carbon fiber/epoxy prepreg. *Journal of Composite Materials*, 52(3), 341-360. <https://doi.org/10.1177/0021998317707253>
- Oliveux, G., Dandy, L. O., & Leeke, G. A. (2015). Current status of recycling of fibre reinforced polymers: Review of technologies, reuse and resulting properties. *Progress in Materials Science*, 72, 61-99. <https://doi.org/10.1016/j.pmatsci.2015.01.004>
- Pannkoek, K., Oethe, M., & Busse, J. (1998). Efficient prepreg recycling at low temperatures. *Cryogenics*, 38(1), 155-159. [https://doi.org/10.1016/S0011-2275\(97\)00127-6](https://doi.org/10.1016/S0011-2275(97)00127-6)
- Pegoretti, A. (2021). Towards sustainable structural composites: A review on the recycling of continuous-fiber-reinforced thermoplastics. *Advanced Industrial and Engineering Polymer Research*, 4(2), 105-115. <https://doi.org/10.1016/j.aiepr.2021.03.001>
- Pickering, S. J. (2006). Recycling technologies for thermoset composite materials—current status. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 37(8), 1206-1215. <https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2005.05.030>
- Production of Tenax® Thermoplastic UniDirectional (TPUD) in Heinsberg.* (2020, 29 octobre). Repéré à <https://www.youtube.com/watch?v=VYtRInRLh1U>
- Qian, C., Harper, L. T., Turner, T. A., & Warrior, N. A. (2011). Notched behaviour of discontinuous carbon fibre composites: Comparison with quasi-isotropic non-crimp fabric. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 42(3), 293-302. <https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2010.12.001>
- Schinner. (1996). Recycling Carbon-Fiber-Reinforced Thermoplastic Composites. *Journal of Thermoplastic Composite Materials*. <https://doi.org/10.1177/089270579600900302>
- Selezneva, M. (2015a). Experimental and theoretical investigations of mechanical properties of randomly-oriented strand (ROS) composites. McGill University. Repéré à <https://escholarship.mcgill.ca/concern/theses/3x816q408>
- Selezneva, M. (2015b). *Experimental and Theoretical Investigations of Mechanical Properties of Randomly-Oriented Strand (ROS) Composites* (Ph.D.). McGill University (Canada), Canada -- Quebec, CA.
- Selezneva, M., & Lessard, L. (2016). Characterization of mechanical properties of randomly oriented strand thermoplastic composites. *Journal of Composite Materials*, 50(20), 2833-2851. <https://doi.org/10.1177/0021998315613129>
- Selezneva, M., Roy, S., Lessard, L., & Yousefpour, A. (2016). Analytical model for prediction of strength and fracture paths characteristic to randomly oriented strand (ROS) composites.

*Composites Part B: Engineering*, 96, 103-111.  
<https://doi.org/10.1016/j.compositesb.2016.04.017>

Shuaib, N. A., Mativenga, P. T., Kazie, J., & Job, S. (2015). Resource Efficiency and Composite Waste in UK Supply Chain. *Procedia CIRP*, 29, 662-667.  
<https://doi.org/10.1016/j.procir.2015.02.042>

Smith, A., Legait, A., Plouzeau, L., Canart, J.-P., Tabiai, I., & Dubé, M. (2022). *Geometric characterization and sieving of unidirectional carbon-fibre/PEEK prepreg trim waste*. (S.l.) : (s.n.).

Smith, A. W. (2021). Development of a recycled compression moulding compound.  
<https://doi.org/10.13140/RG.2.2.31101.44002>

Stieven Montagna, L., Ferreira de Melo Morgado, G., Lemes, A. P., Roberto Passador, F., & Cerqueira Rezende, M. (2023). Recycling of carbon fiber-reinforced thermoplastic and thermoset composites: A review. *Journal of Thermoplastic Composite Materials*, 36(8), 3455-3480. <https://doi.org/10.1177/08927057221108912>

Taux d'émission de GES associés à l'électricité | Hydro-Québec. (s.d.). Repéré à <https://www.hydroquebec.com/developpement-durable/documentation-specialisee/taux-emission-ges.html>

The looming 840,000 ton waste problem that isn't single-use plastics. (2023, 3 juillet). *ScienceDaily*. Repéré à <https://www.sciencedaily.com/releases/2023/07/230703133034.htm>

Tomblin, J. S., Andrulonis, R. M., Lovingfoss, R. S., Saathoff, B. L., Ashforth, C., & Davies, C. (2024). Characterization Approach for Compression Molded Discontinuous Fiber Thermoplastic Composites. *SAMPE Journal*, 60(1). <https://doi.org/10.33599/SJ.v60no1.02>

Toray Cetex® MC1200 - Toray Advanced Composites. (s.d.). *Advanced Composites*. Repéré à <https://www.toraytac.com/product-explorer/products/Inxv/Toray-Cetex-MC1200>

Vincent, G. A. (2019). *Recycling of thermoplastic composite laminates: the role of processing*. Repéré à <https://research.utwente.nl/en/publications/recycling-of-thermoplastic-composite-laminates-the-role-of-proces>

Visweswaraiah, S. B., Selezneva, M., Lessard, L., & Hubert, P. (2018). Mechanical characterisation and modelling of randomly oriented strand architecture and their hybrids—A general review. *Journal of Reinforced Plastics and Composites*, 37(8), 548-580. <https://doi.org/10.1177/0731684418754360>

Witik, R. A., Gaille, F., Teuscher, R., Ringwald, H., Michaud, V., & Manson, J.-A. E. (2012). Economic and environmental assessment of alternative production methods for composite

aircraft components. *Journal of Cleaner Production*, 29-30, 91-102. <https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2012.02.028>

Yamashita, S., Hashimoto, K., Suganuma, H., & Takahashi, J. (2016). Experimental characterization of the tensile failure mode of ultra-thin chopped carbon fiber tape-reinforced thermoplastics. *Journal of Reinforced Plastics and Composites*, 35(18), 1342-1352. <https://doi.org/10.1177/0731684416651134>

Zhang, J., Chevali, V. S., Wang, H., & Wang, C.-H. (2020). Current status of carbon fibre and carbon fibre composites recycling. *Composites Part B: Engineering*, 193, 108053. <https://doi.org/10.1016/j.compositesb.2020.108053>

Zhang, J., Lin, G., Vaidya, U., & Wang, H. (2023). Past, present and future prospective of global carbon fibre composite developments and applications. *Composites Part B: Engineering*, 250, 110463. <https://doi.org/10.1016/j.compositesb.2022.110463>