POLYPUBLIE
Polytechnique Montréal

POLYTECHNIQUE MONTRÉAL
UNIVERSITÉ D'INGÉNIERIE

Titre: Title:	Développement d'un système de pultrusion thermoplastique multi-filière pour production de pièces d'intérieur d'aéronef
Auteur: Author:	Félix Lessard
Date:	2022
Type:	Mémoire ou thèse / Dissertation or Thesis
Référence: Citation:	Lessard, F. (2022). Développement d'un système de pultrusion thermoplastique multi-filière pour production de pièces d'intérieur d'aéronef [Ph.D. thesis, Polytechnique Montréal]. PolyPublie. https://publications.polymtl.ca/10288/

Document en libre accès dans PolyPublie
Open Access document in PolyPublie

URL de PolyPublie: PolyPublie URL:	https://publications.polymtl.ca/10288/
Directeurs de recherche: Advisors:	Louis Laberge Lebel, & Martine Dubé
Programme: Program:	PhD.

Ce fichier a été téléchargé à partir de PolyPublie, le dépôt institutionnel de Polytechnique Montréal
This file has been downloaded from PolyPublie, the institutional repository of Polytechnique Montréal

https://publications.polymtl.ca

POLYTECHNIQUE MONTRÉAL
affiliée à l'Université de Montréal

Développement d'un système de pultrusion thermoplastique multi-filière pour production de pièces d'intérieur d'aéronef

FÉLIX LESSARD
Département de génie mécanique

Thèse présentée en vue de l'obtention du diplôme de *Philosophiæ Doctor*
génie mécanique

Mars 2022

© Félix Lessard, 2022.

POLYTECHNIQUE MONTRÉAL
affiliée à l'Université de Montréal

Cette thèse intitulée :

Développement d'un système de pultrusion thermoplastique multi-filière pour production de pièces d'intérieur d'aéronef

présentée par **Félix LESSARD**
en vue de l'obtention du diplôme de *Philosophiæ Doctor*
a été dûment acceptée par le jury d'examen constitué de :

René MAYER, président
Louis LABERGE LEBEL, membre et directeur de recherche
Martine DUBÉ, membre et codirectrice de recherche
Daniel THERRIAULT, membre
Benoit LANDRY, membre externe

REMERCIEMENTS

J'aimerais tout d'abord remercier mes superviseurs de thèse, Louis Laberge Lebel et Martine Dubé pour m'avoir supporté et guidé durant ces 4 dernières années. Je vous remercie pour votre soutien, votre compréhension et votre disponibilité, et ce peu importe le fuseau horaire. Malgré ces dernières années plus difficiles, en raison de la pandémie, j'ai grandement apprécié mon parcours au doctorat grâce à vous deux.

Merci également aux membres du jury d'avoir accepté cette invitation.

Je remercie aussi mes collègues de Polytechnique et de l'ÉTS pour leur aide, leur support et leur compagnie durant toutes ces années. Mon parcours n'aurait pas été aussi agréable sans vous. Un merci spécial à Maïssaloun, Nawaf et Natalia qui m'ont grandement aidé pour l'opération de ligne de pultrusion. Un merci aussi à mes stagiaires, Jean-Baptiste et Pablo pour leur aide durant leur passage au laboratoire.

J'aimerais aussi remercier le personnel technique de Polytechnique, spécialement Bénédict Besner, Yanik Landry-Ducharme, Guy Gironne, Vincent Mayer, Fabrice Danet et Josée Laviolette qui m'ont aidé avec tous les montages expérimentaux durant mon parcours. La réalisation de ces projets n'aurait pas été possible sans leur aide.

Mes remerciements aussi aux membres de Pultrusion Technique inc., Robert Dufresne, Hamid Arabzadeh, Simon Balit-Achim, Sébastien Morand et Loïc Tessier pour leur support, leur conseil et leur aide dans la réalisation de ce projet.

Je remercie aussi Pultrusion Technique et Mitacs pour leur soutien financier durant mon parcours de même que Kruger Biomaterials, CRIAQ et le Ministère de l'économie, de la science et de l'innovation.

Finalement, un merci spécial à Geneviève pour m'avoir appuyé, aimé et supporté durant ces dernières années. Je n'aurais pu le faire sans toi !

RÉSUMÉ

Dans un contexte de mondialisation où la demande en transport aérien est en croissance constante, le carnet de commandes des principaux fabricants d'aéronefs augmente en conséquence. Les méthodes de fabrication typiquement utilisées en aérospatiale sont adaptées à de relativement faibles volumes de production. Il devient nécessaire d'effectuer une transition de ces méthodes quasi artisanales vers des technologies de fabrication adaptées à de plus hauts volumes de production. Plusieurs composantes, spécialement en intérieur de cabine, se prêtent bien à la production par pultrusion : un procédé de fabrication de poutre à section constante renforcée de fibre unidirectionnelle. Depuis quelques années, une technologie de pultrusion thermoplastique multi-filières a été développée au laboratoire de structures de fibres et de composites avancés à Polytechnique Montréal. Cette technologie exploite des cycles de déconsolidation entre les filières afin de produire un composite à base de fibre mélangée de carbone et polyéthérimide. Dans le cadre d'un projet à collaboration internationale, cette technologie est investiguée puis mise à profit dans la réalisation d'une ligne de pultrusion complexe illustrant un niveau de maturité technologique avancé.

Le premier objectif de cette thèse consiste à caractériser la mécanique de déconsolidation dans un contexte de mise en forme cyclique. Les études existantes se concentrent sur la déconsolidation de composite complètement saturé. Dans un procédé à compaction multiple, les cycles de déconsolidation se produisent alors que des agglomérats de fibres sont encore secs. Des essais en moulage par compression sont réalisés sur de petits échantillons de deux précurseurs de fibre mélangée carbone polyéthérimide commercialement disponibles. Un modèle numérique, basé sur la décompaction viscoélastique d'un agglomérat cylindrique de fibre, est défini afin d'expliquer la contribution des différentes propriétés du matériau dans le processus de déconsolidation. La microstructure est observée avant ainsi qu'après tandis que le comportement macroscopique du composite est mesuré durant un cycle de déconsolidation. Les composants de la microstructure sont observés et quantifiés par observation micrographique combinée à un algorithme de mesure par image. Les conclusions de l'étude, soumise au journal *Composites Part A*, montrent que l'amplitude de déconsolidation est dominée par le degré d'imprégnation. De plus, la microstructure diffère grandement entre les deux précurseurs de fibres mélangées investigués. Des deux précurseurs, l'un retient un haut taux volumique de fibre dans les portions sèches (58% vs 40%) et un plus faible taux total de porosité (15% vs 20%) en présentant toutefois une amplitude de déconsolidation similaire. Ceci implique des comportements à l'imprégnation différents et la nécessité de caractériser le comportement du lit de fibre sous-jacent au précurseur utilisé.

Le second objectif de cette thèse consiste à proposer un modèle afin de simuler le taux d'imprégnation et la force de tirant d'un système de pultrusion multi-filière. La technologie de pultrusion multi-filière étant très jeune, peu d'outils sont disponibles afin de l'étudier. Seule une poignée d'études sont publiées dans la littérature. Un modèle est ainsi proposé afin de simuler deux des métriques d'intérêt en pultrusion : le taux d'imprégnation du renfort et la force de tirant générée. Le modèle proposé est supporté par un jeu de données expérimentales. L'étude, soumise au journal *Composites Part A*, examine l'effet de divers paramètres clés dans la conception des séquences de filière, soient l'angle de filière, le taux de réduction des filières et la progression de ces facteurs. Les principales conclusions de l'étude portent sur un potentiel d'optimisation de la séquence de filière afin de réduire la force de tirant requise pour une même qualité d'imprégnation.

Finalement, les résultats des deux études publiées sont mis à profit dans la conception d'une ligne de pultrusion multi-filière à échelle industrielle. Dans le cadre du projet CRIAQ COMP-1633, une pièce démonstrateur est sélectionnée soit un tube à paroi mince. Le travail d'analyse et de conception de l'outillage est rapporté. Une méthodologie de simulation thermique est élaborée et validée sur le montage de pultrusion utilisée précédemment. L'outillage de pultrusion est par la suite démarré. Les mesures expérimentales de température recueillies valident l'approche de simulation thermique présentée. Le tube pultrudé possède des parois bien définies, validant ainsi la performance du système de refroidissement. L'analyse des constituants révèle une imprégnation partielle du pultrudat produit. Plusieurs problèmes rencontrés durant l'opération sont documentés. Toutefois, la nature des problèmes rencontrés et la performance du système malgré ceux-ci illustrent un réel potentiel d'application pour cette technologie dans l'industrie.

L'étude présentée ouvre la voie à de nouveaux projets de recherche. Certaines hypothèses de base quant à l'aspect bénéfique des cycles de déconsolidation sont explorées. Plus de travail est nécessaire afin de vérifier sous quelles conditions la compaction multiple est bénéfique. Un outil de simulation est proposé et démontré comme étant prometteur. Celui-ci permettra la conception de futurs outillages de pultrusion multi-filière dans un contexte de recherche. Finalement, la pultrusion d'une pièce complexe démontre la maturité technologique de la pultrusion multi-filière adéquate pour une transition à moyen terme vers l'industrie.

ABSTRACT

In a context of globalization where the demand for air transport is constantly growing, the order books of the main aircraft manufacturers are increasing accordingly. Manufacturing methods typically used in aerospace are suitable for relatively low production volumes. It is becoming necessary to make a transition from these quasi-artisanal methods to manufacturing technologies adapted to higher production volumes. Several components, especially inside the cabin, lend themselves well to production by pultrusion: a method of manufacturing a constant section beam reinforced with unidirectional fibre. For several years, a multi-die thermoplastic pultrusion technology has been developed at the Advanced Composites and Fibre Structures laboratory at Polytechnique Montréal. This technology uses deconsolidation cycles between the dies to produce a composite based on a mixture of carbon fibre and polyetherimide. As part of an international collaborative project, this technology is being investigated and put to use in the production of a complex pultrusion line illustrating an advanced technology readiness level.

The first objective of this thesis consists in characterizing the mechanics of deconsolidation in a context of cyclic compaction. Existing studies focus on the deconsolidation of fully saturated composite. In a multiple compaction process, deconsolidation cycles occur while fibre agglomerates are still dry. Compression molding tests are performed on small samples of two commercially available polyetherimide carbon commingled fibre precursors. A numerical model, based on the viscoelastic decompaction of a cylindrical fibre agglomerate, is defined in order to explain the contribution of the different material properties in the deconsolidation process. The microstructure is observed before as well as after deconsolidation while the macroscopic behavior of the composite is measured during a deconsolidation cycle. The components of the microstructure are observed and quantified by micrographic observation combined with an image measurement algorithm. The conclusions of the study, submitted to the journal *Composites Part A*, show that the amplitude of deconsolidation is dominated by the degree of impregnation. Moreover, the microstructure differs greatly between the two commingled fibre precursors investigated. Of the two precursors, one retains a high fibre volume fraction in the dry portions (58% vs 40%) and a lower total porosity fraction (15% vs 20%) while nevertheless presenting a similar deconsolidation amplitude. This implies different impregnation behaviors and the need to characterize the behavior of the underlying fibre bed structure used in the precursor.

The second objective of this thesis consists in proposing a model in order to simulate the

rate of impregnation and the pulling force of a multi-die pultrusion system. The multi-die pultrusion technology being very young, few tools are available to study it. Only a handful of studies are published in the literature. A model is thus proposed in order to simulate two of the metrics of interest in pultrusion: the rate of impregnation of the reinforcement and the pulling force generated. The proposed model is supported by a set of experimental data. The study, submitted to the journal *Composites Part A*, examines the effect of various key parameters in the design of die sequences, namely the die angle, the rate of die reduction and the progression of these factors. The main conclusions of the study relate to the potential for optimizing the die sequence in order to reduce the pulling force required for the same quality of impregnation.

Finally, the results of the two published studies are used in the design of a multi-die pultrusion line on an industrial scale. As part of the CRIAQ COMP-1633 project, a demonstrator part is selected, namely a thin-walled tube. Tooling analysis and design work is reported. A thermal simulation methodology is developed and validated on the pultrusion assembly used in the laboratory. The pultrusion tooling is then started. The experimental temperature measurements collected validate the thermal simulation approach presented. The pultruded tube has well-defined walls, thus validating the performance of the cooling system. Analysis of the constituents reveals partial impregnation of the pultrudate produced. Several problems encountered during the operation are documented. However, the nature of the problems encountered and the performance of the system despite them illustrate a real application potential for this technology in industry.

The study presented paves the way for new research projects. Some basic assumptions about the beneficial aspect of deconsolidation cycles are explored. More work is needed to verify under what conditions multiple compaction is beneficial. A simulation tool is proposed and demonstrated to be promising. This will allow the design of future multi-die pultrusion tools in a research context. Finally, the pultrusion of a complex part demonstrates the technology readiness level of multi-die pultrusion suitable for a medium-term transition to industry.

TABLE DES MATIÈRES

REMERCIEMENTS iii

RÉSUMÉ iv

ABSTRACT vi

TABLE DES MATIÈRES viii

LISTE DES FIGURES xi

LISTE DES TABLEAUX xv

LISTE DES SIGLES ET ABRÉVIATIONS xvi

LISTE DES ANNEXES xvii

CHAPITRE 1 INTRODUCTION 1

CHAPITRE 2 REVUE DE LITTÉRATURE 3
- 2.1 Précurseurs 3
  - 2.1.1 Propriétés des ensembles de fibres sèches 8
- 2.2 Déconsolidation 10
  - 2.2.1 Mécanismes de la déconsolidation 10
- 2.3 Pultrusion 11
  - 2.3.1 Technologies et précurseurs utilisés 13
  - 2.3.2 Modélisation du procédé 15
  - 2.3.3 Pultrusion multi-filières 20

CHAPITRE 3 ORGANISATION DE LA RECHERCHE ET OBJECTIFS DE RECHERCHE 22
- 3.1 Identification du problème 22
- 3.2 Objectifs de recherche 23
  - 3.2.1 Cohérence des articles 23

CHAPITRE 4 ARTICLE 1 : A COMPREHENSIVE MODEL OF THE DECONSOLIDATION BEHAVIOUR OF UNIDIRECTIONAL CARBON FIBRE REINFORCED

THERMOPLASTIC COMPOSITES 25
4.1 Introduction 25
4.1.1 Impregnation of Commingled Yarn 26
4.1.2 Deconsolidation Governing Mechanisms 27
4.1.3 Fibrous Structure Mechanical Properties 29
4.2 Model Structure 30
4.2.1 Radial Expansion of Void in Viscous Media 30
4.2.2 Viscous behaviour of fibre reinforced polymer 32
4.2.3 Fibre bed compaction and decompaction model 32
4.2.4 General Behaviour 33
4.3 Experimental Validation 34
4.3.1 Material 34
4.3.2 Fibre Bed Mechanical Characterization 35
4.3.3 Compression Moulding and Deconsolidation Behaviour 36
4.4 Results and Discussion 38
4.4.1 Fibre Bed Mechanical Properties 38
4.4.2 Relationship between void content and deconsolidation amplitude . . 41
4.4.3 Evolution of microstructure during deconsolidation 42
4.4.4 Model Validation 46
4.5 Conclusion 49

CHAPITRE 5 ARTICLE 2 : A MODEL OF MULTI-DIE THERMOPLASTIC PULTRUSION 51
5.1 Introduction 51
5.2 Model Structure 55
5.2.1 Macroscopic flow sub-model 57
5.2.2 Microscopic flow sub-model 58
5.2.3 Permeability of fibrous structure 60
5.2.4 Polymer rheology 61
5.3 Experimentation 61
5.3.1 Materials & Material Characterization 61
5.3.2 Apparatus 61
5.3.3 Pultrusion Experiments 63
5.3.4 Constituent Content and Degree of Impregnation Evaluation 66
5.3.5 Mechanical Testing 67
5.4 Results and Discussion 67

5.4.1 Material Microstructure 67
5.4.2 Pultrusion Experiments 69
5.4.3 Constituent Content 74
5.4.4 Mechanical Test 76
5.5 Conclusion 77

CHAPITRE 6 CONCEPTION D'UN OUTILLAGE DE PULTRUSION MULTI-FILIÈRE POUR PRODUCTION DE TUBE À ÉCHELLE INDUSTRIELLE 79
6.1 Contexte 79
6.2 Analyse fonctionnelle 80
6.3 Modélisation thermique du procédé de pultrusion 82
6.3.1 Représentation thermodynamique du pultrudat 82
6.3.2 Modélisation du procédé de pultrusion 84
6.4 Concept retenu 91
6.5 Démarrage et performance de la ligne de pultrusion 93
6.5.1 Composants de la ligne de pultrusion thermoplastique installée 93
6.5.2 Mise en route et performance de l'outillage 95
6.5.3 Problèmes rencontrés 101

CHAPITRE 7 DISCUSSION GÉNÉRALE 103

CHAPITRE 8 CONCLUSION ET RECOMMANDATIONS 105
8.1 Synthèse des travaux 105
8.2 Limitations de la solution proposée et améliorations futures 106

RÉFÉRENCES 109

ANNEXES 122

LISTE DES FIGURES

Figure 1.1 Nombre de livraisons annuelles d'appareils chez Airbus et Boeing de 1998 à 2007 [1] 2
Figure 2.1 Illustration de différents précurseurs thermoplastiques. 4
Figure 2.2 Représentation des configurations de fil hybride les plus communes illustrant une vue de droite (gauche) et une vue en coupe (droite) où les fibres de renfort sont représentées en orange et le polymère en bleu 7
Figure 2.3 Format général d'une ligne de pultrusion thermoplastique 12
Figure 2.4 Illustrations des différentes technologies de pulrusion thermoplastique 14
Figure 2.5 Illustration du couplage entre les paramètres de pultrusion et leur effet résultant 16
Figure 2.6 Géométrie de différents volume élémentaire représentatif (VER) utilisés pour la représentation de précurseurs thermoplastiques 19
Figure 2.7 Illustrations du montage de pultrusion développé par Lapointe et al. [2] et Eichenhofer et al. [3] 21
Figure 4.1 Impregnation of commingled yarn as proposed by Bernet et al. [4] where hydrostatic polymer forces a radially convergent flow into a fibre bundle. The bundle is seen compacted when dry and slightly decompacted when wetted as proposed by Kim et al. [5]. 27
Figure 4.2 Structure of the representative elementary volume (REV) during the deconsolidation phase where the dry fibre core is surrounded by a wetted fibre shell. The equilibrium between the decompaction of the core and viscous shearing of the polymer shell dictates the response of the REV. 31
Figure 4.3 Distribution of N_n fibre agglomeration in a sample of A_0 cross-sectional area representing the combined polymer and fibre area without void. 34
Figure 4.4 Illustration of mould and consolidation cycle 37
Figure 4.5 Illustration of the output of the image-based segmentation algorithm computing the fractions of the constituent content. 38
Figure 4.6 Structure of the investigated commingled yarns 39
Figure 4.7 Measured fibre volume fraction of specimens moulded at different pressures and fitted fibre model. Error bars correspond to ± 1 standard deviation 40

Figure 4.8 Experimental data and viscoelastic model fit from relaxation tests performed 41
Figure 4.9 Illustration of a sample tow as moulded and after free deconsolidation as well as the measured tow volume increase after free deconsolidation in function of intra tow void content for a total of 3 samples each composed of 40 tows (n=120) 43
Figure 4.10 Sample images of the microstructure of both materials before and after deconsolidation cycles 44
Figure 4.11 Volume fraction of total porosity (a), macro porosity (b), dry fibres (c), and wet fibres (d) in samples as moulded, deconsolidated in mould, and freely deconsolidated. Average of 5 samples with error bars corresponding to ±1 standard deviation 45
Figure 4.12 Normalized deconsolidation amplitude of each cycle for both tested materials 47
Figure 4.13 Sensitivity of the stabilized deconsolidation amplitude to the main material properties when varied by ±10% 48
Figure 4.14 Normalized deconsolidation in function of number of relaxation cycle for the continuous carbon fibre commingled yarn (CCY) and spun, stretched broken carbon fibre commingled yarn (SCY) samples where error bars represent one standard deviation (n=3) and the associated corrected initial porosity $X_{v,0}$ 48
Figure 5.1 Illustrations of REVs geometries and their characteristic dimensions used as basis of micro-level flow models for different types of thermoplastic precursor materials. 54
Figure 5.2 Structure of multi-die pultrusion algorithm based on Kim et al. model illustrating the calculation procedure for iteratively solving the macroscopic and microscopic flows in each of the die sequence. 56
Figure 5.3 Illustration of a cylindrical REV for commingled fibre where polymer (grey) flows from a high pressure zone into a cylindrical, dry fibre bed (black) leaving wetted fibre slightly less compacted than dry fibres ($v_{f,\infty} < v_{f,i}$) 59
Figure 5.4 Overall schematic and picture of the laboratory pultrusion apparatus as used in this study where the creel is seen on the left, tooling and heating control system in the center and material exits to the right via the puller. 62

Figure 5.5 Schematic of the tooling assembly comprised of a preheater, forming dies, and cooling die, in the experimental apparatus 63
Figure 5.6 Illustration of the experimental observation carried with each experimental configurations: the microstructure observation was used to measure dry and wet v_f and agglomeration size distribution, single die pultrusion experiments were used to evaluate the axial permeability of the fibre structure, triple die experiments were used to evaluate the relationship between pulling force and process velocity, and finally, complete die sequences were used to evaluate pultrudate interlaminar shear strength (ILSS) and constituent content. 64
Figure 5.7 Micrographies of partially impregnated carbon fibre commingled yarn illustrating its microstructure 68
Figure 5.8 Specimen of deconsolidated pultrudate illustrating the segmentation algorithm results of dry (red contour) an impregnated fibre bundles (blue contour) 69
Figure 5.9 Internal temperature in the pultrusion tooling as measured during preliminary experimentation. 70
Figure 5.10 Pulling force (F_{pull}) and degree of impregnation of single die systems in function of the die fill ratio (FR) and die taper angle (α). 72
Figure 5.11 Pulling force recorded (marks) and predicted (solid lines) for the different sequences tested. Error bars represent plus or minus one standard deviation during the recording interval. 73
Figure 5.12 Slope of pulling force in function of process velocity 74
Figure 5.13 Degree of impregnation measured and predicted for the different die sequences tested. Error bars represent plus or minus one standard deviation. 75
Figure 5.14 Fibre volume fraction and void volume fraction measured by liquid displacement for each sample pultruded. Error bars represent ± a standard deviation for a sample size of $n = 5$ 76
Figure 5.15 Interlaminar shear strength measured by ASTM D-2344 (grey bars) and slope of predicted pulling force-velocity (white bars) of each die sequence tested. 77
Figure 6.1 Série de sièges d'avions illustrant la pièce à pultruder [6] 79
Figure 6.2 Température des fils de fibres passant dans la chambre de préchauffe en fonction de différentes vitesses d'air dans la chambre (T_{air} =300 °C) et températures d'air dans la chambre (v_{air} =3.0 m/s). 86

Figure 6.3 Température requise de l'air en fonction de la vitesse d'air afin d'atteindre une température de sortie de 250 °C pour différents temps de résidence dans la chambre de préchauffage. 87
Figure 6.4 Conditions frontières du modèle thermique transitoire utilisé afin d'évaluer la puissance de chauffe d'une filière de mise en forme 89
Figure 6.5 Temps nécessaire pour atteindre la température cible (400 °C) en fonction de la puissance de chauffage de la filière 89
Figure 6.6 Conditions frontières du modèle de filière rectangulaire 91
Figure 6.7 Profil de température interne mesuré à différente vitesse de procédé ainsi que les températures simulées au centre (rouge) et surface supérieure de la cavité (noir) 92
Figure 6.8 Illustration du concept d'outillage retenu. 93
Figure 6.9 Illustration d'une vue en coupe de la filière de refroidissement de l'outillage de pultrusion de tube utilisé 93
Figure 6.10 Vue globale de la ligne de pultrusion 94
Figure 6.11 Vues générales de la ligne de pultrusion 95
Figure 6.12 Vue générale du cantre et des paquets de fibres mélangées. 95
Figure 6.13 Vues variées de l'outillage de pultrusion conçu 96
Figure 6.14 Prédiction du modèle et mesure du temps de chauffage à la température cible des filières de mise en forme. 97
Figure 6.15 Illustration des conditions frontières du modèle thermique axisymétrique de la filière de refroidissement pour la pultrusion d'un tube. . . 98
Figure 6.16 Profil de température de la filière de refroidissement de l'outillage de pultrusion de tube tel que mesuré (points) à une vitesse de 50 mm/min et simulé sur la face interne (bleu), externe (rouge) et au centre du pultrudat (noir) par le modèle décrit à la figure 6.15. 99
Figure 6.17 Macro et micro structure des tubes pultrudés 100
Figure 6.18 Illustration d'un problème rencontré durant la pultrusion de tube où le mandrin fléchie et entre en contact avec la surface externe de la filière de refroidissement. 102

LISTE DES TABLEAUX

Tableau 2.1 Liste de différents polymères utilisés en pultrusion ainsi que les technologies de précurseurs utilisés 15
Table 4.1 Commingled Yarn Material Properties 34
Table 4.2 Characterization methodology of the various material properties used in the modelling 35
Table 4.3 Material properties measured for both yarns investigated 46
Table 5.1 Dies' dimensions for the different pultrusion die sequences tested . . . 66
Table 5.2 Model material properties for the commingled carbon fibre used in this study as characterized by optical micrography 68
Tableau 6.1 Fonctions et besoins de conception de l'outillage de pultrusion développé 81
Tableau 6.2 Requis utilisés pour la conception de l'outillage de pultrusion développé 82
Tableau 6.3 Propriétés homogénisées des fils de fibres mélangées 85
Tableau 6.4 Caractéristiques cibles du tube produit et telles que mesurées 101

LISTE DES SIGLES ET ABRÉVIATIONS

Acronymes et abbréviations français

labSFCA	laboratoire de structures de fibres et de composites avancés
PRF	plastique renforcé de fibres
PP	polypropylène
PEI	polyéthérimide
PA	polyamide
PEEK	polyéther-éther-cétone
PPS	polysulfure de phénylène
PE	poly-éthylène
PLA	acide polylactique
PMMA	polyméthacrylate de méthyle
T_g	température de transition vitreuse
v_f	taux volumique de fibres
X_v	taux volumique de vide
COV	composés organiques volatiles
VER	volume élémentaire représentatif

Acronymes et abbréviations anglais

ACFSlab	Advanced Composites and Fibre Structures laboratory
FRTC	fibre reinforced thermoplastic composite
REV	representative elementary volume
v_f	fibre volume fraction
X_v	void volume fraction
T_g	glass transition temperature
PEI	polyetherimide
CCY	continuous carbon fibre commingled yarn
SCY	spun, stretched broken carbon fibre commingled yarn
DMA	dynamic mechanical analyzer
ILSS	interlaminar shear strength

LISTE DES ANNEXES

Annexe A Propriétés homogénisées pour composite unidirectionnel carbone/polyetherimide (PEI) 122

Annexe B Analyse de constituent du composite par image 124

Annexe C Analyse de convergence modèle de filière de refroidissement 127

Annexe D Ligne de pultrusion au laboratoire de structures de fibres et de composites avancés (labSFCA) 129

Annexe E Ligne de pultrusion réalisée pour la production de tube 152

CHAPITRE 1 INTRODUCTION

Depuis leur introduction dans les années 1940, les matériaux composites sont partie intégrante du succès de l'aviation commerciale moderne. Leurs propriétés mécaniques spécifiques, c'est à dire lorsque pondérées par la densité du matériau sont la clé de leur succès. Les premières pièces en matériaux composites consistaient principalement de fibre de verre laminée à la main. Depuis lors, les techniques de production et la qualité de la structure de fibre se sont raffinées avec la popularité grandissante de ces matériaux. L'introduction de fibres de carbone, kevlar, bore et de céramique a, par la suite, fait exploser les opportunités de l'utilisation de ces matériaux. De nos jours, *Boeing* rapporte que son modèle *Dreamliner* est composé à 80% de matériaux composites par volume ou 50% par masse [7].

La demande de transport augmentant d'année en année, il n'est pas surprenant de voir le nombre d'appareils livrés augmenter aussi. La figure 1.1 illustre cette tendance croissante depuis le début des années 2000 : le nombre de livraisons annuelles a augmenté d'environ 50% en une décennie. Avec une croissance de production accrue, il devient rapidement important de maximiser la cadence de production des pièces se retrouvant en grand nombre. Afin de garder un temps de cycle de production relativement faible, les polymères thermoplastiques sont une alternative très intéressante aux polymères thermodurcissables. Dans l'absence d'une cinétique de réticulation, la mise en forme de composite thermoplastique est principalement limitée par la vitesse de transfert de chaleur [8]. C'est-à-dire que le polymère peut être mis en forme à son état liquide, au-delà d'une certaine température, et redevient solide en deçà de sa température de transition vitreuse. La pultrusion, un procédé de fabrication de poutre à section constante, tarde à faire son entrée dans le monde de l'aéronautique en raison des relativement faibles volumes de pièces jusqu'à tout récemment. Or, avec la croissance de la demande, il devient important d'augmenter la cadence de production afin de pouvoir répondre au carnet de commandes.

L'entrée de nouvelles technologies de fabrication en aéronautique est un processus lent en fonction des régulations strictes et des risques associés. On cherchera donc à introduire ces nouvelles technologies pour la production d'items à moindre risque telles les composantes d'intérieur de cabine : les compartiments à bagages, les sièges ainsi qu'une panoplie de supports en sont un exemple. Celles-ci sont soumises à des requis moins stricts que ceux de la structure primaire de l'aéronef. Ces pièces d'intérieur se retrouvent aujourd'hui en grande partie faites en plastique renforcé de fibres (PRF) pour de réduire le poids de l'appareil. Elles doivent tout de même satisfaire des critères stricts sur leurs propriétés en inflammabilité,

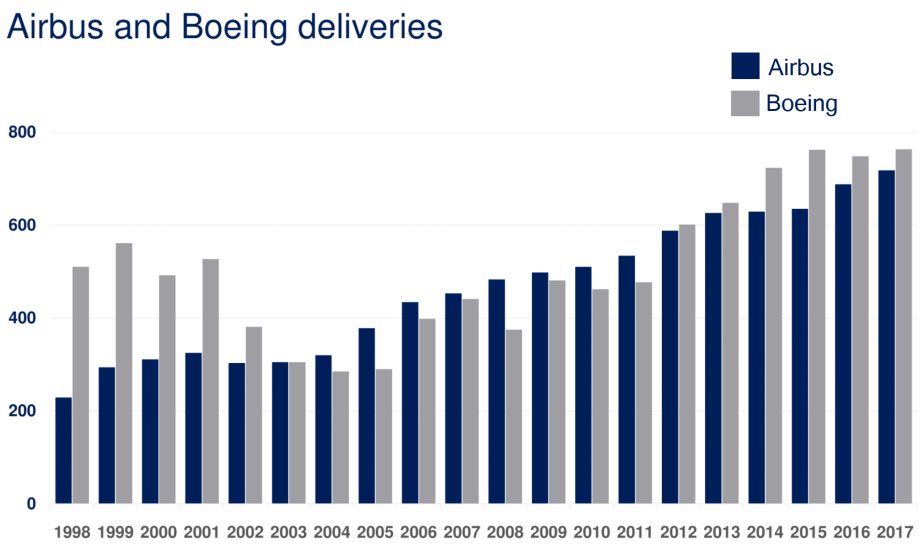


Figure 1.1 Nombre de livraisons annuelles d'appareils chez Airbus et Boeing de 1998 à 2007 [1]

émission de fumée et toxicité. Les résines phénoliques sont, depuis plusieurs années, la référence en termes de composite ignifuge. Toutefois, la popularité de tels polymères décroît en raison de leur forte toxicité et l'avenue de programmes internationaux visant à en réduire l'usage.

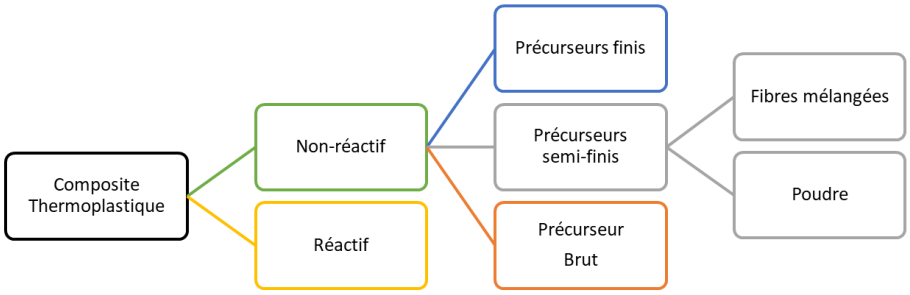
Dans le cadre d'un projet CRIAQ (COMP-1633), un effort de recherche international vise à développer et mettre en valeur de nouvelles technologies de mise en forme des composites. Ce projet se veut une vitrine technologique sur le monde des composites de demain et doit, pour ce faire, aboutir sur la fabrication d'un démonstrateur technologique : une pièce d'intérieur d'aéronef. L'objectif principal des travaux présentés dans cette thèse est de développer un système de pultrusion thermoplastique destiné à une application en intérieur d'aéronefs. Cet objectif est atteint en trois phases : En premier lieu, en caractérisation la déconsolidation et son effet sur la microstructure des fibres unidirectionnelles utilisées puis en proposant un modèle de pultrusion thermoplastique multi-filière et finalement, en développant l'outillage nécessaire. Dans cette thèse, une revue de littérature mettra la table pour la définition des objectifs et sera suivie de la méthodologie proposée pour terminer avec les études publiées et les résultats générés avant de conclure.

CHAPITRE 2 REVUE DE LITTÉRATURE

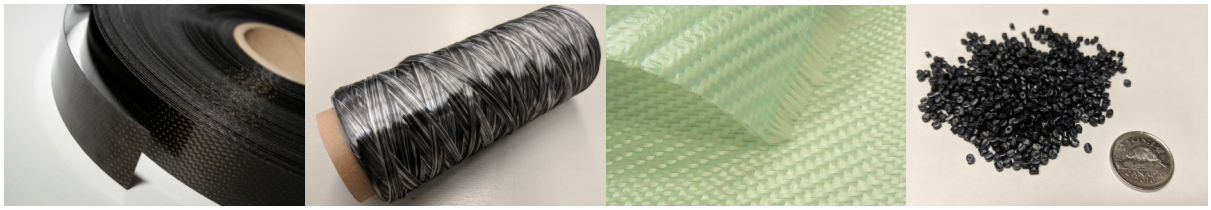
2.1 Précurseurs

Lors de la mise en forme de composite à base de polymère thermodurcissable, le polymère est traditionnellement injecté dans la cavité du moule ou préimprégné dans le renfort fibreux. Afin de pallier à la haute viscosité des polymères thermoplastiques, une plus grande diversité existe dans la forme de précurseurs utilisés. De plus, la technologie de mise en forme et le type de précurseur utilisé sont intrinsèquement liés.

Plusieurs technologies ont été élaborées afin de compenser pour cette viscosité accrue. Vaidya [9] a effectué un survol des différentes techniques utilisées pour la mise en forme des composites thermoplastiques. Ces technologies se définissent autant sur la manière dont est imprégné le renfort que par la forme adoptée par le matériau sous sa forme initiale. On appellera précurseur la forme initiale adoptée par la matière entrante utilisée. On distinguera 4 catégories principales de précurseurs : des précurseurs réactifs, bruts, finis et semi-finis. La figure 2.1a résume les types de précurseurs décrits ici-bas.



(a)



(b) (c) (d) (e)

Figure 2.1 Images illustrant (a) les types de précurseurs, (b) un précurseur fini soit du ruban pré imprégné [10], (c) un précurseur semi-fini soit des fibres mélangées, (d) un autre précurseur semi-fini appelé *semipreg* [11] et (e) un précurseur brut sous forme de granules de polymère pour extrudeuse.

Précurseurs réactifs

La technologie à base de précurseur réactif consiste, tout comme pour l'utilisation de polymères thermodurcissables, à effectuer la polymérisation de la matrice une fois le renfort fibreux imprégné. Cette technologie possède donc certains avantages comme la faible viscosité à l'entrée, permettant une imprégnation du renfort plus facile. Cependant, elle en conservera aussi les inconvénients typiquement liés aux polymères thermodurcissables tel un temps d'entreposage fini ainsi qu'une vitesse de réaction limitée par la cinétique de polymérisation. Van Rijswijk [12] a effectué une revue des différentes technologies de polymérisation *in-situ*. Il observe que celle-ci est particulièrement bien développée pour les polymères d'ingénierie comme le polyamide (PA) et le, polyméthacrylate de méthyle (PMMA) mais extrêmement difficile, voire non viable économiquement, avec les polymères haute performance comme le polyéther-éther-cétone (PEEK) ou polysulfure de phénylène (PPS). Ceci s'explique par leur inhérente rigidité provenant de larges molécules difficiles à manipuler chimiquement et

nécessitant de hautes températures de réaction.

Précurseurs finis

Les premières mentions scientifiques de pultrusion thermoplastiques utilisaient des fibres préimprégnées [13–15]. Plusieurs pionniers ont réussi à produire des profilés de haute qualité en utilisant des rubans préimprégnés vendus commercialement. Ces prés imprégnés sont usuellement produits par l'une des deux méthodes suivantes : évaporation de solvant ou bain de fusion. Les propriétés sont alors quelque peu différentes, mais ces deux méthodes ont un point en commun : l'imprégnation totale du renfort est réalisée avant la mise en forme finale de la pièce. Cela implique donc un coût supplémentaire sur le matériel brut utilisé. Les deux techniques d'imprégnation les plus utilisées sont par fondu et solvant décrites ci-après :

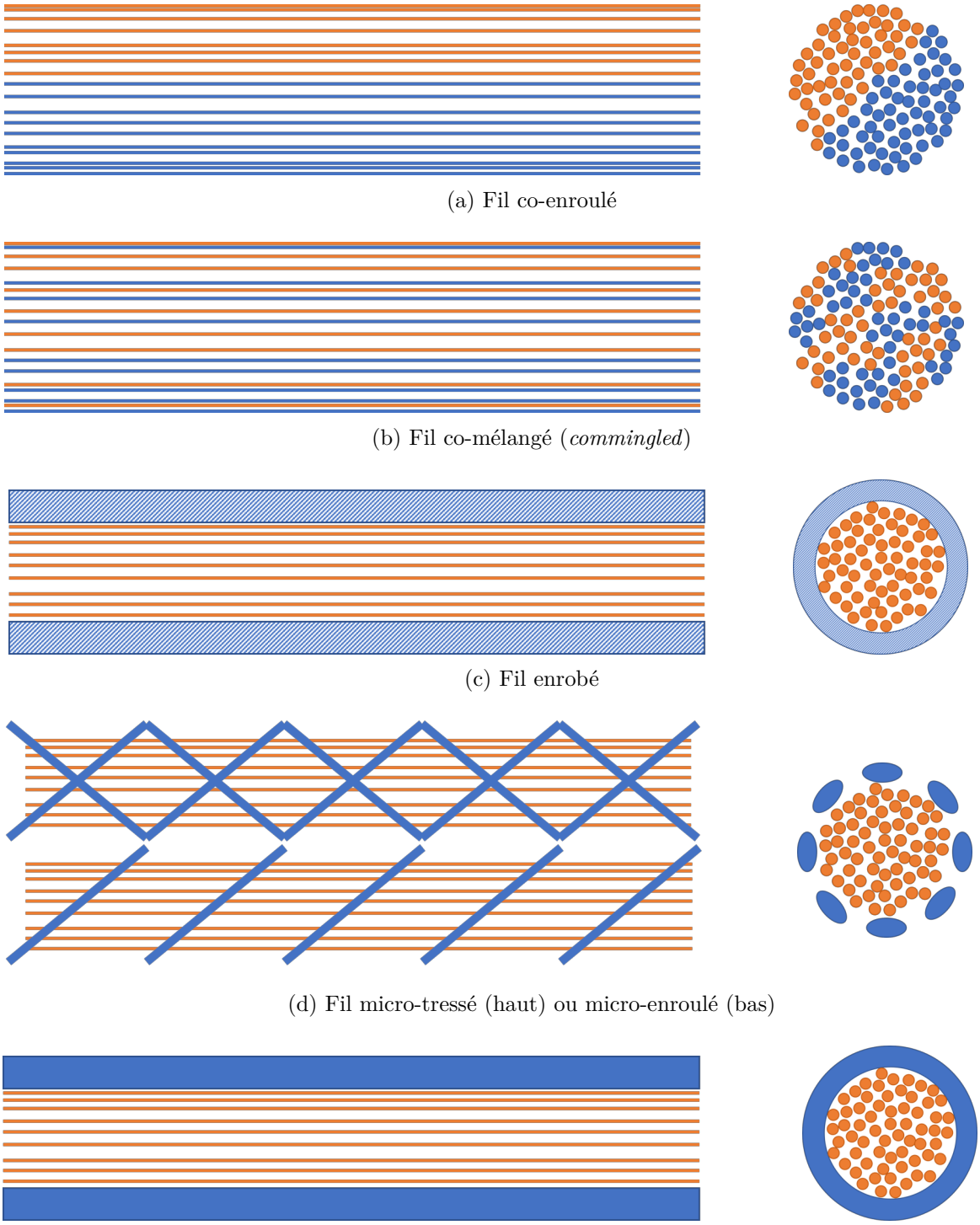
Préimprégnation par fusion : La préimprégnation par fusion consiste à fondre le polymère pour ensuite l'imprégner dans les fibres. Ce genre de technique est généralement limitée à de faibles épaisseurs de fibre en raison de la grande viscosité du polymère. Plusieurs techniques sont utilisées, mais elles utilisent généralement une presse à double bande [9] ou une extrudeuse afin d'injecter le plastique [16].

Préimprégnation par solvant : L'utilisation de solvant afin de réduire la viscosité du polymère est aussi une technique de préimprégnation commune. Le polymère est d'abord dissous dans une grande quantité de solvant. Les fibres sont alors facilement imprégnées par le mix polymère-solvant puis ce dernier est évaporé. Il en résulte donc un pré imprégné relativement uniforme. Le problème réside dans l'utilisation du solvant : celui-ci implique une grande quantité de composés organiques volatiles (COV), mais aussi que le polymère en soit peut y être dissout. De plus, il n'est pas rare de voir persister une certaine quantité de solvant dans le produit résultant (<5%) [17]. On verra donc celui-ci s'évaporer lors de la mise en forme de la pièce finale.

Les produits finis sont typiquement bien imprégnés, mais peuvent contenir encore une certaine quantité de porosité (5-10%) [18]. La vitesse de procédé n'est alors pas restreinte par l'imprégnation de la fibre, mais uniquement par le transfert thermique et la rapidité de mise en forme. Cependant, la manipulation et la drapabilité du produit en sont grandement affectées. Le précurseur est très rigide en dessous de sa température de fusion : il possède le même module d'élasticité que le composite final. Les manipulations à froid sont restreintes afin d'éviter l'endommagement des fibres. Toutes opérations de mise en forme complexe ou de drapage doivent être effectuées à chaud, augmentant ainsi la complexité de l'équipement.

Précurseurs semi-finis

Les précurseurs semi-finis sont une alternative aux précurseurs finis. Ceux-ci consistent en un mélange renfort/matrice non, ou très peu, imprégné. Ils offrent donc une distance d'imprégnation relativement faible afin de conserver un temps de procédé réduit. Le grand avantage par rapport aux précurseurs finis est dans leur drapabilité. Le renfort fibreux n'étant pas saturé, il conserve une flexibilité et se manipule donc aisément. Plusieurs formes de précurseurs semi-finis existent. Ceux-ci sont typiquement à base de polymère sous forme de fibre ou en poudre. Dans le cas d'un polymère sous forme de fibre, celui-ci sera d'abord filé puis mélangé aux fibres de renfort. Une panoplie de technologies textiles ont été développées afin de créer des fils hybrides [19]. La figure 2.2 illustre certaines géométries communes de fils hybrides. La plus simple version, le fil co-enroulé ou fil parallèle hybride (figure 2.2a), consiste à enrouler deux ou plusieurs fils continus en parallèle sans technique de mélange particulière. Le fil co-mélangé utilise la même base, mais utilise une technique de mélange, typiquement un jet d'air transverse aux fibres, afin d'augmenter le degré de mélange entre les deux fibres. Le fil enrobé (2.2c) représente une catégorie de technologies de mélange où un fil continu central est recouvert d'un enrobage externe. Ce dernier peut être sous forme de fibre, comme dans le cas du procédé de DREF [20], ou encore sous forme de poudre, comme pour le FIT [21]. Finalement, la dernière catégorie, les fils à architecture plus complexe (2.2d) comprendront les structures microtressées [22] ou enroulées. Il est aussi techniquement possible de combiner une ou plusieurs types d'architecture. On pensera notamment au produit de *Schappe-Technique*, le TPFL, qui consiste en un fil co-mélangé et micro-enroulé [23].



(a) Fil co-enroulé

(b) Fil co-mélangé (*commingled*)

(c) Fil enrobé

(d) Fil micro-tressé (haut) ou micro-enroulé (bas)

(e) Fil gainé (*FIT*)

Figure 2.2 Représentation des configurations de fil hybride les plus communes illustrant une vue de droite (gauche) et une vue en coupe (droite) où les fibres de renfort sont représentées en orange et le polymère en bleu

Précurseurs bruts

Finalement, les précurseurs bruts englobent les formats les plus économiques. On retrouve les fibres et la matrice sous une forme peu ou pas transformées. Dans le cas du polymère, celui-ci sera le plus couramment utilisé sous forme de pastille. Ces types de précurseurs sont typiquement utilisés avec des équipements du type extrudeuse à vis afin d'être injectés dans une cavité [16].

2.1.1 Propriétés des ensembles de fibres sèches

Les renforts de fibres sèches font, depuis plusieurs années, l'objet d'étude intensive quant à leurs propriétés mécaniques et leur perméabilité. La mécanique des renforts fibreux possède plusieurs parallèles avec celle des sols. La perméabilité et le module de compaction transverse sont tous deux dépendant de la porosité de la structure fibreuse. De plus, les mêmes phénomènes observés dans la mécanique des sols sont présents dans la compaction de renforts fibreux tels que le fluage et la relaxation, la dépendance à la vitesse de compaction, la sensibilité aux charges cycliques, la lubrification du média poreux et la présence d'hystérèse à la compaction. Les travaux originaux de Darcy [24] étudiaient la relation entre les pertes de charge, le débit et la perméabilité d'un lit de particules sphérique. La perméabilité du renfort définit l'aisance avec laquelle un fluide peut y naviguer. La caractérisation de perméabilité et du comportement en compaction est cruciale afin de prédire et contrôler le temps nécessaire à leur imprégnation, particulièrement dans les procédés comme l'injection RTM.

Plusieurs modèles existent afin de représenter l'effort de compaction de la structure fibreuse pour un taux volumique de fibres (v_f) cible. Les premiers modèles empiriques tels que ceux proposés par Gutowski [25] (équation 2.1) ou encore Robitaille [26] (équation 2.2) représentent un effort quasi statique exponentiellement grandissant avec le v_f cible. Ceux-ci se présente tel que

$$\sigma = A_s(v_f - v_{f,0})^m \tag{2.1}$$

$$\sigma = Cv_f^m \tag{2.2}$$

où σ correspond à la contrainte sur le lit de fibre, v_f le taux de fibre instantané, $v_{f,0}$ le taux de fibre au repos ($\sigma = 0$), C et A_s des constantes de rigidité et m un indice de puissance. Puisque les modèles empiriques ne présentent pas une bonne prédiction à l'extrapolation, certains modèles mécanistiques ont été proposés comme celui de Chen et al. [27]. Celui-ci décortique

le comportement mécanique en compaction selon diverses propriétés de la microstructure du renfort. Il demande ainsi un effort accru de caractérisation.

Le glissement des différents filaments un sur les autres donne lieu à des effets de dissipation d'énergie lors de la compaction [27]. Ce comportement a été modélisé par des modèles viscoélastiques comme celui de Maxwell, Voigt, Zener, Burgers ou encore par homogénéisation viscoélastique [28]. Le glissement de filament donne aussi lieu à des effets d'hystérèse où des cycles de compaction répétés produiront des courbes de contrainte/déformation différentes [29, 30]. Kabachi et al. [31] ont notamment étudié l'impact de compaction répétée sur les propriétés de lit de fibres. Ils ont remarqué une augmentation du v_f à une même pression pour un nombre de cycles de compaction croissant allant jusqu'à un maximum de près de 6% supplémentaire pour des tissés sans embuvage.

La compaction de renfort fibreux est souvent étudiée en conjonction avec sa perméabilité. Par exemple, Sandberg et al. [32] ont étudié l'impact de la texturisation de fibres de verre sur leurs propriétés mécaniques en compaction et leur perméabilité. Ils ont mesuré une augmentation de perméabilité et de l'élasticité des fibres une fois texturées. Ceci s'explique par la dépendance de ces deux propriétés à la géométrie de la préforme fibreuse. Plusieurs facteurs affectent la perméabilité du renfort, notamment la taille des fibres et la géométrie des pores interfibres. Cette dernière est fortement affectée par la structure des fibres (unidirectionnelle, tissée, tressée, etc.).

Il existe une panoplie de modèles - mécanistiques comme phénoménologiques - tentant de prédire la perméabilité d'un renfort. L'un des modèles prédictifs couramment utilisés avec les fibres purement unidirectionnelles est celui de Gebart [33] (équation 2.3). Ce modèle analytique ne repose que sur des paramètres géométriques afin de calculer la perméabilité parallèle et perpendiculaire aux fibres tel que

$$\begin{cases} \kappa_{\parallel} &= \frac{8R_f^2}{C_1}\frac{(1-v_f^3)}{v_f^2} \\ \kappa_{\perp} &= C_2 R_f^2 \left(\sqrt{\frac{v_a}{v_f}} - 1\right)^{5/2} \end{cases} \tag{2.3}$$

où C_1 et C_2 sont des facteurs géométriques, R_f le rayon moyen d'une fibre, V_f le taux volumique de fibre et v_a le taux volumique maximal théorique de fibre. Ce modèle possède une rigidité apparente ne lui permettant pas de prendre en compte la géométrie réelle des fibres. Ce modèle considère les fibres parfaitement droite et parallèle. Ainsi on privilégiera des modèles empiriques tel que celui de Kozeny-Carman [34] se présentant tel que

$$\kappa = \frac{1}{4K} \frac{\phi^3 R_f^2}{(1-\phi)^2} \tag{2.4}$$

où on retrouve κ la perméabilité, K la constante de Kozeny-Carman et ϕ la porosité. La constante de Kozeny-Carman (K) est une constante déterminée empiriquement et donnant une flexibilité au modèle. Celle-ci est dépendante de la direction de l'écoulement par rapport aux fibres et nécessitera donc plus de tests de caractérisation. Toutefois, une large étude a démontré une forte dépendance aux conditions de mesure de la perméabilité [35].

2.2 Déconsolidation

La déconsolidation est un phénomène principalement lié aux composites thermoplastiques en raison de la nature de la matrice. Lorsque la température du composite dépasse le température de transition vitreuse (T_g), pour les polymères amorphes, ou le point de fusion, pour les polymères semi-cristallins, sans aucune pression externe, les contraintes résiduelles emmagasinées dans le lit de fibre se relâchent. Ceci donne lieu à une augmentation de l'épaisseur du composite ainsi qu'une augmentation de la porosité dans celui-ci [36]. La déconsolidation peut être accidentelle, mais est beaucoup plus communément utilisée comme une étape dans la mise en forme et imprégnation du composite. On y réfère alors sous le nom de cycle de *debulk*. Ce dernier terme est typiquement associé au relâchement de gaz emprisonné dans le renfort lors de la compaction initiale autant dans les composites à matrice thermodurcissable [37] que thermoplastique [38]. L'exploitation des cycles de déconsolidation a aussi vu une utilisation limitée dans la mise en forme par estampage [39, 40], en moulage par compression [41] et en pultrusion thermoplastique [3, 42].

2.2.1 Mécanismes de la déconsolidation

Différents mécanismes sont à l'oeuvre lors de la déconsolidation. La force motrice principale de la déconsolidation provient des contraintes résiduelles emmagasinées dans le renfort fibreux. Toutefois, celle-ci est amplifiée ou restreinte par des phénomènes connexes telles la nucléation de composants gazeux dissous et la viscosité du polymère.

Plusieurs chercheurs ont étudié l'impact de composant gazeux dissout dans la matrice sur l'amplitude de déconsolidation. Ceux-ci seraient emprisonnés dans le polymère par diffusion d'humidité durant le processus de mise en forme ou encore seraient des traces de solvant utilisé lors de la production du précurseur. Dans un polymère pur, l'apparition d'une phase gazeuse est décrite par la théorie de «nucléation classique » [43]. Roychowdhurry [44] a étu-

dié son application dans la formation de porosité dans un polymère pur en fusion. Il décrit la formation de porosité en 3 phases. Tout d'abord, l'apparition spontanée d'un noyau de gaz. Si celui-ci possède suffisamment d'énergie, il pourra croître au-delà d'un rayon critique. Autrement, il sera réabsorbé dans le polymère. Ainsi, la probabilité de nucléation augmente avec la température. Une fois que la taille de la porosité a dépassé un rayon critique, les composants dissous dans le polymère migrent par diffusion dans le polymère pour soutenir la croissance de la porosité. Lors d'études expérimentales, plusieurs auteurs ont analysé l'effet du contenu initial en composés dissous sur l'amplitude de déconsolidation. Donadei et al. [45] ont toutefois évalué que la présence de solvant n'avait que peu d'influence sur le processus de déconsolidation comparé au taux d'humidité. Slange et al. [46] ont, de leur côté, évalué que l'influence de l'absorption d'humidité est hautement affectée par la structure du laminé. Dans leur cas, des canaux longitudinaux laissés par le processus de déposition de ruban ont favorisé l'évacuation des composés gazeux et ont donc atténué leur effet lors de la déconsolidation. Brzeski [47] a démontré, à l'aide d'une approche énergétique, que le processus de déconsolidation est dominé par les contraintes dans la structure fibreuse. Groschel et al. [48] ont confirmé cette hypothèse en mesurant expérimentalement que le taux d'humidité du composite exerce une influence significative dans l'amplitude de déconsolidation, mais est toutefois supplanté par l'influence du v_f du laminé.

Finalement, Ye et al. [49], Lu et al. [50], ainsi que Wolfrath et al. [51] ont proposé des modèles mécanistiques basés sur l'équilibre des forces dans un VER expliquant le phénomène de déconsolidation utilisant des préformes tissées ou matelassées. Leur approche est basée sur la loi de conservation de la masse, un écoulement en milieux poreux sous la forme d'une loi de Darcy ainsi que la contrainte de compaction d'une structure de fibres tissées. Lors de la déconsolidation, [49] observent une déimprégnation de la structure poreuse afin de satisfaire la loi de conservation de masse. Ce phénomène est majoritairement responsable de l'amortissement de la déconsolidation. L'auteur réfère à la contrainte de décompaction de la fibre comme une «traction»étant responsable de la croissance de la porosité. L'ensemble des études publiées pointe vers les contraintes résiduelles dans la structure fibreuse comme responsable principal de la déconsolidation.

2.3 Pultrusion

La pultrusion est un procédé de fabrication continu de profilés à section constante en matériaux composites. Ce procédé de fabrication produit des profilés pouvant atteindre de très hauts v_f. Originalement développé au début des années 50s sous le terme *Glastrusion* par William Brandt Goldsworthy [52, 53], le procédé de pultrusion est aujourd'hui généralement

utilisé avec une combinaison de fibre de verre et matrice thermodurcissable. Il est très populaire dans le domaine de l'industrie civile et du transport, mais, à ce jour, peu utilisé en aviation. La pultrusion est un procédé des plus efficace, mais peu flexible : une fois démarré, il est peu coûteux de produire de grandes quantités de pièces. En revanche, lorsqu'une nouvelle section doit être introduite, de grands efforts de conception sont requis. Depuis le début des années 1980, un effort de recherche considérable a été fait afin de créer un processus de pultrusion fonctionnant avec des matrices thermoplastiques plutôt que thermodurcissables. Celles-ci possèdent des propriétés très intéressantes, notamment en résistance aux impacts, leur nature recyclable ou encore la possibilité de post-traitement (soudage, thermoformage, etc.).

La figure 2.3 illustre les principales composantes d'une ligne de pultrusion. La première étape d'une ligne de pultrusion est le débobinage du précurseur. Celui-ci s'effectue à l'aide d'un cantre qui supporte puis oriente les bobines et, dans certains cas, applique une tension sur les fils. Cette tension est importante afin de maintenir une orientation rigoureuse des fibres et éviter leur endommagement dans la filière [2]. Une tension trop élevée causerait toutefois un endommagement de celles-ci [54] ainsi qu'une réduction de leur perméabilité transverse [25]. Lors de la préchauffe, la cristallisation froide et la mémoire de forme du polymère créent une contraction de la matrice qui, si n'est pas contrôlée, perturbe l'orientation des fibres. Ce phénomène peut alors occasionner du dommage ou perturber le fonctionnement de la ligne de production. [2]

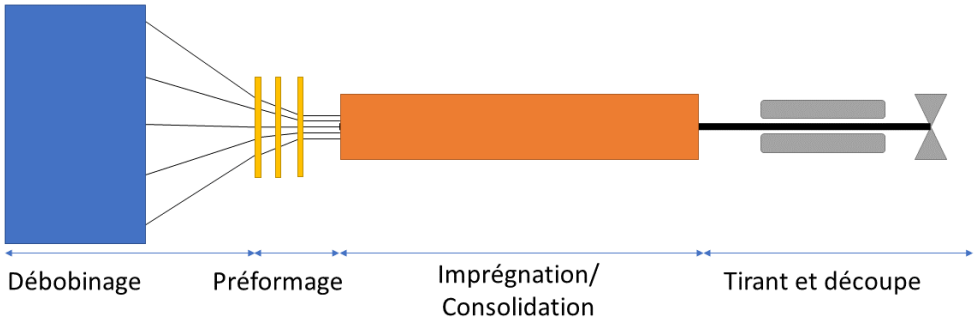


Figure 2.3 Format général d'une ligne de pultrusion thermoplastique

La deuxième étape, le préformage, a pour utilité de positionner les fils pour l'entrée dans la filière afin d'obtenir une disposition contrôlée. La complexité de la préforme et la nature du précurseur utilisé dicteront la complexité du système de préformage. Il sera parfois aussi responsable d'appliquer la tension sur les fils. Une fois les fibres bien alignées, elles peuvent entrer dans la phase d'imprégnation/consolidation. Ces étapes se retrouvent sous une seule

bannière, car leur forme varie selon la technologie utilisée. Celle-ci a pour fonction de chauffer, combiner, imprégner le renfort et sa matrice polymère et de le refroidir en deçà du T_g avant que celui-ci quitte le moule. Finalement, le tirant en fin de ligne est responsable de la vitesse d'avance des fibres. Celui-ci consiste généralement en un mécanisme à rouleau, à bande ou encore à clampes alternantes. Un outillage de découpe est souvent présent sur les lignes industrielles afin de découper les profilés en longueur prédéfinie à leur sortie du tirant.

2.3.1 Technologies et précurseurs utilisés

La pultrusion est une technologie de fabrication plutôt intensive en termes d'espace et de complexité. L'installation originale de l'équipement requiert un investissement de capital monétaire et temporel significatif. C'est pourquoi la grande majorité des équipements sont développés sur mesure pour les besoins de l'entreprise opérante [55].

En ce qui concerne la pultrusion thermoplastique, une panoplie de technologies de précurseurs et de filières est disponible selon le type de précurseur utilisé. La figure 2.4 illustre les trois technologies de filières les plus communes. La figure 2.4a illustre le cas de l'utilisation de précurseur réactif, aussi appelé polymérisation *in-situ*, où on utilisera le même type de technologie que la pultrusion thermodurcissable. Cela réduit grandement le risque technologique et les coûts d'implantation d'où sa grande popularité dans le marché actuel. Luisier et al. [56] ont défini la fenêtre de procédé pour la pultrusion *in-situ* de composite polyamide 12. Ils exposent que la vitesse de pultrusion est restreinte par le temps de résidence dans la filière où la polymérisation se produit. En allongeant la filière afin de permettre des vitesses plus élevées, les forces de friction augmentent proportionnellement, rendant impossible la pultrusion à des vitesses supérieures à 3 m/min. La pultrusion réactive possède donc fondamentalement des limitations identiques à l'utilisation de polymères thermodurcissables. Les précurseurs finis et semi-finis ne requièrent l'utilisation que d'un système de chauffage ainsi qu'un système de filière passif. La figure 2.4b illustre ce type de filière où une partie du polymère refoule vers l'entrée de la filière (en gris). Une filière passive implique une filière chaude sous la forme d'une cavité à géométrie typiquement conique suivie d'une section froide afin de réduire la température du polymère sous sa T_g. Finalement, l'utilisation de précurseurs bruts requerra une filière active illustrée à la figure 2.4c. Celle-ci se présente sous la forme d'une cavité fermée couplée à une extrudeuse à vis. Cette dernière fournit la pression afin d'imprégner la préforme. On y référera sous le nom de pultrusion à injection directe. Les filières passives seront typiquement précédées d'un module de préchauffage afin de réduire l'apport énergétique de la filière de mise en forme. Celui-ci prendra typiquement la forme d'une boîte à chauffage convectif, mais d'autres technologies ont aussi été investiguées comme le chauffage

par contact [2, 57] ou par micro-ondes [58].

La nature du polymère ou, plus spécifiquement, sa viscosité ainsi que la forme du pultrudat définiront le type de technologie économiquement viable. Par exemple, l'injection directe est limitée à une utilisation avec des polymères à relativement faible viscosité comme le polypropylène (PP) et sera typiquement limité à des formes simples à parois minces. De l'autre côté du spectre, le PEEK se prêtera mieux à une utilisation avec des précurseurs finis et certains précurseurs semi-finis en raison de sa viscosité très élevée. En ce qui a trait à la structure du pultrudat, les fibres unidirectionnelles sont typiquement préférées. Toutefois, une variété de préformes peut être utilisée comme les tresses [59] les tissus [60] ou encore même les mats et voiles.

Le tableau 2.1 liste différents polymères et le précurseur utilisé pour des études sur pultrusion thermoplastique rapportées dans la littérature. On y remarque que la méthode d'injection directe est utilisée principalement avec les polymères de commodité (PP, PA, polyéthylène (PE)). Ceci s'explique par la plus faible viscosité des matrices utilisées. La méthode de polymérisation *in-situ* est, quant à elle, restreinte aux PA et PMMA. Ceci s'explique par la chimie de réaction étant plus accessible pour ces polymères [12]. On constatera que les précurseurs préimprégnés ainsi que les technologies textiles (poudre, fibres mélangées et parallèles) sont plutôt polyvalents. La nature du polymère utilisé ou plus spécifiquement, sa viscosité, limite fortement le spectre de technologie viable. Par exemple, pour les polymères à haute viscosité comme le PEEK, l'injection directe ne fournira pas une solution viable économiquement en raison du temps et/ou de la pression requise. Typiquement, on optera pour l'utilisation de préimprégné ou de fibres mélangées.

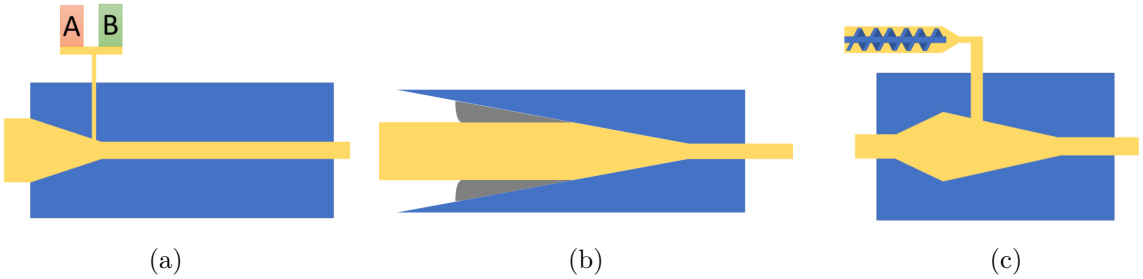


Figure 2.4 Illustration de différentes technologies de pultrusion thermoplastique telles (a) filière à polymérisation *in-situ*, (b) filière passive et (c) filière à injection directe couplée à une extrudeuse à vis.

Tableau 2.1 Liste de différents polymères utilisés en pultrusion ainsi que les technologies de précurseurs utilisés

Polymère	**Précurseur**	**Référence**
PA	Réactif	[56, 61, 61–67]
	Pré-imprégné	[13]
	Fibres mélangées	[3, 42, 59, 68–75]
	Poudre	[76]
	Injection Directe	[60]
PP	Pré-imprégné	[77–80]
	Fibre mélangées	[5, 57, 76, 81–85]
	Poudre	[84, 86]
	Injection Directe	[84, 87]
PEEK / PEKK	Pré-imprégné	[2, 13, 15, 88, 89]
	Fibre mélangées	[2, 85, 90]
	Poudre	[91]
PEI	Brut (Solvant)	[92]
	Fibre mélangées	[93]
PPS	Fibre mélangées	[94]
PLA	Fibre mélangées	[58, 95, 96]
PE	Fibres mélangées	[97, 98]
	Injection Directe	[99]
PMMA	Réactif	[100, 101]

2.3.2 Modélisation du procédé

De par sa simplicité, seuls quelques paramètres sont à contrôler dans un processus de pultrusion thermoplastique. La figure 2.5 illustre la relation entre les paramètres contrôlés de la pultrusion thermoplastique et leurs effets résultants. La température de chauffage et refroidissement, vitesse d'avance de la ligne, la géométrie de la filière, le type de précurseur et la quantité de matière entrante sont les seuls paramètres modifiables. Ceux-ci auront un effet sur la qualité du pultrudat produit notamment sur ses propriétés mécaniques, le taux de porosité et les contraintes internes résiduelles. De plus, il y aura un impact sur la force de tirant requise pour faire avance le pultrudat. En minimisant celle-ci, il est possible de réduire le coût de l'équipement utilisé. Toutefois, on cherche aussi à maximiser la vitesse d'avance du procédé pour augmenter le volume de production.

La modélisation de la pultrusion cherche ultimement à simuler trois caractéristiques du procédé, soient la force de traction, l'imprégnation du renfort et la température interne du pultrudat. La force de pultrusion requise dicte les dimensions des composantes de la ligne de production. Une géométrie de filière doit par la suite être adéquatement déterminée afin

de s'assurer la saturation complète du renfort pour maximiser les propriétés mécaniques. Finalement, la température interne du pultrudat doit être bien contrôlée afin d'atteindre la température de mise ne forme adéquate, mais d'éviter la dégradation du polymère ou encore la déconsolidation du pultrudat à la sortie de la filière.

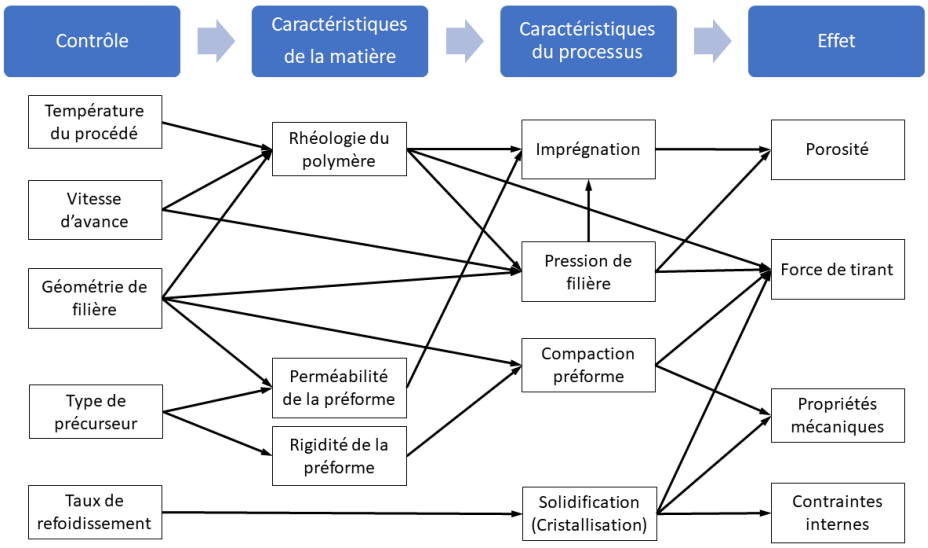


Figure 2.5 Illustration du couplage entre les paramètres de pultrusion et leur effet résultant

Modélisation thermique

Les premières études consacrées à la pultrusion thermoplastique utilisaient principalement des précurseurs préimprégnés. Ainsi, les premiers modèles proposés se concentraient uniquement sur l'aspect thermique du procédé. Astrom et al. [77] suivi de Lee et al. [14] ont proposé des modèles 1D afin de représenter le transfert thermique, la cristallisation du polymère au refroidissement ainsi que la consolidation du précurseur utilisé. Par la suite, des modèles 2D ont été proposés afin de représenter le gradient thermique dans la section [102, 103]. Ces modèles sont basés sur le transport de chaleur par le mouvement axial des fibres et assument des propriétés thermodynamiques homogénisées du composite. Haffner et al. [104] ont proposé un modèle par éléments finis : c'est-à-dire en représentant les fils de précurseurs séparément des zones riches en polymère de la filière. Volk et al. [98] ont utilisé le même modèle pour étudier la pultrusion de cylindre de grand diamètre.

Écoulement du polymère

La simulation de l'écoulement du polymère permet de calculer le degré d'imprégnation du renfort ainsi que la pression dans la filière. La majorité des modèles contemporains sont basés sur des lois de conservation de la masse ainsi que la loi de Darcy décrivant les écoulements en milieux poreux. De là, un VER est défini et les équations constitutives résolues selon les conditions frontières. Svensson et al. [105] reconnaissent, dans leur revue de 1998, l'importance de la microstructure du précurseur dans la simulation de procédés thermoplastique à base de fibres mélangées.

Les premiers modèles publiés concernaient des technologies de pultrusion utilisant des précurseurs préimprégnés. Ceux-ci modélisaient alors la consolidation du renfort, soit l'évacuation de porosité entre les fils de fibres. Ces modèles plutôt simplistes ne considèrent pas le mouvement du polymère dans les fibres. L'utilisation de précurseurs semi-finis et bruts a forcé le développement de modèles simulant leur imprégnation et la force de tirant générée. Ces modèles cherchent à représenter le mouvement du polymère à deux échelles de taille soient l'écoulement de polymère imprégnant les fibres et le mouvement du polymère dans la filière, entre les agglomérations. La modélisation passera, en premier, par la définition d'un VER du précurseur utilisé. Plusieurs approches sont utilisées pour coupler les deux échelles de perméabilité.

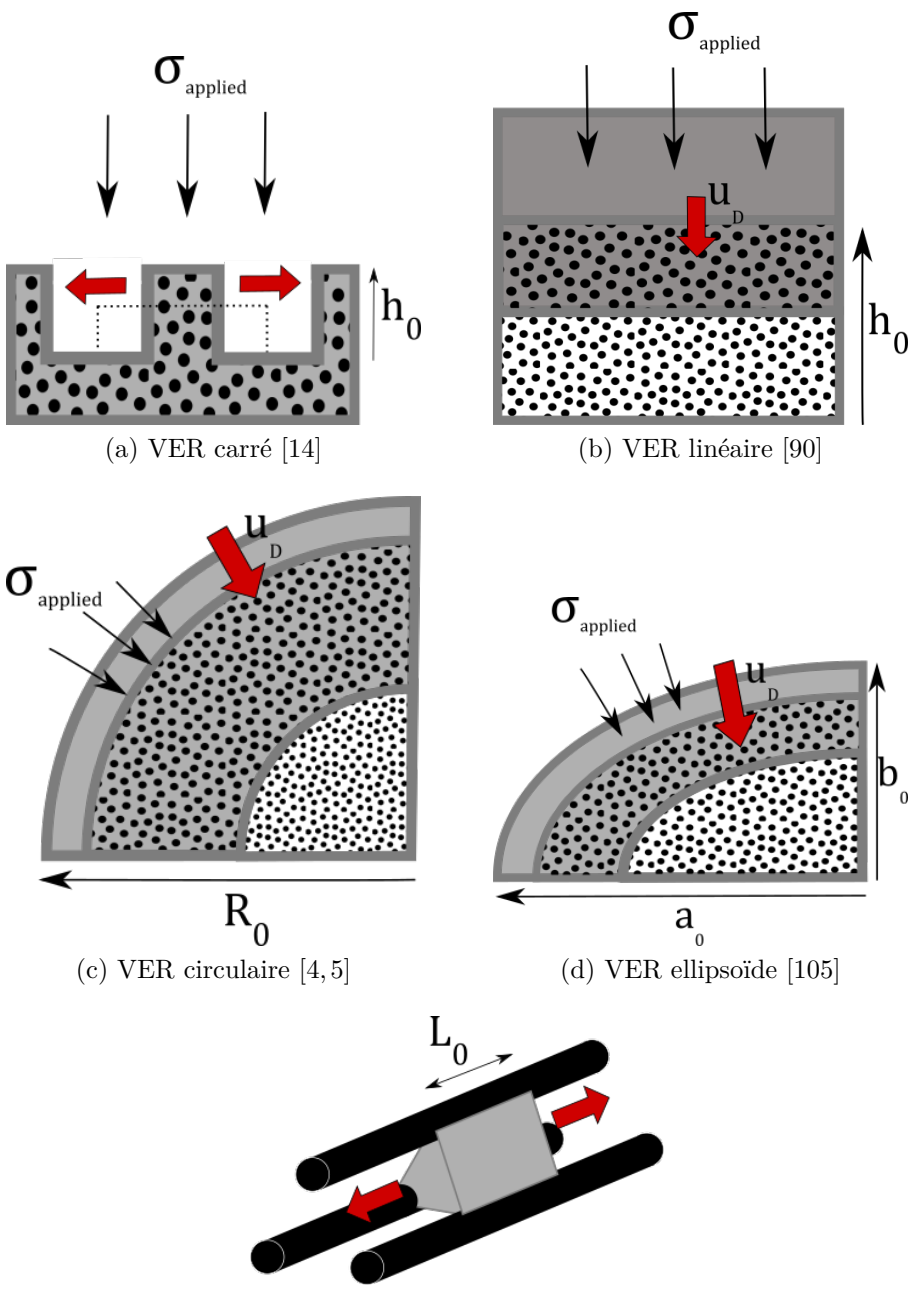
Kim [5] a utilisé une approche analytique en liant deux sous modèles représentant respectivement le refoulement du polymère entre les agglomérations et l'imprégnation de ces derniers. Haffner et al. [104] ont choisi de modéliser les agglomérats de fibres entourés de polymère en attribuant des propriétés de porosité et perméabilité. Babeau et al. [60] ont choisi d'utiliser une approche de modélisation par éléments finis similaire à Haffner et al. [104], mais pour représenter la pultrusion par injection directe d'un renfort tissé. L'écoulement du polymère dans le renfort tissé a été représenté à l'aide d'un terme puits dépendant de la pression dans le polymère adjacent. Ces deux dernières approches sont particulièrement adéquates pour des agglomérations fibreuses de grand diamètre ou encore pour des préformes tissées. Toutefois, afin de faciliter l'imprégnation, les agglomérations de petite taille sont préférables. Ceci rend impraticable la représentation, dans un même maillage, d'agglomération de faible taille dans une filière de taille moyenne.

La taille et géométrie d'agglomération possède une influence majeure sur la dynamique d'imprégnation. Plusieurs représentations géométriques ont été proposées pour les différents précurseurs disponibles sur le marché. Le tableau 2.6 liste les principaux précurseurs et le VER typiquement associé dans la littérature. Lee et al. [14] (2.6a) ont proposé un modèle de consolidation de précurseur préimprégnés où le phénomène principal est la conformation des rubans

préimprégnés. Une représentation linéaire (2.6b) est typiquement utilisée avec des précurseurs larges comme les semi-pregs [90] ou encore l'empilement de film [106]. Dans un tel cas, le front de polymère progresse linéairement des régions riches en polymère vers les régions de fibres sèches. Une unité circulaire (2.6c) est plus communément utilisée avec les fibres mélangées de même que l'unité ellipsoïde (2.6d) [105]. La pression hydrostatique du polymère induit une imprégnation radialement convergente dans l'agglomération de fibres. La dynamique d'imprégnation entre ces deux derniers étant très similaire, un facteur de transformation géométrique a été proposé et rend ainsi l'utilisation d'un VER ellipsoïde obsolète [107]. Finalement, Miller et al. [76] ont proposé un VER triangulaire (2.6e) pour représenter l'imprégnation de précurseurs à base de poudres. Une fois la particule de polymère en fusion, celle-ci adhère aux fibres adjacentes par capillarité. La compaction du renfort augmente le v_f et force ainsi le polymère à s'étendre entre les fibres.

Caractérisation du précurseur Une fois la représentation géométrique du précurseur sélectionné, il est nécessaire d'analyser la microstructure de celui-ci afin d'en déterminer les dimensions caractéristiques. Celle-ci est particulièrement importante pour les précurseurs semi-finis et bruts. La dimension caractéristique est représentative de la dimension de l'agglomérat de fibres à imprégner. Plus celui-ci est petit, plus rapidement se fera l'imprégnation complète. Dans le cas des précurseurs produits par technologies textiles telles que les fibres mélangées, la taille des agglomérats peut varier grandement. Le mélange produit est hétérogène et n'est pas forcément toujours stable dans le temps. Bernet et al. [4] ont proposé un modèle basé sur une VER circulaire accommodant une distribution multimodale de taille d'agglomérat. C'est-à-dire que leur modèle permet de simuler l'imprégnation d'un composite à base de fibre mélangée où il serait possible d'observer plusieurs échelles de taille d'agglomérat. Kravaev et al. [108] ont proposé une méthodologie d'analyse par image de la vue en coupe d'un fil de fibres mélangées. Ils ont observé plusieurs patrons de ségrégation d'agglomérats de fibres dans un même fil. Plusieurs index ont été proposés afin de quantifier la qualité du mélange dans un fil hybride. Toutefois, ces indexes ne sont pas forcément traduisible dans la mécanique d'imprégnation puisqu'ils décrivent généralement la symétrie et l'homogénéité du mélange. La simulation de la saturation du renfort fibreux nécessitera une connaissance plus approfondie du comportement mécanique des fibres et de la taille des agglomérats de fibres [109].

Représentation rhéologique Une simulation adéquate de l'écoulement du polymère requiert la modélisation rhéologique de la viscosité du polymère. La viscosité des polymères thermoplastiques est hautement sensible à la température en plus d'être sensible au taux de



(a) VER carré [14]

(b) VER linéaire [90]

(c) VER circulaire [4, 5]

(d) VER ellipsoïde [105]

(e) VER triangulaire [76]

Figure 2.6 Géométrie de différents VER utilisés pour la représentation de précurseurs thermoplastiques

cisaillement. Sala [103] a démontré que l'impact de la rhéofluidification sur la pression dans la filière est faible pour de basses vitesses d'avance (<0.125m/min), mais non négligeable à haute vitesse (>750 mm/min). Toutefois, l'évaluation du taux de cisaillement est contentieuse et très variable selon les modèles et conditions simulées. Haffner et al. [104] ont conclu

que la température a un effet dix fois supérieur au taux de cisaillement sur la viscosité du polymère. De plus, Sochi et al. [110] ont constaté, lors de leur revue de la littérature, qu'aucun modèle généralisé ne permet de représenter l'écoulement de fluide non newtonien dans un milieu poreux. Les auteurs concluent que les modèles proposés à ce jour sont hautement spécifiques et n'obtiennent que des résultats modestes. Plusieurs auteurs choisissent donc d'ignorer tout comportement rhéofluidifiant et se concentrer sur la variation de viscosité en fonction de la température. Cette dernière est communément représentée avec l'équation de William-Landel-Ferry tel que

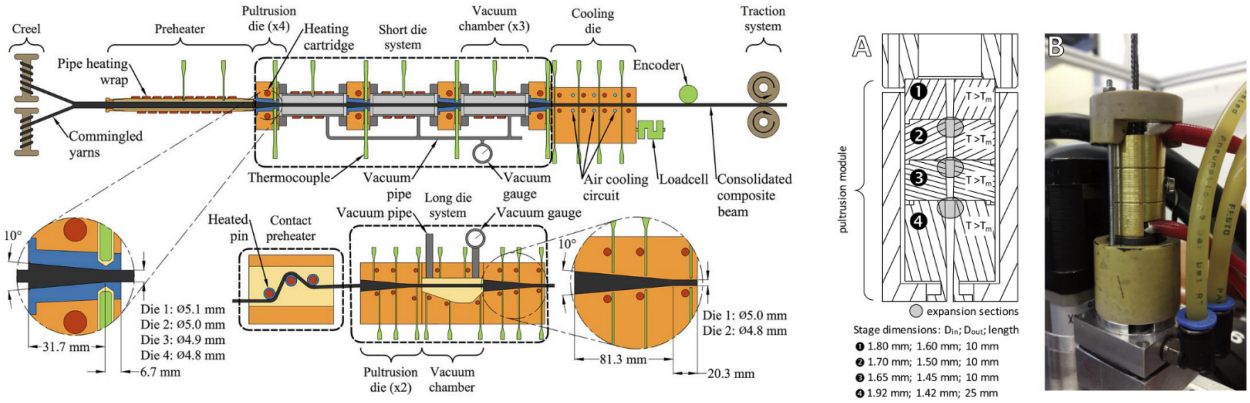
$$\eta(T) = \eta_0 10^{\frac{-C1(T-T_r)}{C2+T-T_r}} \tag{2.5}$$

où T est la température du polymère et η_0, T_r, C_1, C_2 des constantes d'ajustement. D'autres modèles ont été développés afin de représenter cette variation en fonction de la température tels ceux d'Arrhenius, Doolittle ou encore Vogel-Fulcher, mais ces derniers sont moins communs et remplissent sensiblement la même fonction [111].

2.3.3 Pultrusion multi-filières

Le labSFCA de Polytechnique a développé, dans les dernières années, une expertise sur la pultrusion thermoplastique multi-filière. Lapointe et al. [2] ont étudié deux systèmes multi-filière, illustrés à la figure 2.7a. Les équipements consistent en une série de deux ou quatre filières cylindriques progressivement plus petites pour terminer à un diamètre de 4.8 mm. Le système à quatre filières illustré possède, de plus, des chambres inter-filière chauffées. Oswald [95] a utilisé le système à 2 filières pour la pultrusion de lin et acide polylactique (PLA). Lapointe et al. [2] ont étudié les deux systèmes multi-filière pour la pultrusion de fibres de carbone mélangées à base de PA et PEEK. Les deux auteurs ont démontré que les systèmes conçus permettent la production de pultrudat possédant un excellent taux d'imprégnation. Eichenhofer et al. [3] ont aussi développé un système de pultrusion multi-filière pour une utilisation en fabrication additive illustré à la figure 2.7b. Les auteurs ont développé un micro-outillage de pultrusion multi-filière servant à l'impression 3D de fibre mélangées de carbone et polyamide-12. L'outillage consiste en une série de quatre filière cylindriques sans-espace se terminant à un diamètre de 1.8 mm. Les auteurs ont étudié l'effet de l'utilisation de multiples filière sur l'amplitude de déconsolidation des pultrudates produits. Ils ont observé une excellente imprégnation du pultrudat produit en plus d'un taux de déconsolidation réduit attribué à la compaction multiple dans les différentes filières. Aucun des auteurs ci-haut ne fournit d'explication quant à la mécanique justifiant l'utilisation de filières multiples.

Ils observent empiriquement la performance adéquate d'un tel système dans un contexte d'expériences ciblées et spécifiques.



(a) (b)

Figure 2.7 Illustrations du montage de pultrusion développé par (a) Lapointe et al. [2] et (b) Eichenhofer et al. [3]

CHAPITRE 3 ORGANISATION DE LA RECHERCHE ET OBJECTIFS DE RECHERCHE

3.1 Identification du problème

À la lumière de la revue de la revue de littérature ci-haut, plusieurs lacunes relatives au développement de la pultrusion multi-filière ont été mise en valeur. Les quelques publications à ce sujet ne constituent que des évidences expérimentales isolées du potentiel de cette technologie. Oswald et al. [95], Lapointe et al. [2] et Eichenhofer et al. [3] ont tous trois utilisé une seule configuration de filière lors de leur expérience. Ils n'offrent, outre une hypothèse, aucun matériel supportant l'utilisation de multiplie filière pour la pultrusion thermoplastique.

Eichenhofer et al. [3] ont observé un effet de l'utilisation de filières successives sur l'amplitude de déconsolidation du pultrudat produit. Les auteurs observent une réduction de l'amplitude à la déconsolidation avec le nombre de filières utilisées. Ils offrent une observation empirique du phénomène et associent ce dernier aux cycles de compaction répétés. Toutefois, les auteurs omettent d'examiner l'influence du degré d'imprégnation initial qui diffère du taux de porosité. De plus, ils utilisent un seul précurseur de fibres mélangées et une seule séquence de filières dans leur étude. Ainsi, plusieurs phénomènes non investigués peuvent grandement affecter ces résultats. La section 2.2 mentionne plusieurs modèles pouvant prédire et expliquer le phénomène de déconsolidation thermique. Toutefois, ces modèles sont typiquement basés sur la déconsolidation de renfort complètement imprégné. Il n'existe pas de consensus à savoir si l'effet de la déconsolidation de composite unidirectionnel partiellement imprégné est bénéfique ou nuisible à son imprégnation.

La section 2.3.2 mentionne une panoplie de modèles analytiques et numériques utilisés afin de simuler la température, la pression ou l'imprégnation du renfort dans une filière de pultrusion simple. Jusqu'à ce jour, aucune étude n'a proposé de modèle ou de preuves expérimentales illustrant la mécanique de pultrusion multi-filière. De plus, comme mentionné précédemment, seule une poignée de montages expérimentaux existent. Ainsi, une place existe afin de valider et optimiser cette technologie.

Finalement, dans le cadre du projet CRIAQ COMP-1633, une démonstration technologique de technologie de pultrusion thermoplastique pour fin d'application en intérieur de cabine d'aéronef est requise.

3.2 Objectifs de recherche

Objectif 1 : Caractériser l'effet de la déconsolidation thermoplastique sur la microstructure de fibres de carbone mélangées dans un procédé à compaction multiple Une exploration expérimentale des mécanismes de déconsolidation est effectuée et présentée au chapitre 4. Celle-ci s'effectue dans un contexte où il est nécessaire de justifier l'utilisation de la déconsolidation interfilière lors de la pultrusion multi-filière. Une série de précurseurs textiles à base de fibres unidirectionnelles de carbone est ainsi investiguée. L'investigation s'effectue au niveau de la mécanique de la déconsolidation et son effet sur la microstructure du composite afin d'expliquer comment, et sous quelles conditions, la compaction cyclique serait bénéfique dans la mise en forme ou la qualité du composite produit.

Objectif 2 : Proposer un modèle simulant le taux d'imprégnation et la force de tirant pour un procédé de pultrusion à filières multiple L'utilisation future de la pultrusion thermoplastique repose sur la compréhension de la mécanique et l'interaction des filières. Un modèle de pultrusion simulant l'utilisation de filières successives est proposé et présenté au chapitre 5. Celui-ci permet de simuler la force de tirant et le taux d'imprégnation pour de multiples séquences de filière. Ce modèle se concentre exclusivement sur la mécanique de mise en forme dans les filières.

Objectif 3 : Développer un système de pultrusion à filières multiple pour la production de pièces tubulaires destinées à une utilisation en intérieur de cabine d'aéronef Dans le cadre du projet CRIAQ COMP-1633, une ligne de pultrusion thermoplastique multi-filière à échelle industrielle est développée. À l'aide des partenaires industriels, celle-ci est définie, fabriquée et mise en route afin de produire une pièce de démonstration technologique. Cette pièce, un tube à paroi mince, est proposée afin de remplacer une pièce de siège actuellement en matériau métallique. L'outillage produit est la première instance de pultrusion multi-filières développée pour la production de pièce composite à géométrie tubulaire. Le dimensionnement de ce dernier requiert une modélisation thermique du procédé ainsi que l'élaboration de multiples systèmes de guidage, chauffage et refroidissement. L'ouvrage de modélisation, de mise en route et d'analyse des pièces produites est présenté au chapitre 6.

3.2.1 Cohérence des articles

Les deux premiers objectifs de cette thèse sont présentés sous forme d'articles soumis au journal *Composites Part A : Applied Science and Manufacturing*, journal ayant un fort facteur

d'impact et publiant, entre autre, des articles sur les avancées en technologie de fabrication de matériaux composites. L'article 1, couvrant la réalisation de l'objectif 1, est présenté au chapitre 4 tandis que l'article 2, couvrant l'objectif 2, est présenté au chapitre 5. Les articles, à ce jour, sont toujours en processus de révision par les paires. L'objectif 3 est, lui, couvert au chapitre 6 sous forme d'un chapitre régulier ne faisant pas l'objet de publication.

Le chapitre 4 explore la mécanique de déconsolidation et son exploitation dans un contexte de mise en forme par compaction multiple. Celui-ci établit la pertinence de l'utilisation d'un système à filière multiple. Des expériences de moulage par compression sont réalisées sur deux précurseurs à base de fibre de carbone et polyéthérimide (PEI). Un modèle mécanistique est proposé et validé à l'aide des données expérimentales recueillies. Cet article conclu sur la pertinence d'effectuer des cycles de déconsolidation lors de la mise en forme de composite thermoplastique à base de précurseur textile.

Le chapitre 5 propose un modèle permettant la simulation du degré d'imprégnation et de la force de tirant dans un système de pultrusion thermoplastique multi-filière. Ce dernier est validé expérimentalement à l'aide d'une ligne de pultrusion de laboratoire. Une série de séquences de filières est investiguée afin de définir les différents paramètres d'influence dans un contexte de filière multiple. Ces travaux ouvrent la voie au développement d'un outillage de pultrusion à échelle industrielle.

Finalement, le 6 rapporte les travaux de conception et développement effectués afin de démarrer une ligne de pultrusion à échelle industrielle. Les travaux antérieurs rapportés dans les chapitres 4 et 5 constituent la fondation sur laquelle repose le développement d'un tel outillage.

CHAPITRE 4 ARTICLE 1 : A COMPREHENSIVE MODEL OF THE DECONSOLIDATION BEHAVIOUR OF UNIDIRECTIONAL CARBON FIBRE REINFORCED THERMOPLASTIC COMPOSITES

Félix Lessard[1], Martine Dubé[2], Louis Laberge Lebel[1]

[1]Département de génie mécanique, Polytechnique Montréal
[2]Département de génie mécanique, École de technologie supérieure

Article soumis au journal *Composites Part A* le 5 Octobre 2021

Abstract

Deconsolidation of fibre reinforced thermoplastic composite occurs above the glass transition temperature of the polymer and has been associated with the relaxation of stresses in the fibrous reinforcement created during consolidation. This study proposes a deconsolidation model based on the composite's microstructure which is then used to predict its deconsolidation behaviour in cyclic compaction manufacturing. Two thermoplastic commingled yarn architectures are used to highlight the influence of their mechanical compaction behaviour. An analytical model based on the damped decompaction of dry fibres is proposed to explain the evolution of the microstructure and to predict the macroscopic behaviour observed. The deconsolidated micro architecture predicted correlates well with the observations from image analysis during deconsolidation. Moreover, the model accurately predicts the macroscopic behaviour observed during deconsolidation. This new model opens possibilities for simulating multi-stepped compaction processes. Experimental results hint that only the continuous fibre commingled yarn could benefit from cyclic compaction moulding.

4.1 Introduction

Various processing technologies have been developed to produce fibre reinforced thermoplastic composite (FRTC) parts. Several of these technologies employ some form of precursor material: a premixed blend of reinforcement fibres and polymer. The precursor is heated to its processing temperature and placed under pressure to force its conformity to a mould, consolidate the layers on one-another, and complete the impregnation of the reinforcing fibres. The type of precursor, and more specifically its microstructure, strongly affects the processing conditions required to achieve full consolidation. In the past three decades, several precursor

architectures and mixing technologies have been introduced to the market. The rationale is always to maximize the homogeneity and degree of mingling of the precursor at the lowest manufacturing cost. The degree of mixing of the precursor can be linked to an impregnation distance, which, along with the polymer viscosity, dictates the pressure-time application required to achieve complete consolidation [9]. For instance, pre-consolidated blanks which are completely impregnated will require less pressure-time than commingled fibres which are not impregnated [112] to reach a similar moulded part quality.

A recent study has shown promising results in using cyclic compaction to increase the fibre volume fraction (v_f) and lower the holding pressure during moulding [31]. The authors found, for non-crimp fabrics, an 80% reduction in holding pressure and a 5% increase in v_f after 50 compaction cycles. Cyclic compaction used before or during consolidation has been mainly targeted for liquid composite moulding technologies and implemented through vibration compaction [113], multi-stage preform stitching [114], and pre-compaction in continuous manufacturing technologies [115]. In FRTC certain manufacturing technologies such as stamp forming, a deconsolidation cycle is implied when pre-consolidated material is heated at processing temperature before pressure application. The use of additional deconsolidation cycles has seen limited success in thermoplastic stamp forming [39, 40] and compression moulding [41]. Cyclic compaction - called debulking or degassing cycles - are also quite common with bulk thermoplastic moulding compounds [38] for venting mechanically entrapped air. With thermosetting bulk moulding compound, its use also serves to vent out gaseous compounds emanating from the polymer [37]. In thermoplastic pultrusion, several authors showed promising use of repeated compaction by employing multiple sequential dies [3, 116]. Eichenhofer et al. [3] observed reduced deconsolidation amplitude after each pultrusion cycle. The authors proposed an empirical, thermal transient model to predict the composite sample deconsolidation. While the model was successful in matching the experimental condition, it was not linked to the microstructure-level mechanics of repeated forming cycles.

4.1.1 Impregnation of Commingled Yarn

Several authors [105] proposed models to simulate the impregnation dynamics of commingled yarns. The mingling process mixes polymer fibres and reinforcement fibres into a heterogeneous blend of rather small fibre agglomerations. In the mould, reinforcement fibres are found in bundles dispersed more or less regularly in a pool of molten polymer. Earlier models used a single uniform bundle size [107, 117] and were later adapted for multi-modal distribution of bundle sizes [4] where the population is represented by a weighted average of two or more bundle sizes. Upon pressure application, the bundles are assumed to not initially be in con-

tact. Therefore, the applied compaction force translates into hydrostatic pressure in the polymer melt. Figure 4.1 illustrates this situation, which is typical of models found in the literature. The hydrostatic pressure in the polymer forces a radially convergent flow into a fibre agglomeration. It also compacts the dry fibre bundle. As the polymer wets the fibres, it lubricates contacts and the fibres decompact slightly [5, 118] similar to decompaction phenomena seen in resin infusion processes [119].

The time required to achieve complete impregnation is strongly influenced by the distribution of sizes of these agglomerations [4, 118] as well as their compaction-permeability behaviour. Since the fibre agglomerations are compacted by the surrounding pressure, agglomerations that retain a higher permeability at higher pressures will allow for a quicker flow than a fibre bed which compresses down to a higher v_f and therefore a lower permeability.

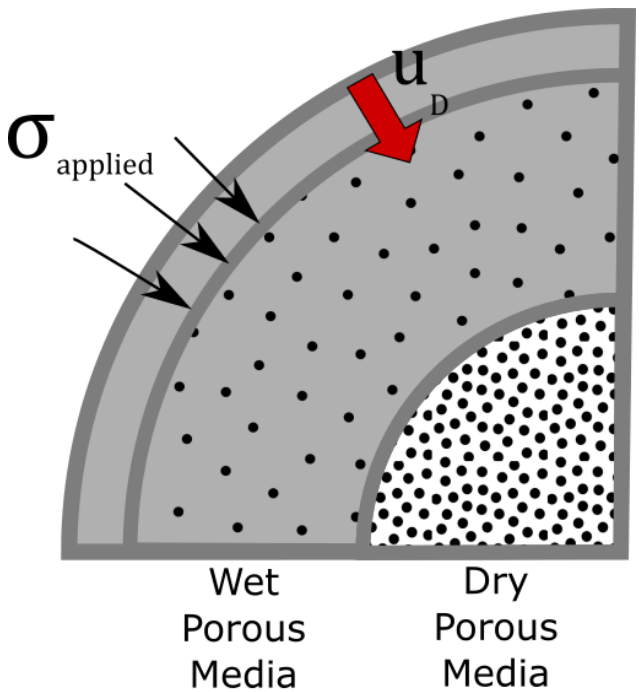


Figure 4.1 Impregnation of commingled yarn as proposed by Bernet et al. [4] where hydrostatic polymer forces a radially convergent flow into a fibre bundle. The bundle is seen compacted when dry and slightly decompacted when wetted as proposed by Kim et al. [5].

4.1.2 Deconsolidation Governing Mechanisms

Deconsolidation is empirically defined as an increase of the composite laminate thickness, an increase of void content, and a strong reduction of mechanical properties [36]. It is generally agreed that this phenomenon occurs mainly because of residual stresses in the

fibre preform, which is otherwise held by the polymer matrix. Some authors theorized that entrapped gaseous compounds could cause pressurized voids to form in the composite as well [4] causing further frozen-in stresses and discontinuity in the material. For deconsolidation to occur in FRTC, polymer chain mobility is required. Therefore, it only occurs above the glass transition temperature (T_g) for amorphous or melt temperature for semi-crystalline polymers [120]. Anywhere the temperature is high enough and no geometrical constraint prevents the composite from freely moving, deconsolidation is likely to occur.

The release of frozen-in stresses is akin to the nucleation of porosity in pure polymer melt. The work of Roychowdhurry [44] extensively describes the kinetics of porosity formation in pure amorphous polymer melt. The initial occurrence of porosity is attributed to the nucleation of porosity within the polymer. This phenomenon is explained using classical nucleation theory [43] which determines the probability of nucleation of a new phase. In this case, the nucleation of a gaseous phase within the polymer melt. The growth of this porosity is then influenced by the concentration and diffusivity in the polymer melt of dissolved solvent (water or other) as well as the surrounding pressure. Once enough porosity appears, macro phenomena of coalescence and migration due to buoyancy effects can be observed. With fibrous reinforcement, the dynamics of porosity growth and its movement are strongly inhibited. Brzeski and Mitschang [47] showed, with an energy-based approach, that the fibre network decompaction stress is almost an order of magnitude above any other volatile-induced porosity expansion. Yet, several authors [45, 46, 48] found dissolved gaseous compounds to be non-negligible in void formation especially in resin-rich regions of highly hygroscopic polymers, e.g., polyamides. This suggests the nature of the polymer matrix has a significant influence on the deconsolidation mechanics.

Several models have been proposed to understand, explain, and predict deconsolidation mechanics. Most of the analytical models supposed the existence of an initially small porosity. Ye et al. and Lu et al. [49, 50] proposed a void growth model based on the thermal expansion of pre-existing porosities, the coalescence of smaller voids, and the traction of the reinforcing fibre structure in woven fibre composites. Said traction is caused by the widening of inter-fibre distance as the preform decompacts and is represented in Ye et al. [121] and Wolfrath et al. [51, 122] later models. The authors proposed analytical models based on coupled Darcy's law and continuum equations. The general reinforcement fibres decompaction forces a "de-impregnation" to satisfy mass conservation equation, which damps the deconsolidation response. The authors refer to this phenomenon as the "traction" of the reinforcement on the initial porosity and is found mostly responsible for its growth.

Slange [46] showed that there exists a strong contribution of the manufacturing process and

initial precursor on residual strain and stress, which affects the deconsolidation. They noted a significant difference in deconsolidation amplitude and deconsolidated void content between plates made by automated fibre placement and hot-press for the same pre-impregnated precursor. The former exhibited a higher deconsolidation amplitude than the latter. Furthermore, the authors observed that the main influencing parameter was different for the two groups evaluated: press consolidated samples were more susceptible to moisture content than samples manufactured by automated fibre placement. The author concluded that press consolidation was able to alleviate residual stresses in the initial pre-impregnated precursor while the automated fibre placement left internal void channels through which gaseous compounds could be evacuated hence altering the deconsolidation mechanics. Donadei et al. [45] were able to alleviate internal stresses by performing an annealing cycle at atmospheric pressure on composite laminates by holding them between T_g and melt temperature for up to 20 h. This resulted in a significant reduction of the void content after deconsolidation. The fibrous structure being the main driving force of deconsolidation, these results suggest annealing reduces residual stresses between the polymer matrix and fibrous preform left by the initial moulding process. Eichenhofer [3] observed, in the context of a thermoplastic pultrusion technology, that reprocessing changed both the rate and the equilibrium amplitude of deconsolidation. The authors attribute the change to a "softening" of the fibrous reinforcement with each reprocessing coherent with the cyclic compaction behaviour observations of Kabachi et al. [31].

4.1.3 Fibrous Structure Mechanical Properties

Dry fibrous materials, during transverse compaction, do not follow linear elastic properties. The work of Gutowski [123] or Robitaille and Gauvin [26] have often been used to describe their compaction behaviour. The applied pressure increases exponentially with the v_f. The compaction behaviour also differs from the decompaction behaviour because of internal friction [29, 124]. For the same reason, the dry and lubricated fibres also differ in behaviour. Friction and slipping between the fibres are also responsible for a certain plasticity of the fibre bed. The use of repeated compaction cycles was shown to modify the compaction and decompaction behaviour. Kabachi et al. analyzed the use of this technique to increase the fibre volume fraction of woven and non-crimp fabric structures [31]. Each compaction cycle increases the maximum v_f at a given pressure, with each cycle increasing less than the previous. Sandberg et al. [32] studied the effect of yarn texture on their compaction behaviour and permeability. They concluded that textured yarns possess higher transverse compaction modulus compared to conventional yarns. The added waviness of the yarn induces greater fibre-on-fibre contact, which increases the bulkiness and compression rigidity. The added

bulkiness also increases the transverse permeability of the fibre bed. Overall, it highlights the influence of the fibre texture on the compaction-permeability behaviour of the fibre bed.

In light of the above literature review, the focus of existing work is on the deconsolidation behaviour of fully consolidated FRTC during transient or isothermal conditions. In the context of cyclic compaction, deconsolidation would happen before the fibrous structure is fully impregnated. Cyclic compaction of FRTC has shown some potential in recently published work but no impregnation model exists to explain its mechanisms. The first step towards this goal is to understand and predict the evolution of the microstructure during the deconsolidation phase. In this study, we propose an analytical, microstructure level model to predict the deconsolidation amplitude and the evolution of local v_f when largely dominated by the decompaction of unimpregnated fibres. Two commingled fibre yarns of different architectures are used to highlight the contribution of the fibre bed compaction behaviour. First, commingled yarn materials are evaluated for quasi-static compaction as well as their visco-elastic decompaction. Then, experimental multi-cyclic compaction in compression moulding provides photographic and numerical evidence of the model validity.

4.2 Model Structure

During the impregnation of thermoplastic commingled yarns, the force applied on the fibrous preforms translates into hydrostatic pressure in the polymer [4]. This forces a flow of polymer from a high-pressure zone towards a low-pressure, dry fibre region. This problem can be mathematically represented as unsaturated, radially converging flow through porous media. If the consolidation pressure is released before complete impregnation of the fibre agglomeration, the flow of polymer stops. Figure 4.2 illustrates this situation. The structure left is composed of a porous, fibre-rich core ($v_{f,dry}$) surrounded by a shell of less densely compacted, impregnated fibres ($v_{f,wet}$) itself suspended in a polymer media. A residual hydrostatic pressure σ_{ext} may or may not be present outside of the REV. The compacted dry fibres core of initial radius R_i relaxes when the external pressure is released. It expresses an internal stress σ_{int} which is restrained by the viscous outer polymer shell. The time dependant dimension of the core is labeled r. The deconsolidation of this REV can then be modelled as the stress equilibrium between the dry fibre zone and its viscous surrounding.

4.2.1 Radial Expansion of Void in Viscous Media

The problem of radial expansion of void in viscous media has already been studied by Roychowdhurry et al. [44, 125]. The author studied nucleation and growth of volatile-based

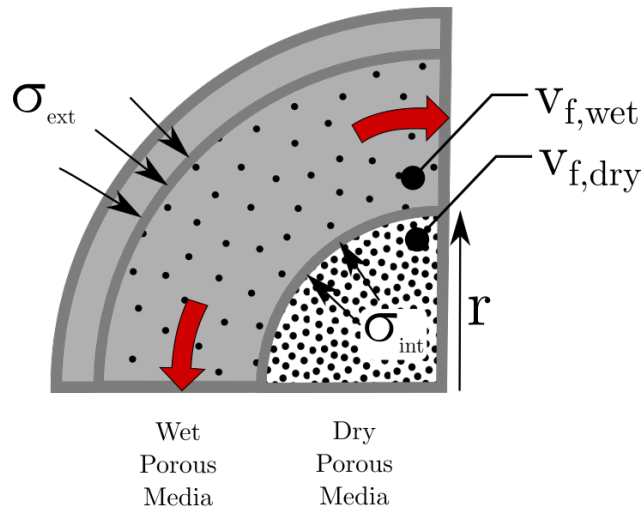


Figure 4.2 Structure of the REV during the deconsolidation phase where the dry fibre core is surrounded by a wetted fibre shell. The equilibrium between the decompaction of the core and viscous shearing of the polymer shell dictates the response of the REV.

porosities in amorphous polymer melt, specifically PEI. Equation 4.1 corresponds to the force equilibrium for a gaseous porosity of radius R expanding in a Newtonian viscous media. The expansion of a porosity in viscous fluid has been established by Roychowdhury [44] as

$$0 = \sigma_{int} - \sigma_{ext} - \frac{4\mu\dot{r}}{r} \tag{4.1}$$

where σ_{int} and σ_{ext} correspond respectively to the internal and external pressure occurring around the porosity, σ the surface tension around the dry region, μ the viscosity of the polymer reinforced shell, and ρ the density of the polymer shell. The original context of the equation being the expansion of a gaseous porosity in a homogeneous polymer melt pool, equation 4.1 needs to be adapted to represent the expansion of the dry fibre bundle. During deconsolidation, the internal pressure corresponds to the fibre bed decompaction stress while the external pressure term is used to model externally applied forces if any. $\frac{2\sigma}{R}$ corresponds to the surface tension of the polymer around the porosity, and $\frac{4\mu\dot{R}}{R}$ the viscous damping. The last term multiplied by ρ represents inertial effects. For a highly viscous material, these inertial effects can be neglected since the process is slow and the damping term ($\frac{4\mu\dot{R}}{R}$) is high relative to the inertia of the porous zone.

4.2.2 Viscous behaviour of fibre reinforced polymer

The viscosity of unidirectional fibre reinforced molten polymer is considered transversely isotropic and thus dependant on the shearing direction. The circumferential expansion of a shell in the present study is attributed to purely in-plane shear. A model for the viscosity of said arrangement has been proposed with an empirical formulation expressed in equation 4.2 [126] as

$$\mu = \left(\frac{1 + \alpha(v_f/v_a)}{\sqrt{(1 - \beta(v_f/v_a))(1 - (v_f/v_a))}} \right)^3 \eta; \quad \begin{array}{c} \alpha = -0.1930; \\ \beta = 0.5952; \end{array} \tag{4.2}$$

where η_{23} is the predicted viscosity, η the viscosity of the base polymer, v_a is the maximal fibre volume fraction, and α and β are empirical constants. Since this study focuses on isothermal conditions only, the thermal dependency of the polymer viscosity was not modelled.

4.2.3 Fibre bed compaction and decompaction model

Fibre bed mechanical behaviour has been known to be viscoelastic [26, 127, 128]. In order to model the compaction stress as a function of the decompaction state, a simplified viscoelastic model based on Kelvin-Voigt's equation is used as

$$\sigma(t) = E\epsilon(t) + \eta_f \frac{d\epsilon(t)}{dt} \tag{4.3}$$

where $E\epsilon(t)$ corresponds to the purely elastic stress and, $\eta_f \frac{d\epsilon(t)}{dt}$, the purely viscous stress, and σ the global stress. Materials represented with this model are usually linearly elastic with a constant elastic modulus E. However, as described in the literature, fibre beds present a non-linear elastic response. To represent the compaction behaviour of fibre bed, Robitaille and Gauvin's model [26] is used such that

$$\sigma = C\left(v_f - v_{f,0}\right)^m \tag{4.4}$$

where C corresponds to the elasticity constant, v_f is the fibre volume fraction, $v_{f,0}$ is the fibre volume fraction when no force is applied, and m the power-law index.

Combining equation 4.3 and 4.4, the Kelvin-Voigt model can be reformulated as

$$\sigma(t) = C(v_f - v_{f,0})^m + \eta_f \frac{dv_f}{dt} \tag{4.5}$$

where η_f will be referred to as the viscosity of the fibre bed.

Finally, the conservation of fibre content is expressed as

$$v_{f,i}R_i^2 = v_f r^2 \tag{4.6}$$

Then, by combining equations 4.1 and 4.5, it is possible to obtain the expansion rate of the porosity as

$$\dot{r} = \frac{C(v_{f,i}r_i^2/r^2 - v_{f,0})^m - \sigma_{ext}}{\eta_f \dfrac{2v_{f,i}r_i^2}{r^3} - \dfrac{4\mu}{r}} \tag{4.7}$$

The decompaction behaviour is dependent on the initial fibre volume fraction $v_{f,i}$ and the initial porosity radius r_i. The temporal solution for the expansion of a single porosity is then found by numerically integrating equation 4.7 over time using a 4th order Runge-Kutta method with a step of 10^{-7} m. Complete step-by-step development leading to equation 4.7 is available in the supplementary material.

4.2.4 General Behaviour

In order to predict the macroscopic behaviour, the relationship between the micro and the macro scale levels is required. The total volume expansion is defined as being only dependent on the expansion of porous zone. These assumptions hold true if a small external force is applied which inhibits the formation of larger voids, attributed to the nucleation of porosities from dissolved gaseous compounds (water, solvent, etc.). Pressurizing the polymer melt pool reduces the rate of nucleation and increases the critical radius below which gaseous porosities collapse as described by the classical nucleation theory [129]. Figure 4.3 illustrates the cross-sectional distribution of fibre agglomerations considered.

The time-dependent increase of the cross-sectional area of the sample can then be formulated as

$$A(t) = \sum \pi N_n r_n^2(t) + A_0 \left(1 - \frac{X_v}{1 - v_{f,dry}}\right) \tag{4.8}$$

where X_v is the pre-deconsolidation void content, $v_{f,dry}$ the v_f of dry regions, A_0 is the pre deconsolidation cross-sectional area and $A(t)$ the time-dependent expression. A multi-mode approach is used to model the unimpregnated areas' distribution. Because of the nature of the yarn commingling process, the porosity distribution is rarely uni-modal in size. N_n is the

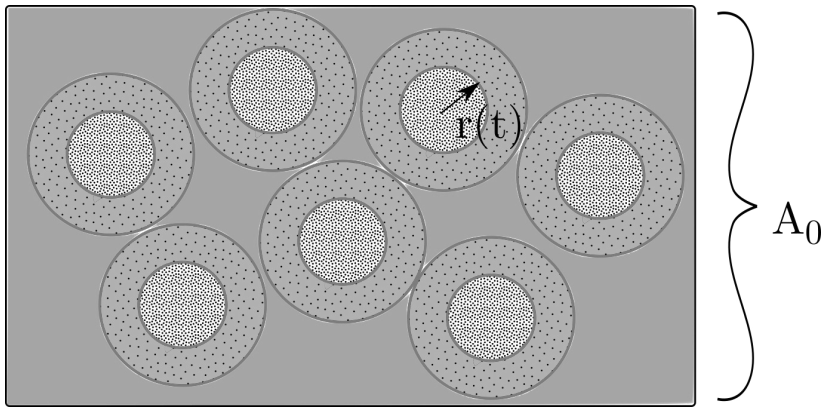


Figure 4.3 Distribution of N_n fibre agglomeration in a sample of A_0 cross-sectional area representing the combined polymer and fibre area without void.

number of occurrences of the unimpregnated area of initial radius r_n. In equation 4.8, $\frac{X_v}{v_{f,dry}}$ represents the dry area fraction. Impregnated areas are assumed to be constant in volume and only unimpregnated areas expand. As previously implied, this modelling approach neglects any polymer flow or void nucleation and growth in the REV. The first is deemed negligible while the latter is inhibited by the application of a small pressure during deconsolidation [47].

4.3 Experimental Validation

4.3.1 Material

Commingled carbon fibre and PEI (Ultem, Sabic) [130] yarns were used in this study. In order to highlight the contribution of the compaction behaviour of the yarn to the deconsolidation process, two different, commercially available materials were used. The first is a continuous carbon fibre commingled yarn (CCY) (*Concordia Fibers*) and the second is a spun, stretched broken carbon fibre commingled yarn (SCY) (TPFL, *Schappe-Technique*). The total yarn size and carbon fibre to polymer ratio ($\bar{v_f}$) are listed in table 4.1.

Table 4.1 Commingled Yarn Material Properties

Type	**Carbon Fibre**	**Size (tex)**	$\bar{v_f}$
CCY	Hexcel AS4-3k	333	52%
SCY	Teijin STS40	312.5	52%

4.3.2 Fibre Bed Mechanical Characterization

As described in equation 4.7, the material transient decompaction behaviour is the main driving factor during deconsolidation. Equation 4.5 is used to represent this behaviour. Table 4.2 summarizes the testing methodologies and the temperature at which the test was carried in order to measure the different material properties needed to solve equation 4.5. First, the quasi-static properties from equation 4.4, more precisely the relaxed v_f ($v_{f,0}$), compaction modulus (C), and power-law index (m) are fitted to experimental data from a yarn sample and from compression moulded samples respectively. The exact methodology is further described in section 4.3.2 below. Then, the viscosity of the fibre bed η_f is fitted to experimental data obtained from the observed relaxation behaviour of the dry fibre bed to solve equation 4.5 as described in section 4.3.2.

Table 4.2 Characterization methodology of the various material properties used in the modelling

Regime	**Material Property**		**Method**	**Temp.** [°C]	**Eq.**
Quasi-Static	$v_{f,0}$	Relaxed v_f	Yarn Micrography	350	[4.4]
	C	Compaction modulus	Compression Moulding	390	
	m	Power law index			
Transient	η_f	Fibre bed viscosity	Compression Relaxation	22	[4.5]

Quasi-static Compaction Behaviour

Characterization of fibre bed properties was carried out in two phases: First, the quasi-static v_f was measured at different stress levels. The relaxed v_f ($v_{f,0}$) of each material was measured for a dry, unconsolidated preform consisting of yarns wrapped around a support frame, then placed in an oven at 350 °C for 15 min and then taken out to cool at ambient temperature before being encapsulated for microscopic observation. Next, quasi-static compaction response was measured by performing a series of consolidation cycles at 390 °C and various pressures (1, 2, and 4 MPa) using a multi-cycle moulding procedure described hereafter. A small, open mould, illustrated in figure 4.4a, was designed in order to produce samples of rectangular cross-section. This mould consists of a 3 mm by 15 mm open-ended cavity. Yarns were wrapped with a small tension ($\sim$ 3 N) around a support frame and inserted in the mould. The mould is located in a dynamic mechanical analyzer (DMA) apparatus (DMA 450+, MetraVib) equipped with a heated chamber, force and position recording, and a maximum capacity rating of 450 N.

To observe their microstructure, samples were encapsulated using a slow-curing epoxy (EpoFix, Struers). The unidirectional architecture of the fibre in the samples minimises the error between volumetric content and the plane measurements done through micrography. All samples were prepared using traditional grinding and polishing techniques on an automated polishing machine (Tegramin 25, Struers) and observed on an optical light microscope (VHX-7000, Keyence). Using thresholding-based segmentation algorithms in an image processing software (ImageJ), wetted and dry v_f, void distribution, and un-impregnated areas were measured. Then, fibre volume content in the dry regions of the moulded samples could be plotted against their moulding pressure to fit equation 4.4 to the resulting data points. The compaction modulus, C, and the power-law index, m, are obtained from this fit while the relaxed v_f, $v_{f,0}$ is directly taken as measured from the yarn sample. The equilibrium state of a fibre bed can be affected by its compaction history [31]. Therefore, said yarn samples were subjected to the same compaction cycles at room temperature in order to have the same history as moulded fibres.

Transient Decompaction Behaviour

Next, the visco-elastic decompaction response of dry, unconsolidated fibres was studied to fit the fibre bed viscosity (η_f), as described in equation 4.5, to the observed fibre bed behaviour. The same dynamic mechanical analyzer system was used with flat, circular plates of 40 mm in diameter. Fibres were wound onto a support frame to a width of approximately 50 mm and placed between the platens. Pressure (σ_0) was applied for 60 s and then, in the same manner, released. The ramp-up time of pressure application was quasi-instantaneous (0.2 s). Testing was carried at ambient conditions (22 °C). The relaxation period lasted 60 s and a total of 10 compaction/decompaction cycles were performed consecutively. Then, equation 4.3 was fitted to the obtained data using the quasi-static material properties previously measured. From this fit, the fibre bed viscosity η_f was obtained. For the SCY sample, the wrapping polymer filament had to be removed to create a representative texture of the dry fibres. The polymer filaments mingled with the carbon fibres could not be safely removed without irreversibly modifying the fibre bed texture. Therefore, the relaxation behaviour observed experimentally should be regarded not as an exact measurement, but rather an approximation of the viscoelastic behaviour of the carbon fibre bed.

4.3.3 Compression Moulding and Deconsolidation Behaviour

The deconsolidation behaviour was observed using a multi-cycle compaction routine in the previously described small mould and DMA apparatus. Figure 4.4b illustrates the force and

displacement response recorded during a cyclic consolidation cycle. First, the chamber was heated up to the desired processing temperature (390 °C, 10 °C min^{-1}) and held stable for 15min to allow for internal temperature stabilization. Then, pressure was applied and held for the prescribed time. After the prescribed amount of time, cooling began, and pressure was held until the chamber temperature reached 60°C below the material T_g. For cyclic consolidation cycles, every 120 s, the applied force was reduced to 1 N (20 kPa) for 60 s. The total consolidation time was constant at 1200 s (20 min). Displacement measurements were compensated for the mould and equipment compliance in post-processing of the data.

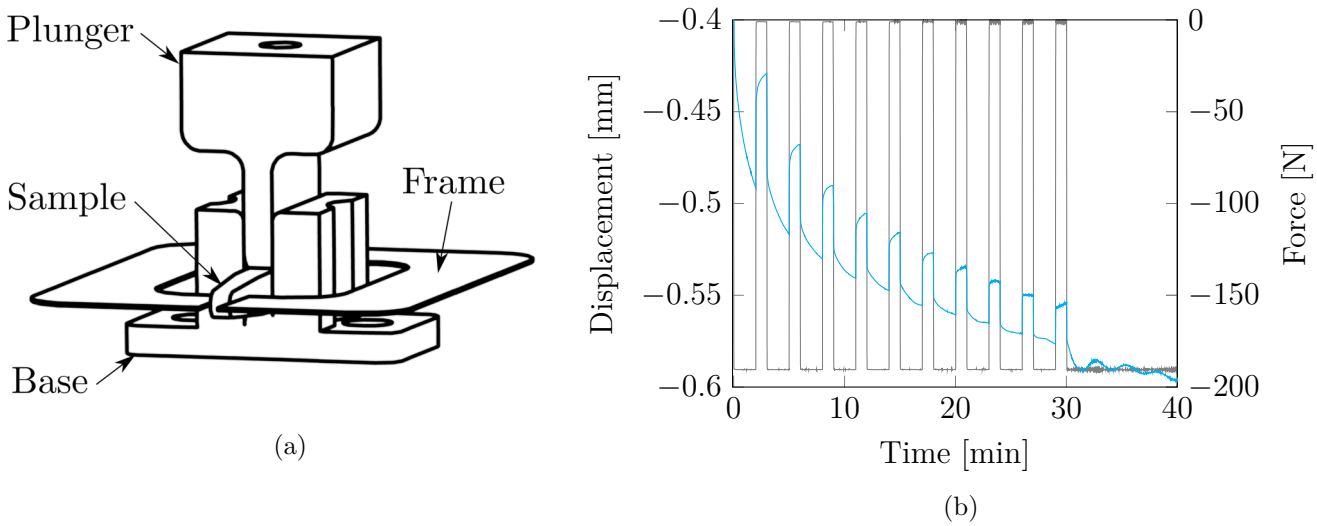


Figure 4.4 (a) Illustration of the micro-mould, fibre support frame, and fibre sample; (b) Typical force (gray) and displacement (blue) behaviour recorded during a cyclic consolidation cycle.

Analysis of the microstructure of produced samples was conducted by the optical micrography as previously described. 4 stages of the microstructure were observed: dry (compacted but not heated above T_g), as moulded, after in-mould deconsolidation, and after free-deconsolidation. The free deconsolidation cycle consisted of placing a sample in an oven at 400 °C for 15 min in order to reach the fully relaxed equilibrium state. In order to observe microstructure before and after the free deconsolidation cycle, moulded samples were cut into two halves. One was kept intact while the other was freely deconsolidated.

An image-based analysis algorithm was used to determine the fraction of each constituents in the observed microstructure of the various samples. Figure 4.5 illustrates the measured constituent by the algorithm. Total v_f (4.5b) and porosity (4.5c) are obtained by simple thresholding. The porous area fraction, X_{dry}, (4.5d) is obtained by applying a Gaussian filter to the porosity mask (4.5c) followed by a combination of thresholding and binary

manipulations. The dry and wet v_f, figures 4.5e and 4.5f respectively, are obtained by measuring the v_f within and outside of the porous area mask obtained in 4.5d.

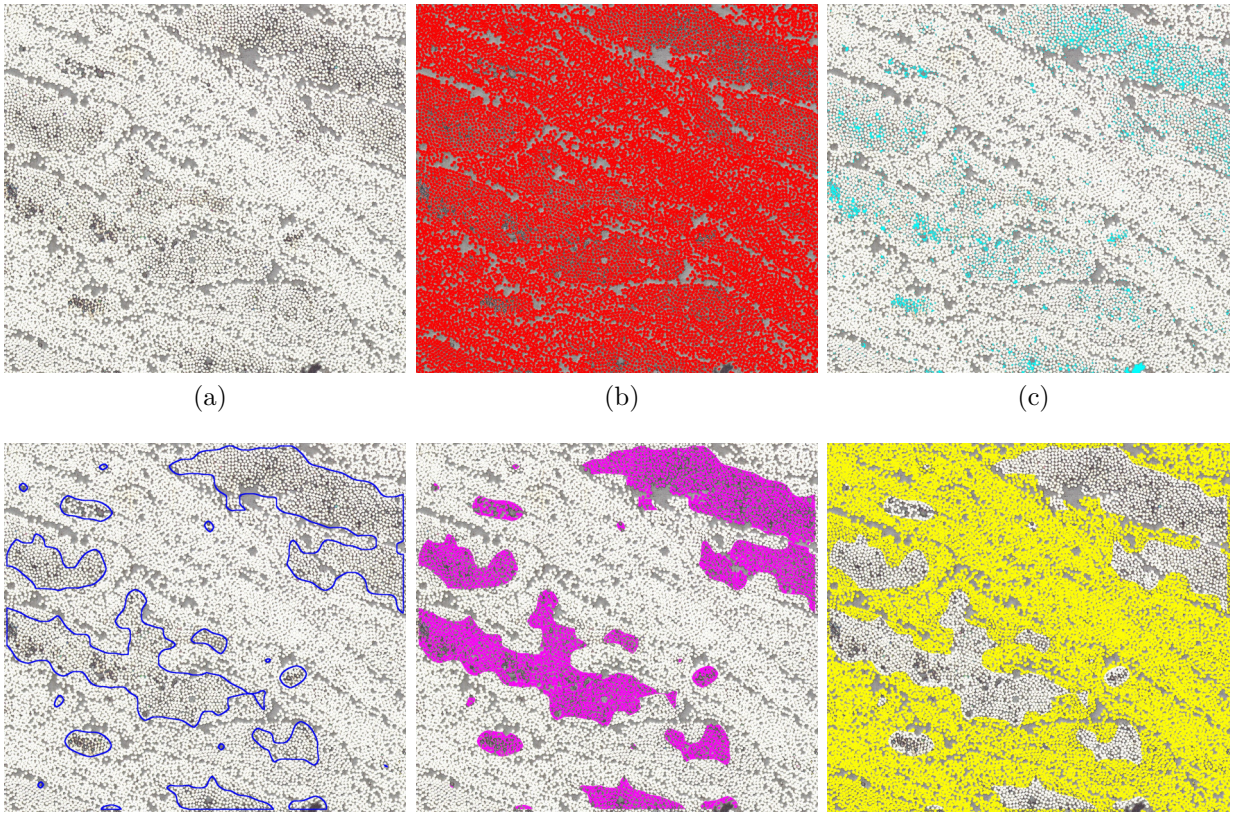


Figure 4.5 Illustration of the output of the image-based segmentation algorithm computing the fractions of the constituent such as (b) the fibre volume fraction, (c) the porous fraction, (d) the porous area fraction, (e) the v_f of dry areas, and (f) the v_f of wetted areas.

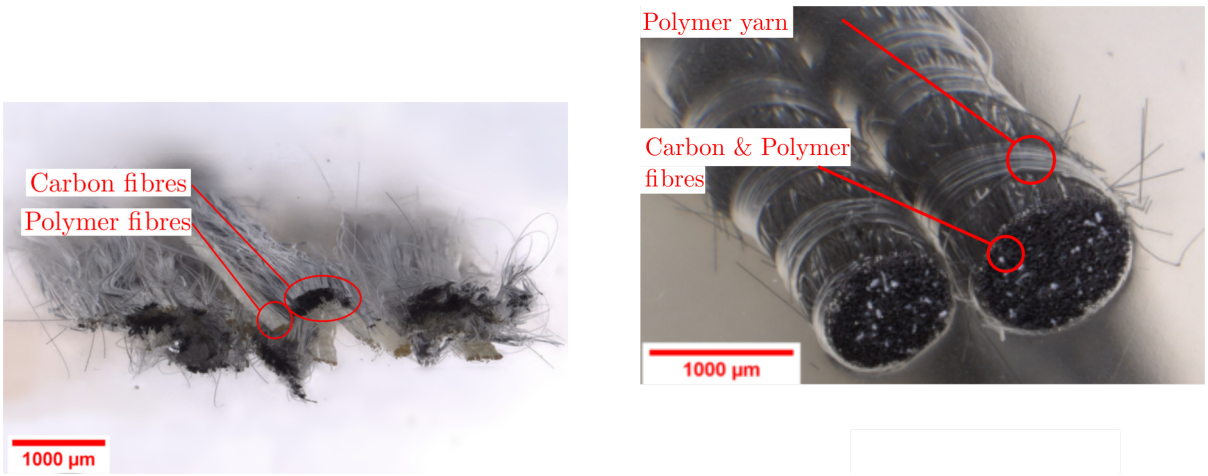
4.4 Results and Discussion

4.4.1 Fibre Bed Mechanical Properties

Initial Yarn Structure

Microscope images of the initial yarn structures are presented in figure 4.6a and 4.6b. The CCY on the left is shown to be rather flat. The distribution of carbon and polymer fibres is seen to be clumpy and uneven across the yarn: bundles of polymer fibres are seen to be smaller than carbon fibres bundles. On the right side, figure (b) illustrates two yarns of the SCY. It appears as a round or ellipsoid shape surrounded by an over-wrapping polymer

yarn. The distribution of polymer and carbon fibres in the yarn is very good: only very small agglomerates of polymer fibres are distinguishable. While there exist quantitative attributes to describe the quality of the mingling of particulates, only a visual analysis was performed in this study to highlight the contribution of the initial precursor on the deconsolidation behaviour.



(a) (b)

Figure 4.6 Structure of (a) CCY (*Concordia Fibers*) and (b) SCY (TPFL, *Schappe-Technique*) commingled carbon fibre and PEI yarn

Quasi-Static Compaction

The quasi-static compaction response was evaluated at 3 different compaction pressures: 1, 2, and 4 MPa for both materials. All samples were moulded at 390 °C except for the sample used to measure the relaxed state ($v_{f,0}$). The resulting v_f in function of moulding pressure of both materials is illustrated in figure 4.7. Since the fibres slightly decompact once wetted, the v_f presented were measured only within the dry areas of the moulded samples. For each data point displayed, error bars correspond to one standard deviation. Each point represents the average v_f of 3 moulded samples. The amplitude of the standard deviations measured is explained by local v_f variations within the samples rather than a lack of repeatability at each moulding pressure. While the standard deviation of each tested pressure is rather large (5%), a clear trend is observable. The relaxed state of the CCY sample exhibits a higher v_f than for the SCY at 56% at 45% respectively. This can be attributed to the nature of spun where the individual filaments are mingled and twisted together to create the friction required to hold the yarn integrity but at the detriment of the yarn density [131]. Since the material was exposed to high temperature before the observation, the polymer thread

wrapping (see figure 4.6b) was melted and therefore did not affect the measurement. The general compaction behaviour plotted (solid lines) convey that the CCY material exhibits a sharper increase in v_f than the SCY material. However, the large variation of v_f with the CCY sample implies an increased variability in the underlying fibre compaction behaviour, thus reducing its predictability. The compaction behaviour models were numerically fitted to the data and the resulting best-fit parameters are listed in table 4.3 below.

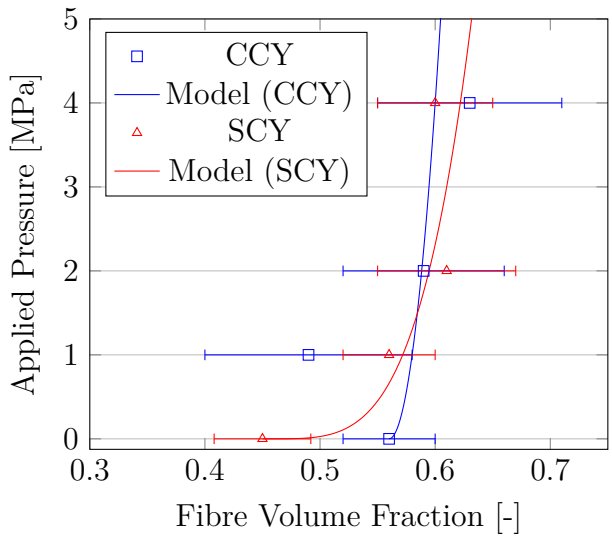


Figure 4.7 Measured fibre volume fraction of specimens moulded at different pressures and fitted fibre model. Error bars correspond to ±1 standard deviation

Transient Decompaction Response

Both materials were tested as dry fibre beds to measure their intrinsic fibre bed viscosity (η_f). Since the mechanical compaction properties are highly linked to the texture of the fibre, care was taken to minimize disturbance from the original fibre. Here, the relaxation behaviour observed is assumed to be representative of the dry fibre bed as would be found inside dry areas of the moulded sample. Figure 4.8a and 4.8b illustrate the fit between the viscoelastic model of equation 4.3 and experimental data for the CCY and SCY, respectively. Experimental data are shown as a shaded region representing a 95% confidence interval (n=5) and model prediction is plotted in solid line. In the figure, the normalized amplitude is plotted against time. The CCY material seems to have a longer relaxation time than the SCY as the thickness is slower to reach equilibrium. This is confirmed with the fitted model. The CCY had a fibre bed viscosity almost 100 times the one from the SCY material. The difference in normalized decompaction amplitude is explained by the difference in the

quasi-static compaction behaviour. More specifically, the difference between the relaxed state ($v_{f,0}$) and the compressed state is smaller for the CCY than for the SCY material thus explaining the difference in decompaction amplitude. The confidence interval of the SCY is slightly larger than for the CCY material and can be explained by prolonged hand manipulation of the yarn - to remove the wrapping thread - which affects the texture of the yarn. Nevertheless, these tests were performed at room temperature (22 °C) which implies the presence of polymer fibres within the commingled yarns affecting the compaction and decompaction behaviour recorded. Therefore, the model fit obtained is a sufficiently close approximation of the fibre bed behaviour. Fitting parameters are listed in table 4.3 below.

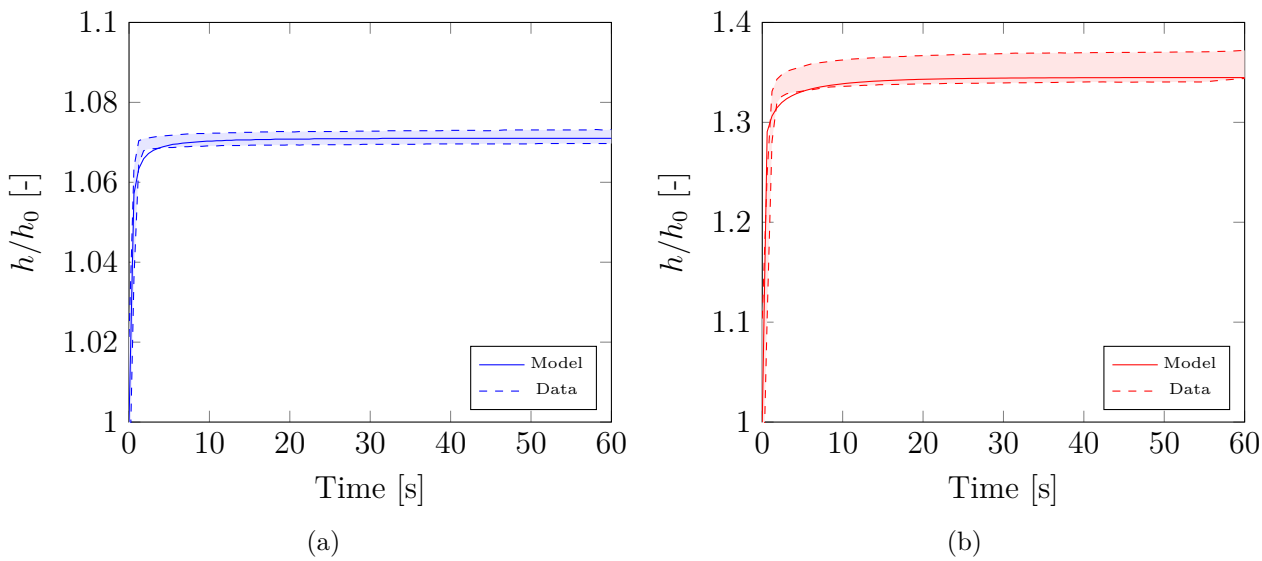


Figure 4.8 Experimental data (shaded area represents a 95% confidence interval) and visco-elastic model fit from relaxation tests performed on the CCY (a) and SCY (b) material.

4.4.2 Relationship between void content and deconsolidation amplitude

Image analysis of the microstructure of samples was initially conducted to illustrate the underlying contribution of the un-impregnated fibres in the deconsolidation process. Figure 4.9a and 4.9b respectively illustrate examples of a SCY tow as moulded and after a free deconsolidation cycle. The micrographs show carbon fibres as white particles, embedded in grey polymer matrix. The blue areas in figure 4.9b are voids that were filled with encapsulation media. The SCY material, because of its over wrapping polymer thread and internal structure, retains an easily visible boundary between the yarns even when moulded. This creates the opportunity to easily identify each yarn before and after consolidation of a sample (where only one half was freely deconsolidated) and thus, observe the evolution of

the local microstructure. It was unfortunately not possible to do the same with the CCY material. The red lines in the micrographs define the tow boundary as recognized by the image analysis algorithm. As can be seen, the general shape of the tow is conserved. In the consolidated state, a thin ($\sim$ 8 µm) polymer-rich line surrounds the tow. The intra-tow porosity is very low and inter-tow porosity completely absent. In the deconsolidated state, the v_f in impregnated areas appears to stay constant while intra-tow porosity increases. Inter-tow porosity increases significantly more than intra-tow porosity. Since the initial void content is low ($\sim$2%) within the tow, it is unlikely that it is responsible for all of the porosity observed in its deconsolidated state. Moreover, most of the intra-tow porosities are filled with encapsulation media, which suggests the porous network created is connected with the inter-tow domain. The creation of such porosity could then be described as an ingress of porosity within the tow domain.

Figure 4.9c reports the tow volume increase after free deconsolidation for all 40 tows of 3 samples produced (n=120) as a function of the intra-tow porous region fraction. Since the tows retain their rough shape, they could be easily identified from both images. The predicted volume increase (red star marks) was calculated using equation 4.8 with the measured local $v_{f,dry}$ and void volume fraction (X_v) while the relaxed state $v_{f,0}$ is taken from the fibre model developed earlier.

The measured volume increase matches the one predicted with equation 4.8 (R=0.87). The deviation from the prediction suggests the existence of one or several other factors affecting the intra-tow deconsolidation amplitude. Since the deviation is not homogeneous across the plotted domain, these are likely stochastic effects attributed to local variations in the tow properties.

4.4.3 Evolution of microstructure during deconsolidation

A series of micrographies is presented to illustrate the various microstructure stages of deconsolidation in figure 4.10. Figures 4.10a-4.10f illustrate the microstructure of another set of samples as moulded (4.10a, 4.10d), after in mould deconsolidation (4.10b, 4.10e), and after a free deconsolidation (4.10c, 4.10f) where the top row corresponds to the CCY material and the bottom row, the SCY material. In all images, the red contours highlight dry areas while the blue-filled zones are open porosities filled with encapsulation media.

As can be seen in figures (4.10b and 4.10e) no large porosity were formed in the resin rich-areas after in-mould deconsolidation. After free deconsolidation (4.10c and 4.10f), large open and close porosities can be seen. This is evidence that the pressure of 20 kPa applied on the laminate was sufficient to inhibit void nucleation during in-mould deconsolidation. Mean-

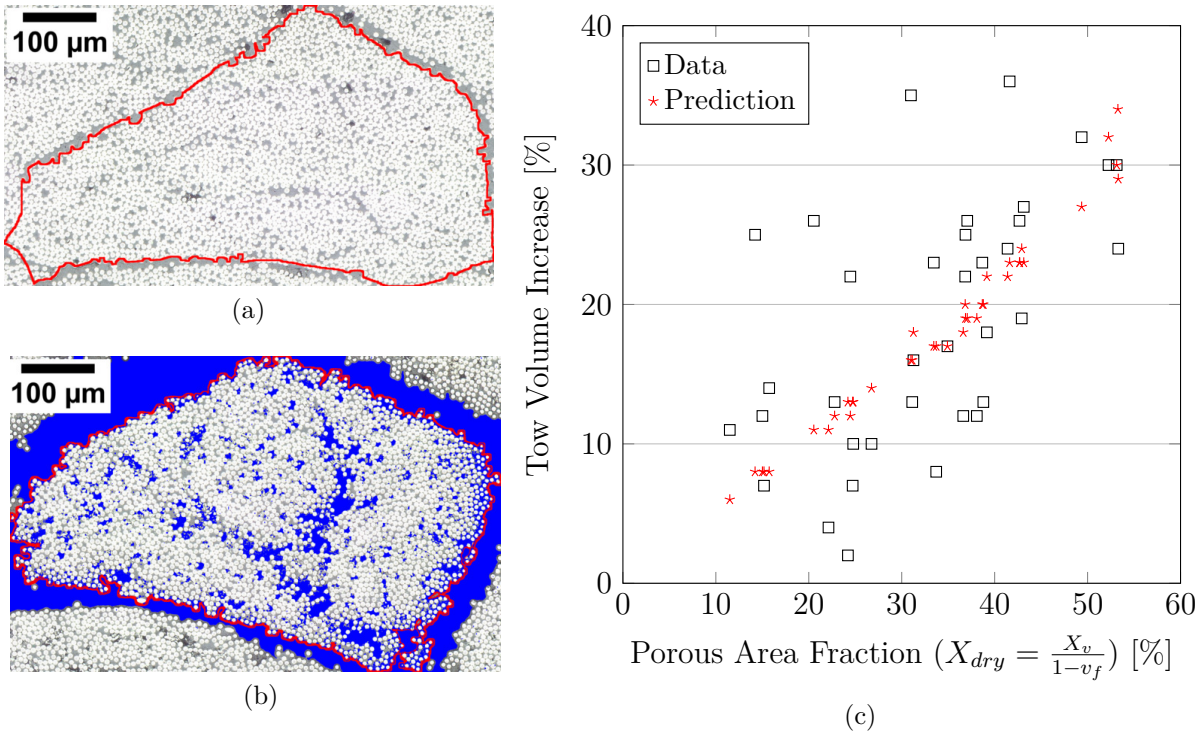


Figure 4.9 Illustration of a sample tow (a) as moulded and (b) after free deconsolidation as well as (c) the measured tow volume increase after free deconsolidation in function of intra tow void content for a total of 3 samples each composed of 40 tows (n=120)

while, the fibre content is visibly slightly lower after in-mould deconsolidation (figures 4.10b and 4.10e) suggesting the applied pressure was not high enough to inhibit the decompaction of unimpregnated fibre bed. The mould deconsolidation cycle performed successfully inhibited porosity formation compared to the freely deconsolidated cycle while still allowing partial deconsolidation on the fibrous network.

Figure 4.11 illustrates, for the 3 different stages of both materials as described earlier, the evolution of the total porosity fraction, the macro porosity fraction as well as v_f in dry and wet areas. Values displayed correspond to the average of 3 samples with the error bar corresponding to one standard deviation.

The two top graphs of figure 4.11a and 4.11b report the progression of the total porosity fraction and the fraction of large porosities in the sample. The total porosity is, as expected, higher in the in-mould deconsolidated and highest in the freely deconsolidated samples for both materials. The difference between the three different material conditions is gradual for the CCY material. The SCY material exhibits only a small porosity increase between the as-moulded and in-mould deconsolidated conditions while the freely deconsolidated samples

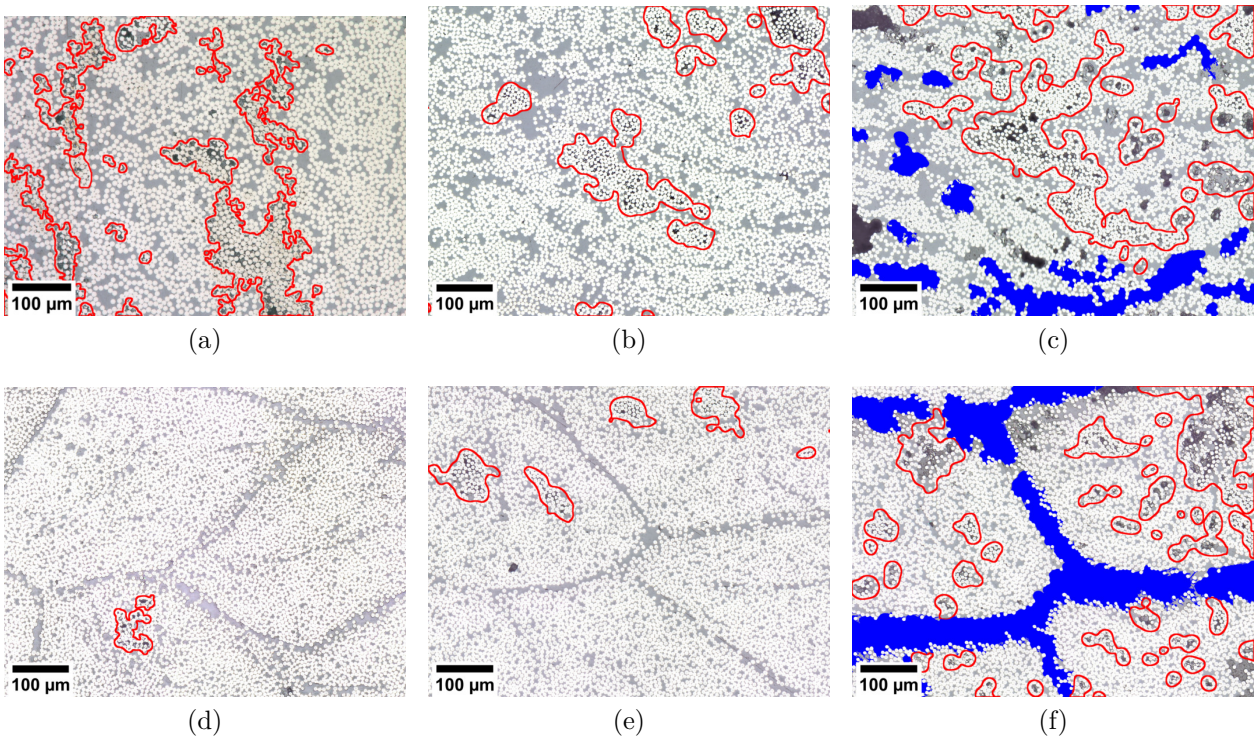


Figure 4.10 Sample images of the microstructure for the CCY (top row) and SCY material (bottom row) in their as-moulded (4.10a and 4.10d) condition, just after an in-mould deconsolidation cycle (4.10b and 4.10e), and after a free deconsolidation cycle (4.10c and 4.10f). Red contours highlight dry fibre regions and blue fills open porosities that were filled with the encapsulation media.

exhibited much higher (10-15%) higher void content. The explanation for such behaviour is brought in the next graph expressing the macro porosity content of the samples. Said macro porosities include the inter-tow porosity described in the previous section as well as any pores which do not contain any fibres. These porosities are almost non-existent in both materials in the as-moulded and in-mould deconsolidated samples. They mostly appear after the free deconsolidation cycle. While they are present in both the CCY and SCY material, they are more pronounced in the latter. These macro porosities are mostly located in then inter-tow polymer-rich layer left by the wrapping polymer thread as described earlier and observed in figure 4.10f. This polymer-rich area and the absence of fibres crossing between bundles creates the perfect location for macro porosities to appear and propagate throughout the cross-section as deconsolidation progresses.

Figures 4.11c and 4.11d respectively illustrate the evolution of dry and wet v_f. For both CCY and SCY samples, the $v_{f,dry}$ was measured within the dry areas as moulded, after in-mould deconsolidation, and after free deconsolidation. The $v_{f,dry}$ in deconsolidated samples

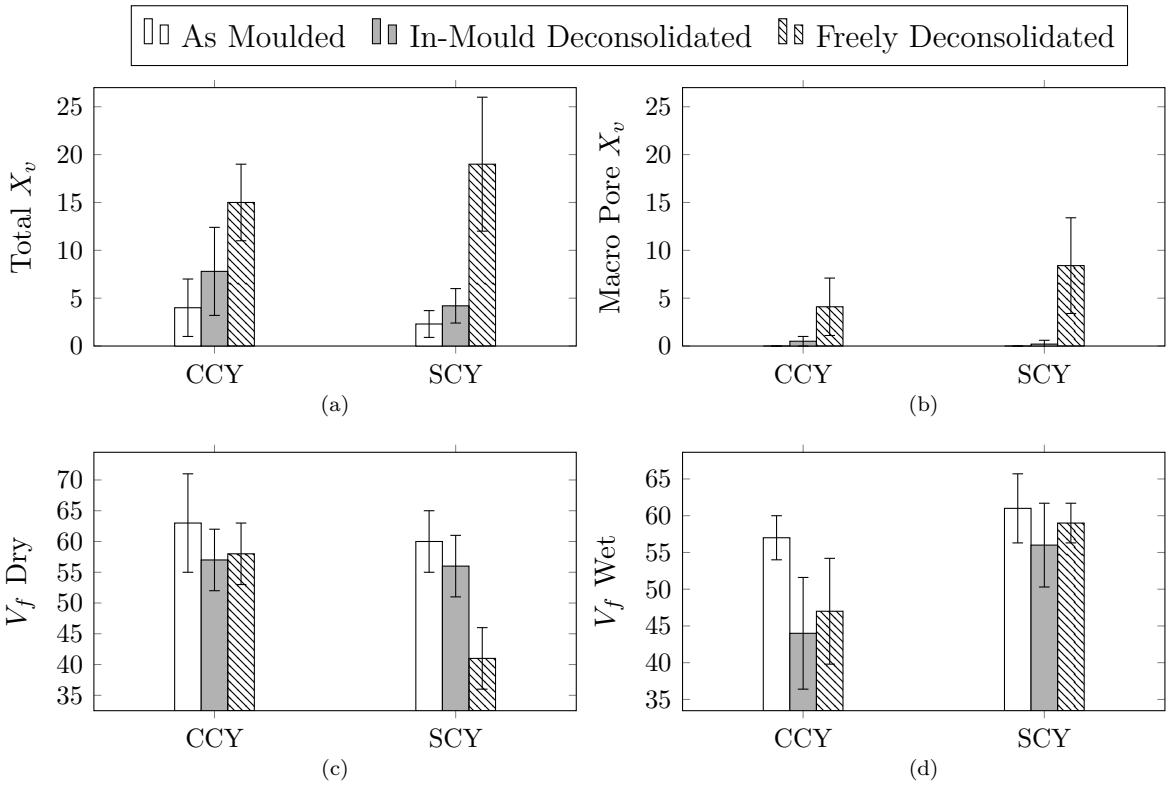


Figure 4.11 Volume fraction of total porosity (a), macro porosity (b), dry fibres (c), and wet fibres (d) in samples as moulded, deconsolidated in mould, and freely deconsolidated. Average of 5 samples with error bars corresponding to ±1 standard deviation

is expected to be lower than in as-moulded samples. For both CCY and SCY materials, the average $v_{f,dry}$ as moulded is within one standard deviation of one another at 63% and 60% respectively. The CCY retains a relatively high $v_{f,dry}$ both after in-mould and free deconsolidation cycles. This is coherent with the quasi-static compaction behaviour observed with the relaxed v_f at 56%. In the SCY, dry v_f slightly reduces after in-mould deconsolidation and is drastically reduced after free deconsolidation. The freely deconsolidated dry v_f is within a standard deviation of the measured $v_{f,0}$ and therefore consistent with the model behaviour. Interestingly, while the dry v_f reduces as expected, the wet v_f of CCY samples reduces significantly. This phenomenon only occurs in the CCY which suggests the spun nature of the SCY material inhibits the decompaction of wetted fibres. This suggests that deconsolidation may be used to decompact wetted fibres and thus increasing their permeability and facilitating polymer flow in following consolidation phases.

4.4.4 Model Validation

Table 4.3 summarizes the measured properties used with the model. C, $v_{f,0}$, m, and η_f correspond to the fibre compaction model parameters described earlier. $X_{v,0}$ is the initial porosity before deconsolidation phase while r_i describes average porous zone radius.

Table 4.3 Material properties measured for both yarns investigated

Material	C [MPa]	$v_{f,0}$ [%]	m [-]	η_f [MPa s]	$X_{v,0}$ [%]	r_i [µm]
CCY	2500	56	2.00	14.3	4.0	50
SCY	4287	45	4.03	0.15	2.3	50

Figures 4.12a and 4.12b below illustrate the typical normalized deconsolidation amplitude in function of time and number of deconsolidation cycles for the CCY and SCY respectively. The dashed lines are experimental data from a single sample judged to be representative of the general population tested, and the solid lines correspond to the model fitted on the general data population. For both tested materials, a rapid increase in deconsolidation amplitude is observed at the beginning of the cycle followed by a damped response. Each compaction/decompaction cycle yields a lower deconsolidation amplitude than the previous cycle. The CCY exhibits a slight decrease in amplitude after 20 s from most of the cycles displayed. On the other hand, the SCY exhibits a strictly increasing deconsolidation amplitude for all cycles displayed. The modelled deconsolidation amplitude replicates the general deconsolidation amplitude followed by a damped response for both materials. However, the model cannot reproduce the re-compaction behaviour observed in the CCY material. This phenomenon is likely linked to instabilities in the fibre bed or could be linked with entrapped gases release. The absence of such behaviour in the SCY material suggests it is linked with the fibre bed structure or the mingled structure. Further research would be required to identify the source of this phenomenon.

In order to represent the repeated deconsolidation steps, one or several of the material properties described in table 4.3 must be varied. A sensitivity analysis was carried out: the variation of the stabilized deconsolidation amplitude ($\delta h/h_0$) was observed for a variation of $\pm 10\%$ of each input parameter. Results of this sensitivity analysis are illustrated in figure 4.13. The green series represents an increase of 10 %, and red a reduction of 10 % of the nominal value for each parameter. The power-law index m is the most sensitive parameter. However, the most likely to be affected by the repeated compaction cycles are the relaxed v_f ($v_{f,0}$) and the void content before deconsolidation ($X_{v,0}$). Out of these two, the void content is much more influential than the relaxed v_f. Since each deconsolidation phase are separated by a

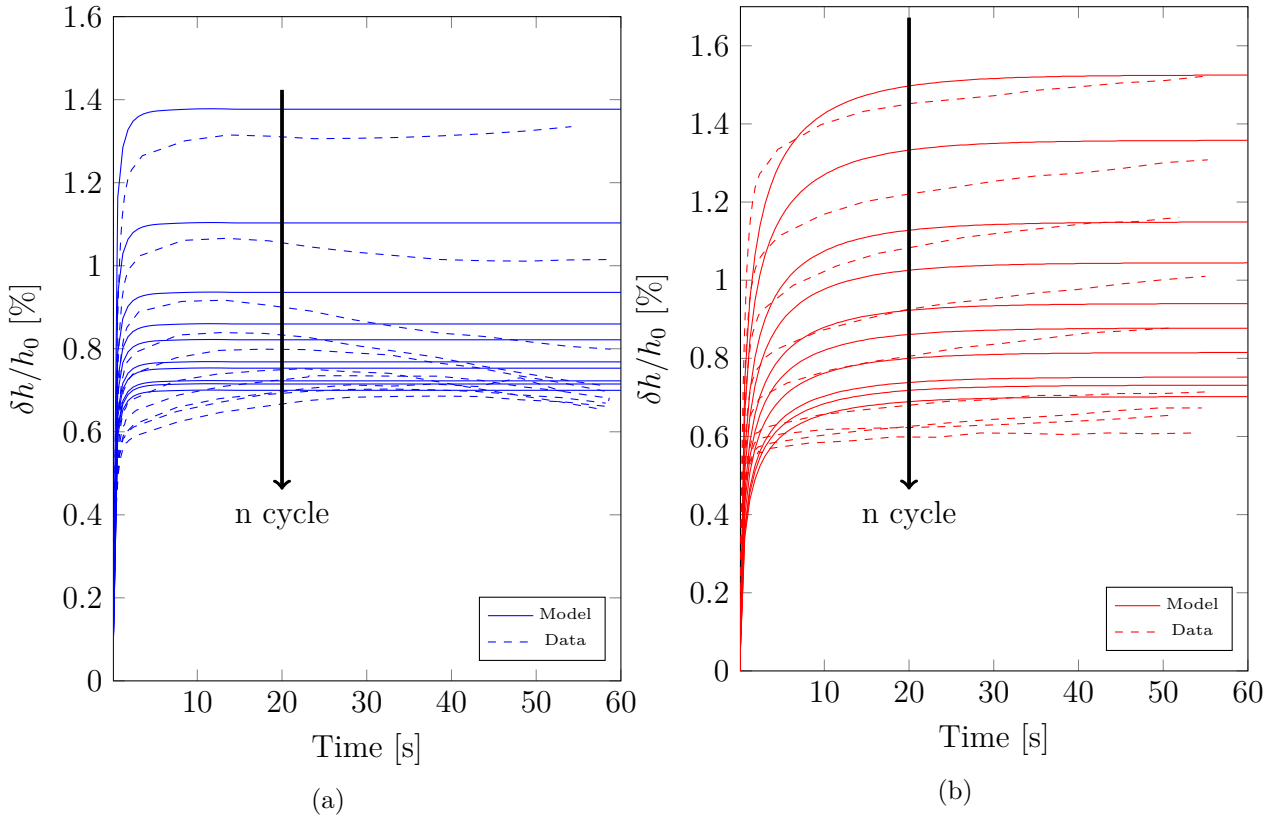


Figure 4.12 Normalized deconsolidation amplitude of each cycle for a typical sample of (a) CCY and (b) SCY

consolidation phase, a reduction of the void content from one cycle to the next is expected to occur. On the other hand, while a shift of the relaxed v_f has been observed in repeated compaction of fibrous structure, it is unlikely to explain the difference in deconsolidation amplitude observed here. Therefore, only the void content ($X_{v,0}$) was adjusted to match the model prediction to the observed behaviour as displayed in figures 4.12a and 4.12b.

The general trend of the normalized deconsolidation amplitude is illustrated in figure 4.14a. For both precursor fibre, the deconsolidation amplitude in mould steadily decreases from one compaction cycle to the next. In each case, the error bars represent one standard deviation (with n=3 for each series). While the SCY material seems to exhibit a higher amplitude at first, both series lie within a standard deviation from one another and are therefore indistinguishable. The deconsolidation amplitude was found to be highly variable from one sample to another. The likely explanation is that the pre-deconsolidation void fraction can easily vary from a sample to another for the same consolidation cycle. Therefore, it is suspected that the presence of multiple consecutive consolidation phases exacerbates the variance of the process. The model's predicted amplitude was fitted by slightly varying the pre-deconsolidation

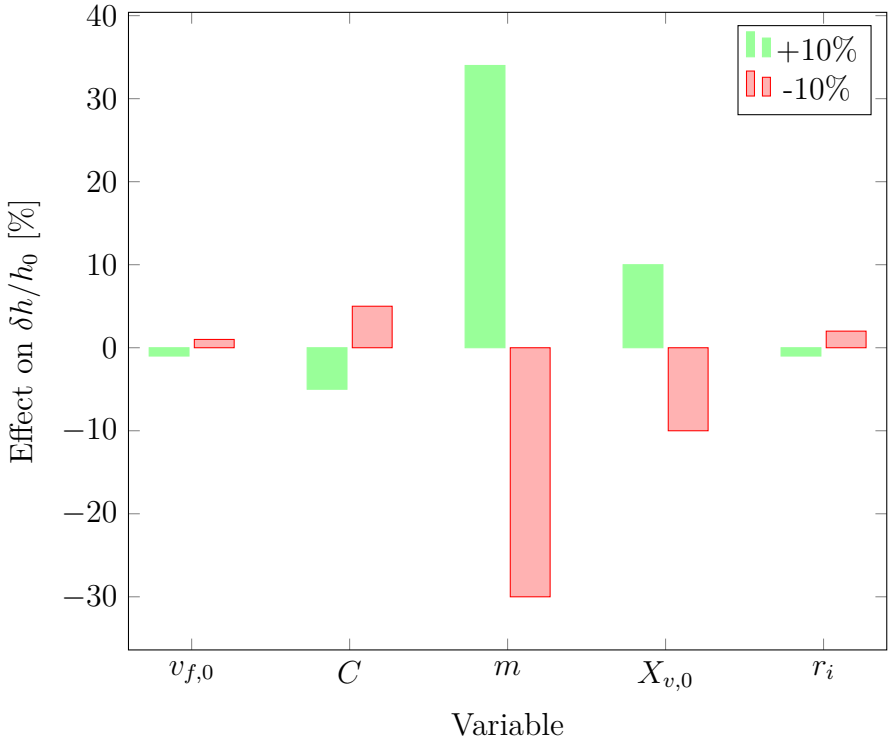


Figure 4.13 Sensitivity of the stabilized deconsolidation amplitude to the main material properties when varied by ±10%

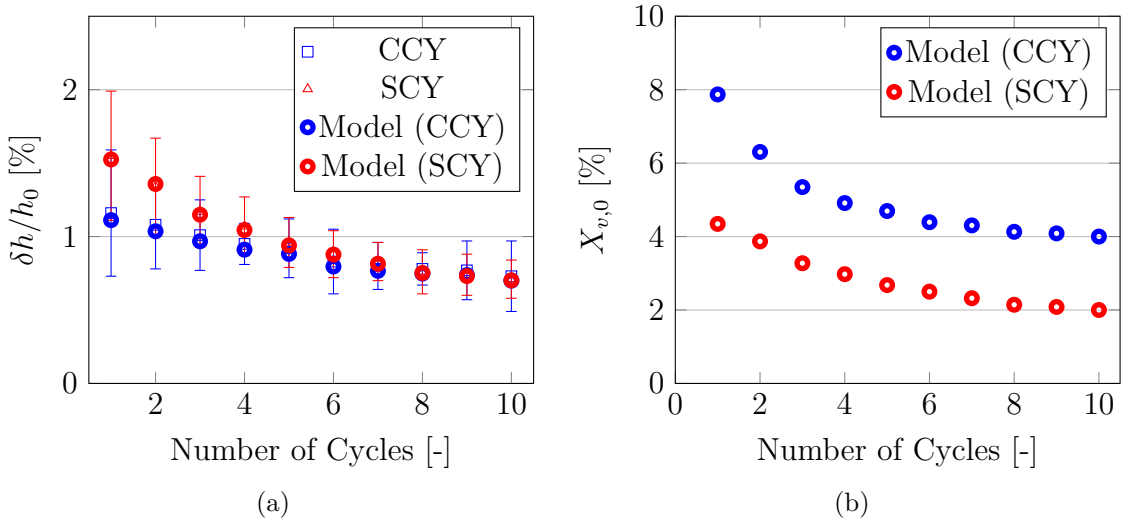


Figure 4.14 (a) Normalized deconsolidation in function of number of relaxation cycle for the CCY and SCY samples where error bars represent one standard deviation (n=3) and (b) the associated corrected initial porosity $X_{v,0}$

void content ($X_{v,0}$) for each cycle. Figure 4.14b illustrates the corrected $X_{v,0}$ at the start of each deconsolidation cycle. It is seen that the $X_{v,0}$ decreases exponentially with each cycle and stabilizes to a different value for both material, Moreover, the CCY material exhibiting almost double the $X_{v,0}$ value of the SCY material at all time.

4.5 Conclusion

During this investigation of commingled yarn-based thermoplastic composites, a new mechanistic model was proposed based on the decompaction of unimpregnated fibres region to explain the deconsolidation behaviour observed while performing repeated compaction cycles. Two commercially available commingled fibres were used in this study. Characterization of their respective behaviour in quasi-static compaction and transient decompaction was performed. The measured properties were then used to explain their different deconsolidation behaviour using the model presented. The model was able to reproduce the main behaviour observed during deconsolidation. A sensitivity analysis suggests that the reduction in deconsolidation amplitude from one cycle to the next is more likely to be explained by a reduction of the void content before deconsolidation than a change in the fibre bed relaxed state. This finding is in direct contradiction with the work of Eichenhofer et al. [3] which attributed the reduction to a plasticity of the fibre bed. After free deconsolidation, the CCY material's structure kept a more densely compacted dry v_f than the SCY. The latter also exhibited greater inter-tow porosity after deconsolidation. This suggests the CCY should retain greater mechanical properties after deconsolidation. More importantly, the CCY was found to decompact in the wetted fibres regions while the SCY's v_f in wetted regions stayed constant. This suggests that only the CCY material may benefit from consolidation/deconsolidation cycles in-process to increase the permeability of wetted fibres and thus facilitate the polymer towards dry regions. Further investigation to determine the processing window in which cyclic compaction cycles improve impregnation quality is required to validate the importance of this finding. Furthermore, single-tow experiments combined with micro-CT observations could provide more insight on the exactitude of the model presented in this study.

Acknowledgements

This project was funded by the Consortium Aerospace Research and Innovation in Canada, the Consortium de Recherche et d'Innovation en Aérospatiale au Québec (COMP-1633), MITACS (FR22686), the Ministère de l'Économie, de la Science et de l'Innovation du Québec, Kruger Biomaterials, and Pultrusion Techniques Inc. The authors would like to thank

Schappe-Technique for providing sample material.

CHAPITRE 5 ARTICLE 2 : A MODEL OF MULTI-DIE THERMOPLASTIC PULTRUSION

Félix Lessard[1], Martine Dubé[2], Louis Laberge Lebel[1]

[1]Département de génie mécanique, Polytechnique Montréal
[2]Département de génie mécanique, École de technologie supérieure

Article soumis au journal *Composites Part A* le 23 Décembre 2021

Abstract

Multi-die thermoplastic pultrusion was showcased in previous studies to improve the impregnation quality of the pultrudate without significantly increasing the system's pulling force. Using carbon-fibre and PEI commingled fibre, this study compares different die sequences using three taper angles and different die outlet area progressions. A modelling algorithm is proposed to predict the pulling force and degree of impregnation of a multi-die system. Concurrently, a methodology is developed to adjust the material characteristics of the model based on microstructure observations and single-die performance. The model predicts the degree of impregnation and pulling force generated by the multi-die sequence. The quality of pultrudate was supported by density measurement and characterization of inter-laminar shear strength. Predicted pulling forces and degree of impregnation agreed with experimental data produced for the sequences tested. The experimental observations highlight a significant difference in pulling force and degree of impregnation relationship which hints at an optimization opportunity.

5.1 Introduction

Continuous composite manufacturing technologies such as pultrusion have been around since the 1960s [132]. The continuous production of constant cross-section composites profiles by pultrusion is adapted to high production volumes for transportation, construction, and chemical industries [133]. Today's pultrusion production mostly consists of glass fibre-reinforced thermoset polymers [134]. The use of thermoplastic polymers is limited even though it possesses theoretically faster process time, allows post-consolidation operations, and provides advantages linked to the material itself, such as higher impact resistance.

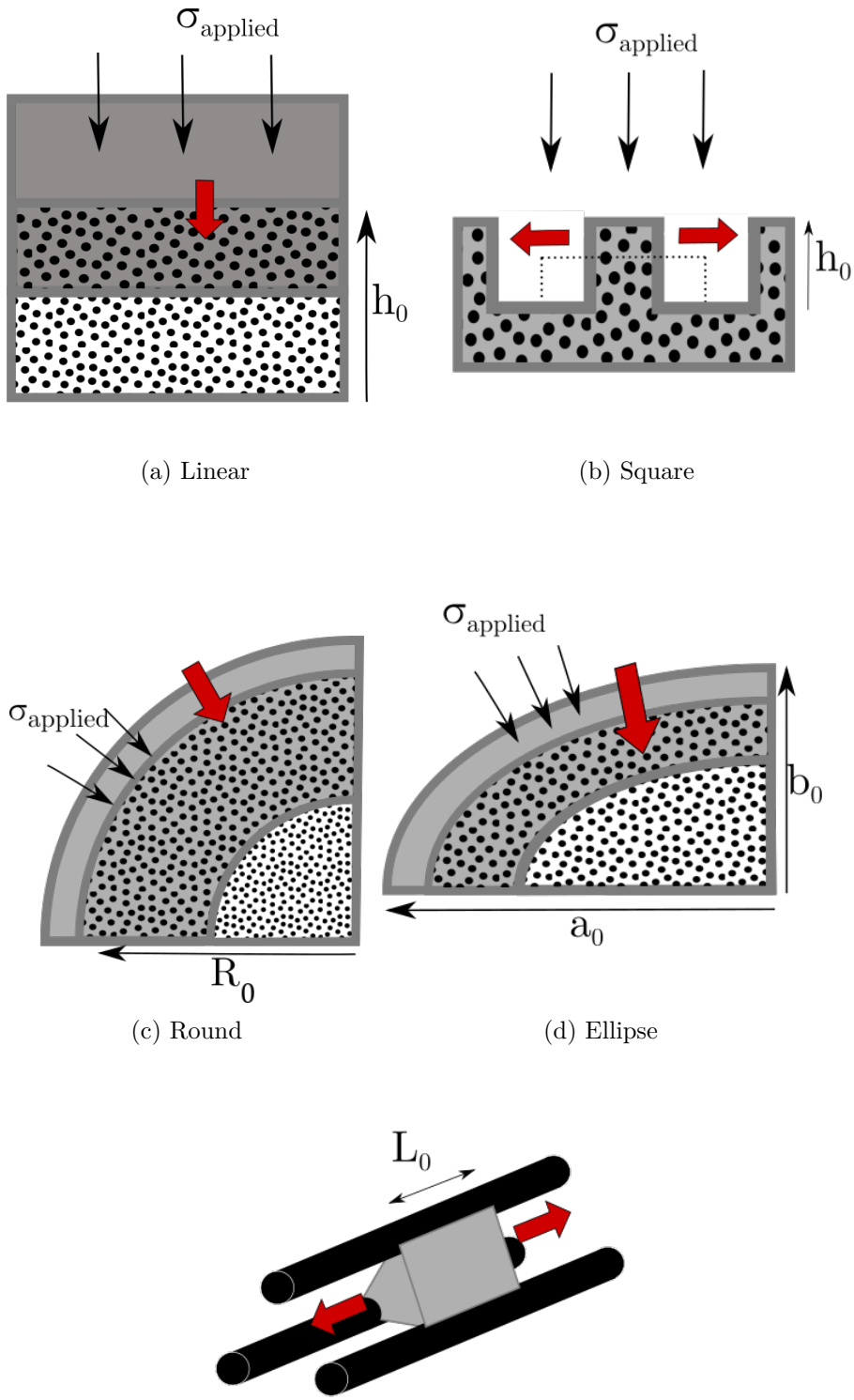
Thermoplastic pultrusion has been studied by various researchers over the past 50 years using

a variety of technologies and precursors [132]. A precursor consists of the shape and form taken by the raw material before pultrusion. In thermoset pultrusion, the fibres are usually immersed in the uncured polymer or injected in a specially designed cavity before entering the curing die. This is possible because the polymer viscosity is quite low (<1 Pas) before cure. These technologies have been translated in thermoplastic composites with direct injection of rheologically modified polymer [60] or reactive injection pultrusion [56]. With already synthesized thermoplastic polymers, most pultrusion technologies use specialty precursors where there exists considerably more diversity. These precursors - such a pre-impregnated tapes, organosheet, commingled yarn, powder-impregnated tow, etc. - have an inherent structure that strongly influences their processing behaviour. Early pultrusion technologies used pre-impregnated precursors [15] while contemporary research focuses on the use of more economically attractive precursors such as commingled or co-wound fibres [89]. A typical thermoplastic pultrusion tooling uses a convective or radiative preheating chamber followed by a single, linearly tapered forming die where the precursor is consolidated and then cooled in a straight cross-section cavity where the pultrudate temperature is lowered below the T_g of the polymer [135]. The combination of process velocity, die taper angle, and precursor permeability highly influences the polymer pressure profile in the die. For thermoplastic pultrusion, apparatus are often operated at velocities around 0.1 to 0.7 m/min and v_f around 50% to obtain well impregnated pultrudates ($X_v < 5\%$) [3, 42, 89, 132].

In the last three decades, few studies have observed potential in multi-die thermoplastic pultrusion systems [42]. Miller et al. [136] reported using a succession of short, highly tapered preforming dies as a means to compact fibres and remove air from the initial preform. Lapointe et al. later used successive short dies to process commingled carbon fibre polyamide [42] and polyetheretherketone [2] yarns. Einchenhofer et al. [3] also used this technology in 3D-printing of carbon fibre-reinforced polyamide. In such tool configuration, the pressure profile is cyclic: pressure is applied in the die and the material is allowed to deconsolidate before entering the following die. Each die outlet is smaller than the previous one to gradually form the material to the final desired shape. Each author proposed a different rationale for such a system: preforming of the precursor [76], release of entrapped gas [42], and exploiting compaction hysteresis to reduce deconsolidation amplitude [3]. Although the authors support their claims with empirical evidence, they do not provide mechanistic-based modelling to undoubtedly associate their findings with the use of a multi-die pultrusion system. Lapointe et al. [116] as well as Eichenhofer et al. [3] have both used laboratory-scale apparatus based on commingled fibres precursors. In both cases, the authors were able to produce well-consolidated pultrudates, however, at relatively low process velocity (<400 mm/min). Eichenhofer [3] found that each compaction cycle of the fibrous preform

decreases the deconsolidation amplitude and rate. In all published studies, a unique sequence of dies was used. One of the advantages of multi-die pultrusion dies geometry is that each die can be drastically different from the next. This advantage has, so far, remained unexploited.

Only a handful of modelling studies have been published over the years on thermoplastic pultrusion. While part of the work on thermoset pultrusion can be translated to thermoplastic pultrusion, most of it is not applicable because of the nature of the polymer and precursor. The modelling approach must take into account the precursor microstructure's geometry and properties. During the 1980s, models were proposed to simulate thermal, flow, or both in thermoplastic pultrusion dies. Astrom et al. [137] and Lee et al. [14] proposed an early heat transfer model for pultrusion of thermoplastic pre-impregnated material. Several authors proposed flow models based on Darcy's law [24] for powder-impregnated [103] and commingled yarns [117, 138]. Later, Kim et al. [5] and Haffner et al. [104] respectively proposed a numeric and finite-element based approach for modelling impregnation of multiple fibre bundles entering a die. The modelling approach is to couple a macroscopic and microscopic flow model to solve for the degree of impregnation and pressure in the die. The macroscopic flow - often called backflow - consists of polymer flowing back to the die entrance in-between the fibre bundles in reaction to the pressure gradient along the die's longitudinal axis. Microscopic flow sub-model describes the REV-level flow of polymer and its state of saturation. Figure 5.1 illustrates various microstructure geometries and their characteristic dimensions where the polymer is represented in grey, porosity in white, fibres in black, and the direction of polymer flow in red. These REV are used to represent respectively semi-preg or film-stacking (5.1a [139]), pre-preg (5.1b [14]), commingled yarn (5.1c [4] and 5.1d [140]), and powder impregnated tows (5.1e [76]). By knowing the characteristic dimensions of the geometry, the microscopic flow can then be solved for a known applied pressure. These characteristic dimensions are highly dependent on the material used. Most authors use single values for these dimensions, which implies the fibre and polymer distribution is homogeneous and uni-modal in the precursor. Multi-modal distributions have also been used by Bernet et al. [4] to represent a multi-modal distribution of REV linked to the stochastic nature of the precursor manufacturing.



(a) Linear

(b) Square

(c) Round

(d) Ellipse

(e) Triangular

Figure 5.1 Illustrations of (a) linear, (b) square, (c) round, (d) elliptical, and (e) triangular REV geometries and their characteristic dimensions used as basis of micro-level flow models for different types of thermoplastic precursor materials. Fibres are represented in black, polymer in light grey, and void in white. Red arrows represent the polymer flow direction.

This study proposes a new model to simulate polymer flow in a multi-die thermoplastic pultrusion system. An analytical approach based on Kim et al. work is used where initial conditions are carried from the end of a die to the entrance of the next. From this model, the forming dies pulling force and degree of impregnation are computed. To evaluate the model's performance, a series of pultrusion experiments are performed. Materials microstructure is characterized by micrography, and axial permeability is fitted with pultrusion using a single die. Then, six sequences of four dies each are used and the resulting pultrudate is characterized. Finally, constituent content is evaluated by optical microscopy and density measurement while ILSS is measured by short-beam shear test.

5.2 Model Structure

In pultrusion of commingled fibre yarn, the polymer is mixed with the reinforcement fibre under its solid form and thus carried by the latter into the die, even when molten. This implies the yarns can be pre-heated close to their processing temperature even before entering the forming die. In the die, the processing temperature is thus quickly reached. In the modelling approach used, the polymer matrix is assumed at a constant temperature and fully liquid when entering the die while being carried by the reinforcement fibres.

Figure 5.2 illustrates the structure of the current model and highlights the use of Kim et al. original model. The proposed model is based on a multi-scale approach where the macroscopic and microscopic flow behaviours are solved by a combination of two sub-models. The algorithm starts by defining the material properties such as fibre agglomeration initial sizes (R_0^j), size distribution (N^j), fibre radius (R_f), and processing conditions such as the processing velocity (U) and polymer viscosity (η) which is dependent on processing temperature. Then, the first die geometry is defined by its length (L) and cross-sectional area in function of length ($A(z)$) where z denotes the axial coordinate starting at the die entrance.

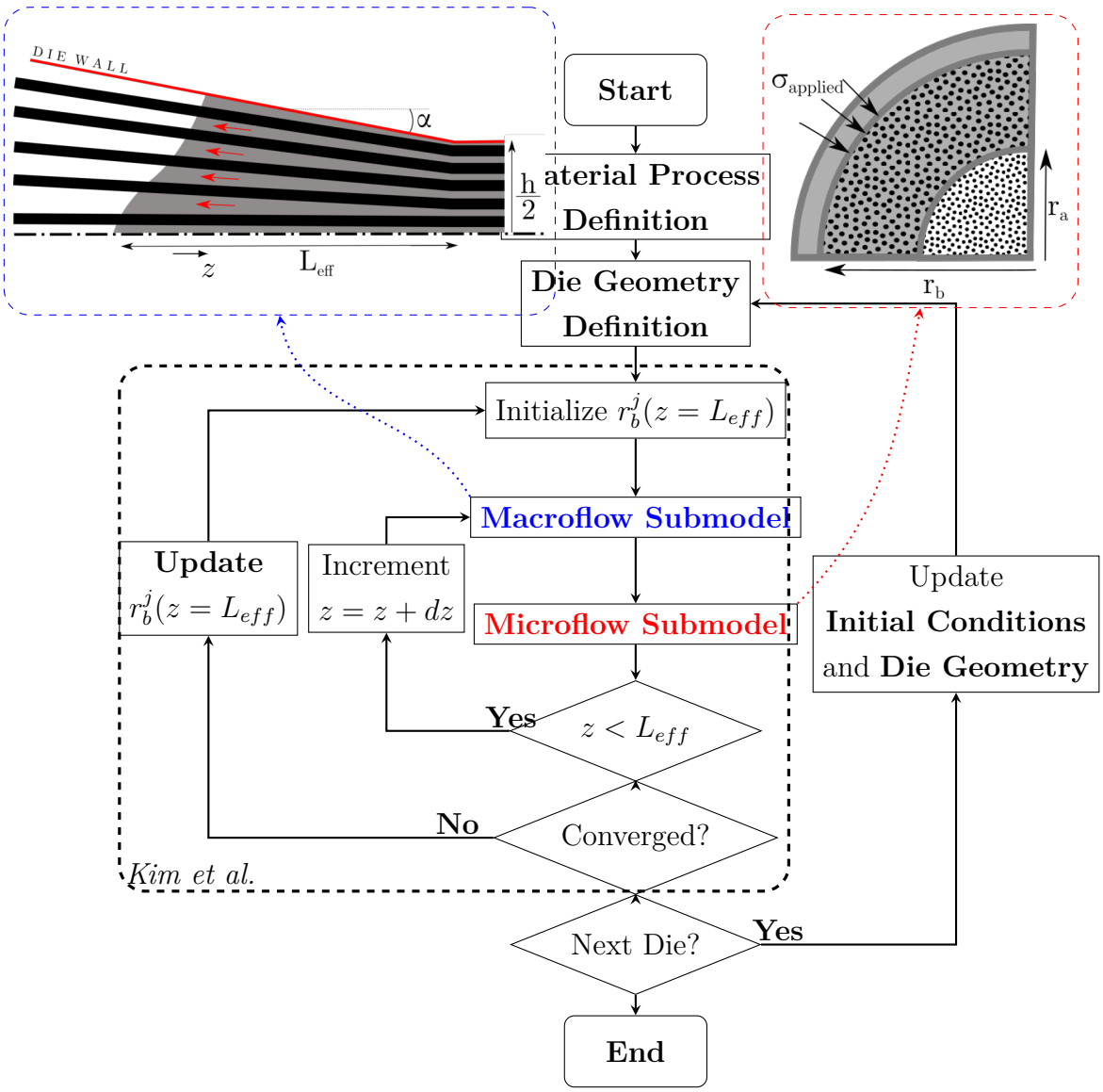


Figure 5.2 Structure of multi-die pultrusion algorithm based on Kim et al. model illustrating the calculation procedure for iteratively solving the macroscopic and microscopic flows in each of the die sequence.

The initial conditions of the first die are defined at the entrance of the die. For the first die, they consist of a fully unsaturated REV ($r_b^j(z = 0) = r_a^j(z = 0) = R_0^j$ while, for subsequent dies, initial conditions are taken from the outlet conditions of the previous die. The outlet's r_b^j value also has to be initialized since it is required in the macroflow calculation. An arbitrary value is taken as the initial guess. The macroflow and microflow sub-models are then evaluated over the discretized domain into 100 dz increments. The macro flow sub-model is used to obtain the hydrostatic polymer pressure surrounding the agglomerations. The micro-

flow sub-model is then used to compute the progression of impregnation (r_a^j reducing and r_b^j increasing) of the fibre agglomeration. Both sub-models are evaluated using Euler's method over the die's domain. The computed outlet's r_b^j value is then compared to the original guess. The initial guess is updated and calculation restarted until the norm of change is under 10^{-5}. At this point, the outlet conditions (r_a^j and r_b^j) are taken to the subsequent die geometry.

5.2.1 Macroscopic flow sub-model

The macroscopic flow of polymer moving towards the entrance of the die is modelled as a flow of polymer through porous media where the permeability is given by the cross-sectional area between the fibre agglomerations. Kim et al. originally used a uni-modal distribution of fibre agglomeration (R_0). Because of the different nature of the commingled yarn used, it was replaced with a multi-modal distribution in this study (R_0^j). The macroscopic flow equation, derived from the mass balance, is then formulated as

$$\frac{d}{dz}\left[A(z)\left(\frac{\kappa_z(z)}{\eta}\frac{dp}{dz} - U\right) + U\pi\sum r_a^j(z)^2 N^j\right] = 0 \tag{5.1}$$

where κ_z the axial permeability, U the process velocity, r_a^j the dry area of the REV, and N^j the number of REV of size r_a^j. Integration of equation 5.1 provides a formulation of the pressure gradient ($\frac{dp}{dz}$), which can itself be used with Euler's method to evaluate the pressure profile from its first derivative. This pressure profile is then used to compute the microscopic flow. Since the pressure gradient formulation depends on the final bundle radius ($r_b^j(z = L_{eff})$), an iterative solving process is used to converge on the solution.

Equation 5.1 implies the die cavity is full of partially impregnated fibres and polymer between the die entrance ($z = 0$) up to the end of the tapered section ($z = L_eff$). The macroflow submodel boxed image (top-left box in blue dashed lines) in Figure 5.2 illustrates a situation where the polymer backflow stops before the die entrance, or the flow is slow enough that the polymer pools at the bottom of the die due to gravity. Empirical evidence shows that this phenomenon primarily occurs at relatively slow process velocity (500 mm/min). Such a situation is especially likely to occur if not enough material enters the die. In such a case, the macroscopic flow has to be adjusted for the effective die length (L_{eff}). L_{eff} was calculated as the intersection between the die wall and incoming material cross-section areas. Since the latter is constrained by the previous die's outlet area, L_{eff} can be defined as

$$A_i\,(z = 0) = A_{i-1}(z = L_{eff}) \tag{5.2}$$

where A_i refers to the ith die's exit cross-section area. In the case of the he first die, its effective length is calculated as the point where material enters in contact with the die wall. This translates to the position where the die cross-sectional area equals the incoming material (fibre and polymer) cross-section area.

In multi-die pultrusion, the pultrudate usually exits the forming die before being completely impregnated. This implies the REV conditions (r_a^j and r_b^j) at the end of the nth die become the initial conditions of the $(n+1)^{th}$ die. No other material properties were changed from a die to the other. The microscopic flow model neglects hydrostatic compaction forces on the fibre agglomeration. It considers static dry and wetted v_f therefore, inter-die deconsolidation is neglected.

5.2.2 Microscopic flow sub-model

The sub-model is based on a set of cylindrical REV as depicted in figure 5.3. Equations are developed for a general case of multi-modal distribution of fibre agglomerations. The agglomerations have an initial radius R_0^j and are divided into two zones: a dry fibre center of radius r_a^j having a fibre volume fraction $v_{f,i}$ surrounded by a wetted fibre layer of radius r_b^j having a fibre volume fraction of $v_{f,\infty}$ where j denotes properties of the jth REV. The wetted fibre volume fraction ($v_{f,\infty}$) is always lower than the dry fibre volume fraction ($v_{f,i}$). During the impregnation of the REV, the value of r_a^j decreases while r_b^j increases.

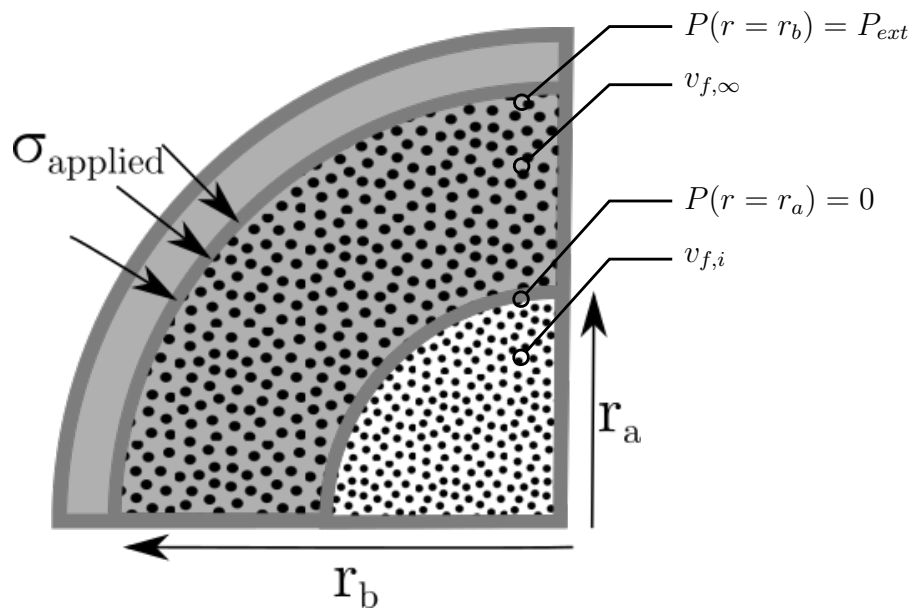


Figure 5.3 Illustration of a cylindrical REV for commingled fibre where polymer (grey) flows from a high pressure zone into a cylindrical, dry fibre bed (black) leaving wetted fibre slightly less compacted than dry fibres ($v_{f,\infty} < v_{f,i}$)

Microscopic flow therefore occurs as a converging flow of polymer through porous media. This sort of flow is well described by Darcy's law such that

$$(1 - v_f^j)(u_r - u_f) = -\frac{\kappa}{\eta}\frac{dp}{dr} \tag{5.3}$$

where v_f^j is the dry v_f, u_r the polymer velocity, u_f the fibre velocity, κ the transverse permeability of the fibre structure, η the polymer viscosity, and $\frac{dp}{dr}$ the hydrostatic pressure gradient. The mass conservation equations for the polymer and fibres is then expressed as

$$\begin{cases} \frac{\partial}{\partial t}(1 - v_f^j) + \frac{1}{r}\frac{\partial}{\partial r}[(1 - v_f^j) r u_r] &= 0 \\ \frac{\partial}{\partial t} v_f^j + \frac{1}{r}\frac{\partial}{\partial r}(v_f^j r u_f) &= 0 \end{cases} \tag{5.4}$$

where the first equation represents the conservation of resin content and the second equation represents the conservation of fibre.

Finally, the conservation of the initial fibre content in the REV is also expressed as

$$v_f^j {R_0^j}^2 = v_{f,i} {r_a^j}^2 + v_f^j \left({r_b^j}^2 - {r_a^j}^2\right) \tag{5.5}$$

Equations 5.3, 5.4, and 5.5 can than be combined with the boundary conditions 5.6a 5.6b to obtain the first derivative of r_a^j such that

$$p = 0, \quad u_r = \frac{dr_a^j}{dt} \quad at \quad r = r_a^j \tag{5.6a}$$

$$p = P_{ext}, \quad u_f = \frac{dr_b^j}{dt} \quad at \quad r = r_b^j \tag{5.6b}$$

$$\frac{dr_a^j}{dt} = f(P_{ext}, r_a^j, \kappa, \eta) \tag{5.6c}$$

where P_{ext} is the hydrostatic pressure provided by the macroscopic flow model. Integration of this equation is performed using Euler's method to solve for r_a^j which in turn is used to obtain r_b^j.

5.2.3 Permeability of fibrous structure

Appropriate representation of the preform permeability is essential to adequately represent the polymer flow. Several models have been proposed to represent the permeability of porous media. Some formulations have been proposed for geometry-specific arrangement like Gebart [33] who proposed a model for flow parallel or transverse to aligned fibres. This specific model provides a relationship for permeability as a function of particle size and flow direction. Because permeability is affected by a myriad of factors such as fibre size [33], size distribution [141], fibre waviness [32], or compaction history [31] such a model may be too rigid to adequately represent experimental conditions. The original model proposed by Kim et al. used Kozeny-Carman's model to represent both the intra-bundle transverse permeability and the inter-bundle axial permeability. The Kozeny-Carman [142] model for instance presents as follow:

$$\kappa = \frac{\hat{r}^2}{4K} \frac{\phi^3}{(1-\phi)^2} \tag{5.7}$$

where the predicted permeability (κ) is a function of particle radius ($\hat{r}$), porosity (ϕ), and a fitting constant (K). This fitting constant provides flexibility of the model to better represent the effect on permeability of other phenomena such as fibre waviness, yarn twist, non-circularity of fibres, etc. In the case of microscopic flow, the particle radius is the fibre radius ($\hat{r} = R_f$) and the porosity is defined using the REV fibre volume fraction (v_f^j). In the case of macroscopic flow, particle radius is taken as the smallest agglomeration size ($min(r_b^j)$) and the porosity as the inter-agglomeration area defined as

$$\phi(z) = A(z) - \sum \pi r_b^j(z)^2 N^j \tag{5.8}$$

5.2.4 Polymer rheology

Thermoplastic polymers' viscosity is non-Newtonian and highly dependant on temperature. The use of a high pre-heating temperature ensures the polymer quickly attain its processing temperature when entering the die. Therefore, the represented polymer viscosity η is adjusted to reflect its dependant on the targeted processing temperature, assumed constant in the die. The dependence on the shear rate of the polymer was however neglected. Sochi et al. [110] highlighted in their review that no general model yet exists to adequately represent non-newtonian flow in porous media. Moreover, Haffner et al. [104] concluded that the shear-dependant behaviour is rather negligeable in a pultrusion context.

5.3 Experimentation

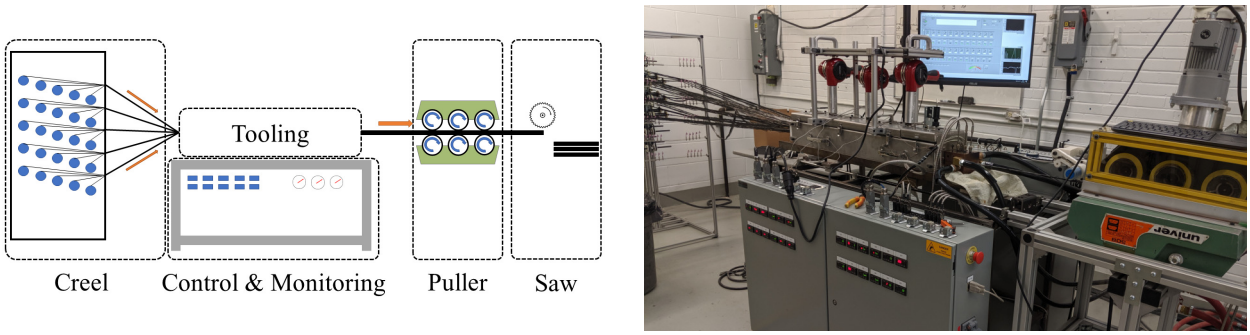
5.3.1 Materials & Material Characterization

This study used commingled fibres yarns (*Concordia Fibers LLC* composed of a 12K yarn of carbon fibre (AS4A, Hexcel) and PEI (Ultem 9011, Sabic), which has a T_g of 217 °C. The commingled yarn has a nominal v_f of 53% with 0.3 wt% sizing.

5.3.2 Apparatus

Figure 5.4a depicts an overview of the pultrusion apparatus used. The apparatus is composed of four sections: a creel assembly, the heated tooling, a puller, and finally, a cutting and storing section. The creel provides support for the yarn packages as well as tension control on each yarn. This axial tension, approximately 3 N per yarn, is there to maintain yarn straightness entering the tooling as the polymer contracts above its glass transition temperature. The heating, forming, and cooling section is responsible for processing the material and is discussed more below. The tooling assembly sits on a movable platform stopped by a load cell which measures the total pulling force in the system. The control and monitoring assembly is composed of several programmable logic controllers which regulate, in closed loop, the tooling temperature. It also comprises a data acquisition module that logs the tooling temperature, pultrudate velocity, and pulling force. Lastly, the puller imposes the nominal process velocity. When exiting the puller, the material is manually cut to the desired length.

Figure 5.5 illustrates the tooling assembly as well as the position of the load cell, used to



(a) (b)

Figure 5.4 Overall schematic (a) and picture (b) of the laboratory pultrusion apparatus as used in this study where the creel is seen on the left, tooling and heating control system in the center and material exits to the right via the puller.

measure the pulling force on the system, in the bottom right. The heating, forming, and cooling section is itself composed of three zones: a preheater, forming dies, and a cooling die. The first is used to heat the material close to its processing temperature (380 °C). It uses three 1400 W hot-air blowers (VT-752D, Master Appliances) as well as two 720 W radiative elements at the end of the preheater. The preheater's first two hot-air blowers are set at around 200 °C which is close to the polymer glass transition temperature of 217 °C. The last section of the preheater, where the radiative heaters are located, is set at a higher temperature of 350 °C in order to bring the material closer to its processing temperature. The forming dies are processing the material at 380 °C. Forming dies are responsible for gradually shaping the material, removing air and consolidating the precursor. These are tapered cross-section, TiN coated P20 steel removable inserts (polished to 0.02 µm Ra). The inserts are removable in order to easily change the die geometry. Several die sequences were used in this study. The dies geometry all consists of a linearly convergent taper cavity with a length of 38.4 mm and width of 12.7 mm although with different taper angles and different final opening height (h_{out}). Forming dies are spaced about 10 mm apart to monitor the entrance of each die during processing. Lastly, a cooling die is used to cool the material so that it exits the tool at a temperature below its glass transition temperature. This cooling die is composed of a hot and cold section where the cold section is held at around 150 °C. The die is continuous, so no gap exists between the two sections. The hot and cold sections are thermally decoupled by a heat break where the die is thinned out around the cavity. The heat break spans a length a 7.5 mm where the die consists of a thin wall of 5 mm surrounding the cavity before meeting with the cold section. The final pultrudate produced is a flat bar of 12.7 mm wide by 2 mm thick.

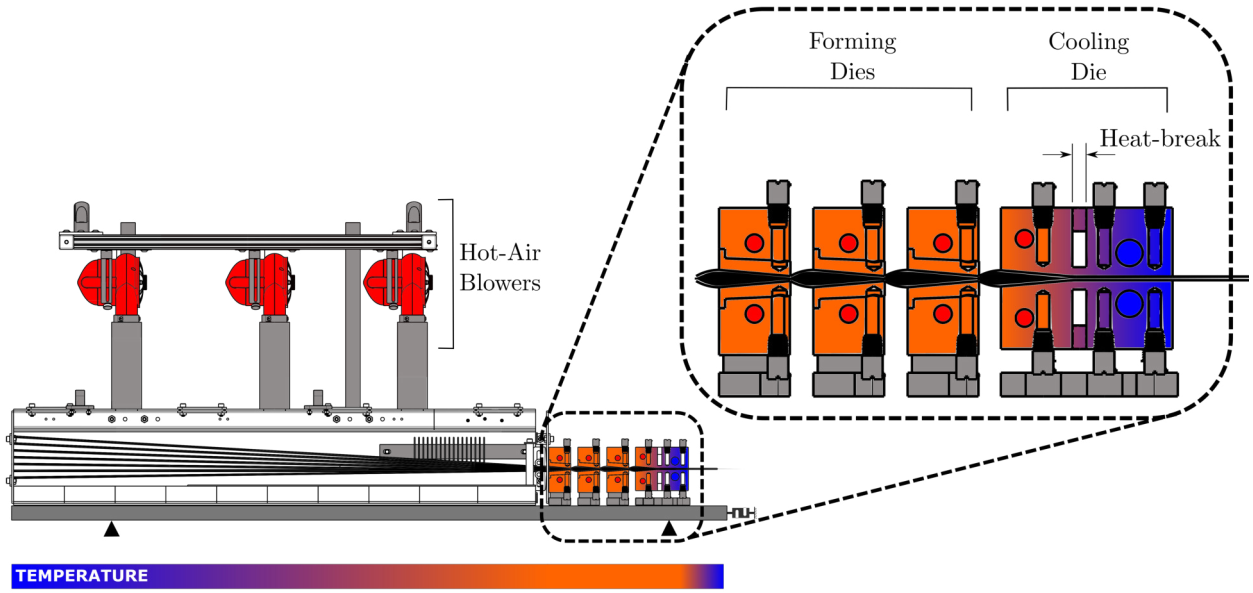


Figure 5.5 Schematic of the tooling assembly comprised of a preheater, forming dies, and cooling die, in the experimental apparatus

5.3.3 Pultrusion Experiments

Pultrusion experiments were carried out in several phases. The internal temperature profile of the tool was initially validated to reach the target temperature of the pultrudate and validate the isothermal hypothesis used in the model. Figure 5.6 illustrates the different experimental configurations using different number of dies and the obtained material or process property. The microstructure of preliminary pultrusion experiment was used to characterize the dry and wet fibre volume fraction ($v_{f,i}$ and $v_{f,\infty}$) of the bundles as well as their size distribution (N^j and R_0^j). Then, series of experiments using a single forming die (without cooling) was performed by gradually increasing the yarn count up until fibre damage occurred. This test serves as a baseline to evaluate the axial permeability constant of the precursor and validate single die performance metrics of the model. Several die sequences were later tested to compare the model predictions with experimental data collected. They were tested first, with only the three forming dies to illustrate the pulling force generated at various velocities. Then, the use of the cooling die produced consolidated samples which could be tested for their ILSS and constituent content. The cooling die was initially left out since its contribution can mask out lower pulling forces generated in the forming dies. Pulling force from the cooling die is significantly higher due to higher polymer viscosity and adherence to the die wall [89].

The total system pulling force was thus measured in a separate set of experiments, as was the degree of impregnation of consolidated pultrudate.

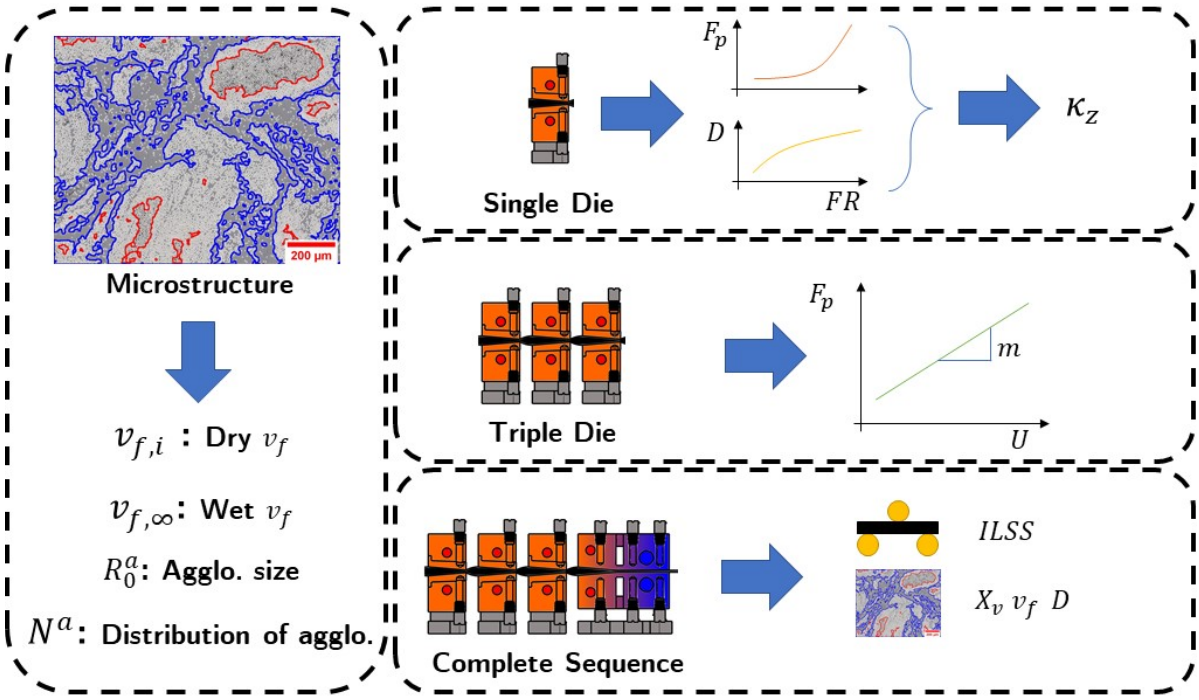


Figure 5.6 Illustration of the experimental observation carried with each experimental configurations: the microstructure observation was used to measure dry and wet v_f and agglomeration size distribution, single die pultrusion experiments were used to evaluate the axial permeability of the fibre structure, triple die experiments were used to evaluate the relationship between pulling force and process velocity, and finally, complete die sequences were used to evaluate pultrudate ILSS and constituent content.

Process Temperature Validation

A small thermocouple (36AWG, Type J) wire was fixed to a yarn in order to measure the material temperature during its passage through the dies. Temperature and pultrudate position were recorded at 10 Hz. The temperature profile inside the tooling was then determined by referencing the recorded temperature with the position of the pultrudate.

Single Die Pultrusion

Two experiments were conducted with 2° and 8° taper dies. The pultrusion procedure during the experiment consisted of gradually filling the die with more and more material. Commingled yarns were gradually inserted through the tooling by fixing them together with a splicer

(Model 701, Airbond). The die fill ratio (FR) is defined as the quotient of entering material's cross-sectional area to the die outlet's area. Pultrusion was started at a low fill ratio (∼65%) and gradually increased. New yarns were added only after the pulling force had been stable for at least 60 s. The experiment continued until fibre damage caused blockage. Pulling force was recorded during the whole experiment and the degree of impregnation was measured on the pultrudate produced as described in section 5.3.4.

Triple-Die & Complete Die Sequence Pultrusion

Both triple-die and complete die sequence configurations were tested identically. The puller was initially started at the lowest speed tested (50 mm/min) until all yarns had passed and the force reading was stable for at least 5 min. Velocity was then kept constant for at least another 5 min. The velocity was then changed to the next point. Velocities between 50 mm/min and 600 mm/min were tested at predefined increments. A wait-time of at least 5 min was observed between each tested velocity in order to ensure steady-state condition was reached.

Pultrudates were composed of 28 yarns. Considering a nominal area of 2 mm by 12.7 mm, a v_f of 53% was achieved at the cooling die outlet. Preliminary testing with this material showed that increasing the fibre volume fraction above the commingled nominal v_f caused significant issues with the process. Broken fibres create blockages in the dies and dramatically increase the pulling force. The fibre volume fraction was kept below the nominal commingled v_f in order to avoid such a situation. A die sequence consists of dies with given taper angles and outlet heights. The dies outlet cross-sectional areas were placed in decreasing order. These sequences were assembled to establish the influence of the die taper angle (α) and the area reduction ratio (δA) defined as,

$$\delta A_{i,i+1} = \frac{A_i}{A_{i+1}} - 1 = \frac{h_i}{h_{i+1}} - 1 \tag{5.9}$$

where A_i is the outlet area and h_i is the outlet height of die i. This ratio represents the percent reduction between two dies (i and $i+1$). The simplification to the height ratio is possible since all dies have the same outlet width. The area reduction ratio is always positive since the dies' outlet area is always reducing. Table 5.1 below lists the dies' taper angles (α), outlet height (h_{out}), and area reduction ratios (δA) for the six die sequences tested. The die sequence nomenclature provides information on the dies' taper angle followed by the δA in between dies according to the following convention: $\alpha_1/\alpha_2/\alpha_3/\alpha_4 - \delta A_{1,2}/\delta A_{2,3}/\delta A_{3,4}$.

Table 5.1 Dies' dimensions for the different pultrusion die sequences tested

Sequence Name	**Die 1** (Forming)		**Die 2** (Forming)			**Die 3** (Forming)			**Die 4** (Cooling)		
	α [°]	h_{out} [mm]	α [°]	h_{out} [mm]	δA [%]	α [°]	h_{out} [mm]	δA [%]	α [°]	h_{out} [mm]	δA [%]
2/2/2/2°-10/8/9%	2	2.67	2	2.41	10	2	2.21	8	2	2.01	9
5/5/5/2°-4/4/9%	5	2.41	5	2.31	4	5	2.21	4	2	2.01	9
5/5/5/5°-4/4/9%	5	2.41	5	2.31	4	5	2.21	4	5	2.01	9
8/8/8/8°-2/2/1%	8	2.13	8	2.08	2	8	2.03	2	8	2.01	1
8/8/8/2°-4/4/9%	8	2.41	8	2.31	4	8	2.21	4	2	2.01	9

5.3.4 Constituent Content and Degree of Impregnation Evaluation

Microstructure of pultruded samples was characterized by optical microscopy. This was done for pultrudates from single-die configurations and complete (4 dies) configurations processed at low velocity (50mm/min. Samples were cut into small lengths (∼12 mm) and encapsulated into a cold mounting epoxy system (EpoFix, Struers). Samples were then prepared using traditional polishing technique on an automatic polisher (Tegramin 25, Struers) before observation with a microscope (VHX-7000, Keyence). High-resolution images were then analyzed using an image processing suite (ImageJ). v_f and X_v were obtained through thresholding-based segmentation. A similar algorithm was used to determine dry v_f ($v_{f,i}$) and wetted v_f ($v_{f,\infty}$) as well as the fibre bundle size distribution (R_0^j and N^j). The degree of impregnation was measured by computing the number of wetted fibres over the total number of fibres.

Constituent content of samples was also evaluated by liquid displacement to improve the confidence in the measurements obtained with optical microscopy. Assuming no yarns are lost during the experiment, the exact quantity of carbon fibre per cross-sectional area is known. It is therefore possible to evaluate the constituent content with a sample density measurement. The mass of fibre per sample can be calculated from the mean sample length, the number of yarns, and the yarn yield in mass per unit length as provided by the manufacturer. Since the whole width of the pultruded beam is analyzed here, the hypothesis of fibre mass conservation holds. For each sequence, 5 samples were cut with a wet diamond saw. The cut edges were sanded flat and free of burrs. Samples were then conditioned for 4 h at 150 °C in a vacuum oven and left to cool in a vacuum desiccator. Next, the length of each sample was measured using a micrometre and averaged over 3 measurements. Using an analytical balance (CPA124S, Sartorius) equipped with a density determination kit, density measurements were performed according to ASTM D792 using hexadecane as immersion liquid. Constituent volume fraction was then calculated from the sample apparent density and constituents'

respective densities provided by manufacturers.

5.3.5 Mechanical Testing

Short-beam shear test (ASTM D2344) was selected to evaluate the ILSS of the produced samples and support the degree of impregnation measured. Tests were conducted using a universal testing machine (Insight, MTS equipped with 15 kN load cell) and a 3-point bending jig (100-027-125, MTS). For each sequence, 5 specimens of 2 mm × 4 mm × 12 mm were cut using a wet, diamond blade saw and then conditioned for 24 h at room conditions. Samples were cut with the fibres aligned with their length as to load them over their strongest direction.

5.4 Results and Discussion

5.4.1 Material Microstructure

Figures 5.7 illustrates the partially consolidated state of pultruded carbon fibre commingled yarn supplied by *Concordia Fibers*. The illustrated microstructure is comprised of individual fibers (in white) agglomerate in bundles of various sizes. Smaller bundles are fully saturated by the polymer matrix (in gray) while the larger bundle in the upper left corner presents a porous center (in black). Fibres are agglomerated in dissimilar bundle sizes and are not clearly defined. A polymer rich region exists while stray fibers and small bundles occupy the space between the larger bundles. This fibrous material is not the result of decompaction during impregnation but is present due to the stochastic nature of the precursor's commingling process. The illustrated microstructure supports the need for a multi-modal fibre agglomeration representation.

Table 5.2 lists the model material properties needed to solve the equations discussed earlier. The material microstructure properties were derived from segmentation-based image processing algorithms. The fibre volume fractions dry and wet are relatively close to each other. The initial agglomeration sizes are derived from a set of images taken from several samples. A bi-modal distribution is used in this study centred at 50 µm and 300 µm and each representing approximately 50% of the total amount of fibres present. This distribution can be described as having rather large fibre bundles with several smaller bundles occupying the space in between. The polymer viscosity is taken from the provided datasheet at the processing temperature.

Figure 5.8 illustrates the thresholding-based segmentation results where fibre bundles are

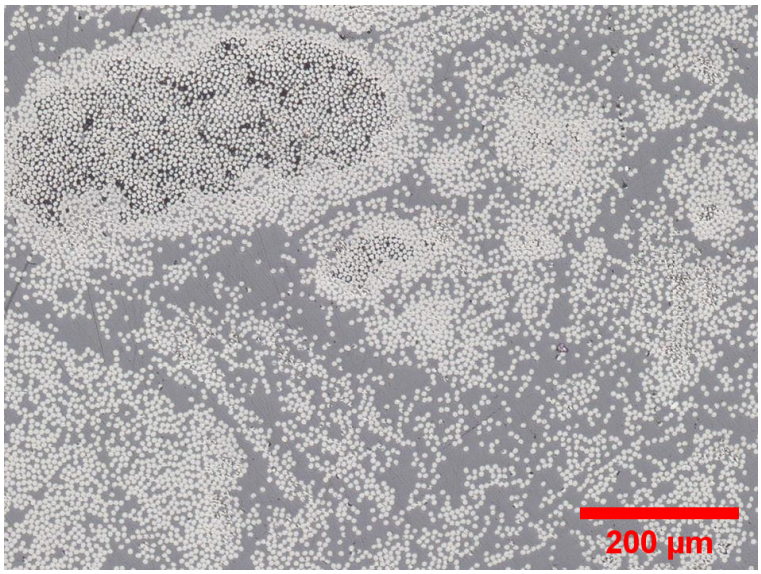


Figure 5.7 Micrographies of partially impregnated carbon fibre commingled yarn illustrating its microstructure

Table 5.2 Model material properties for the commingled carbon fibre used in this study as characterized by optical micrography

Property	**Symbol**	**Unit**	**Value**
Dry fibre v_f	$v_{f,i}$	[-]	68%
Wet fibre v_f	$v_{f,\infty}$	[-]	65%
Initial agglo. size	R_0^a	[µm]	[50 300]
Aglo. size distribution	$\frac{N^a}{\sum N^a}$	[-]	[0.5 0.5]
Axial permeability constant	K_z	[m^2]	$\begin{cases} 1; & \alpha = 2^\circ \\ 5; & \alpha = 5^\circ \\ 9; & \alpha = 8^\circ \end{cases}$
Radial permeability constant	K_r	[m^2]	3
Polymer viscosity	η	Pas	500

outlined with blue lines and their dry fibre center outlined in red. From these results, the degree of impregnation is computed from the ratio of wetted fibres to the total number of fibres. Furthermore, the packing density of the fibres in both the dry and wet regions was measured as well as the fibre bundle size distribution. These results, reported in table 5.2, are based on the analysis of 5 sample images.

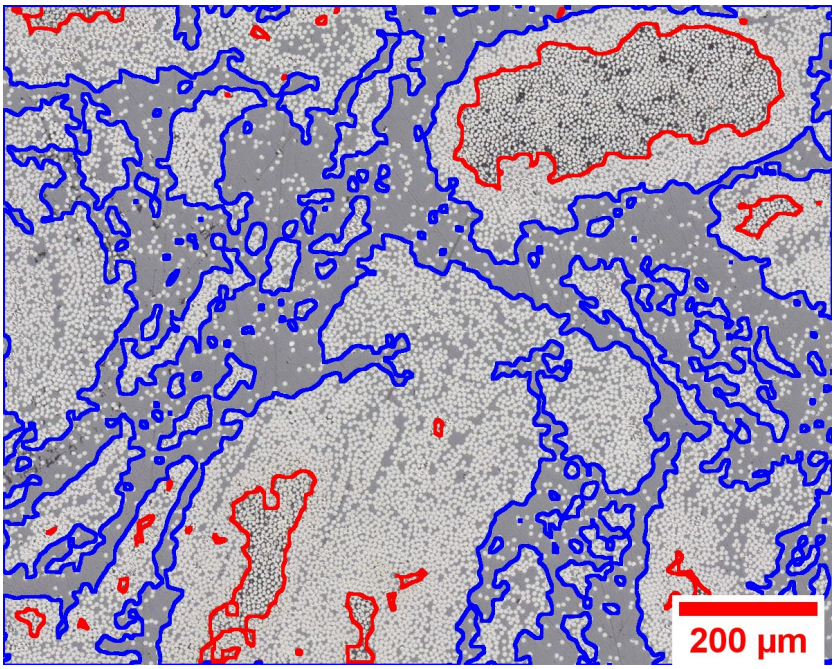


Figure 5.8 Specimen of deconsolidated pultrudate illustrating the segmentation algorithm results of dry (red contour) an impregnated fibre bundles (blue contour)

5.4.2 Pultrusion Experiments

Process Temperature Validation

Figure 5.9 illustrates a typical temperature profile measured during a pultrusion experiment at 200 mm/min. The solid line corresponds to the thermocouple reading, while the dashed line corresponds to the apparatus setpoint temperatures described earlier. The hot-air blowers are set at 200 °C, the radiative heater at the end of the preheating chamber is set at 350 °C where it overlaps with the last hot-air blower. After the preheater, the dies are heated up to 380 °C. The gaps in the apparatus where no heat is applied are not represented.

The recorded temperature quickly rises when entering the preheater and stays stable up until the end of the chamber. At the very end, a sudden spike in temperature occurs before drastically reducing. The temperature then quickly rises again when entering the first die. The temperature recorded in the first die is slightly below the target temperature of 380 °C. Since the tool surface measured is known to be at the target temperature, this situation indicates that the thermocouple does not lie directly on the tool surface and that a thermal gradient exists in the material. The recorded temperature then abruptly drops when exiting the die. This behaviour is caused by gaps between the dies. These gaps, while being undesirable from a thermal point of view, are required for monitoring the dies' entrance where broken fibres

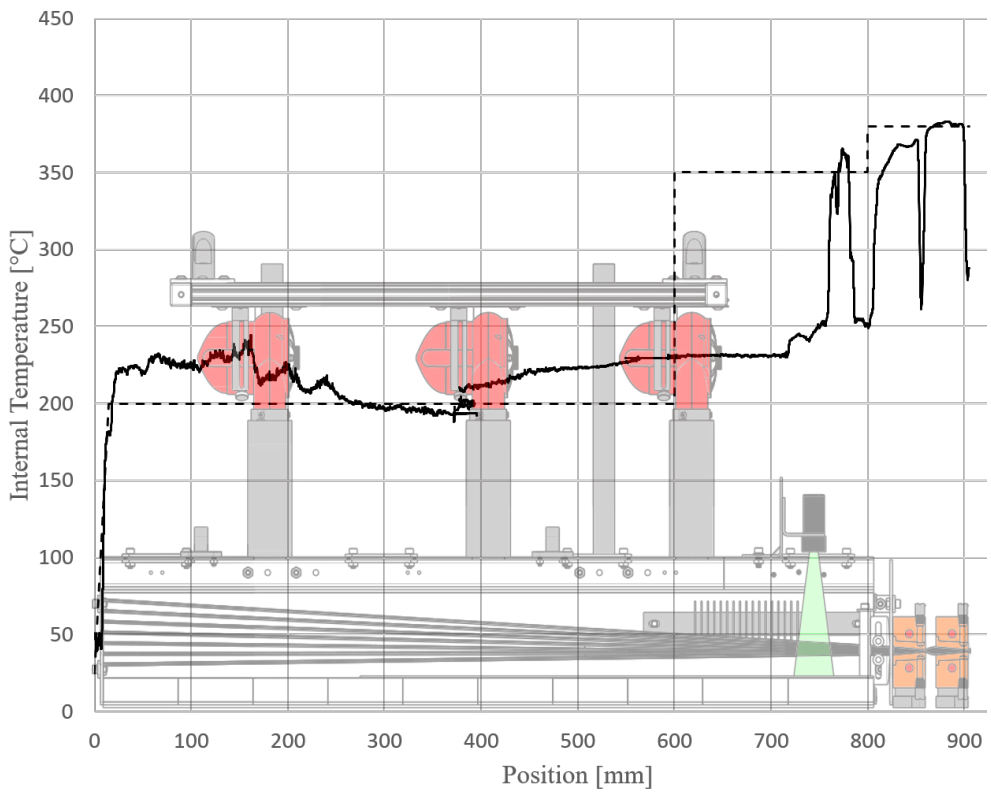


Figure 5.9 Internal temperature in the pultrusion tooling as measured during preliminary experimentation.

sometimes accumulate. The recorded temperature then rises again when entering the second die and reaches its target processing temperature quite rapidly before the temperature drops again while exiting the die.

The recorded temperature profile shows that the first setpoint temperature of 200 °C is reached quite rapidly, giving confidence that it would be reached at higher process velocities. The sudden rise in temperature at the end of the preheater is believed to be caused by the compaction of the preform just in front of the guiding rollers at the end of the preheater. The large temperature variation in the inter-die space may be attributed to the deconsolidation of the preform combined with the very low thermal inertia of the thermocouple. During deconsolidation, the preform expands and this may cause the thermocouple to lose contact with the polymer melt. It would then measure the air temperature inside the fibre bed, which, because it has a much lower heat capacity, would explain the rapid temperature variation observed. The actual polymer melt temperature is expected to lower in the inter-die space, albeit at a slower rate. In the end, the rate of change of the recorded temperature in the preheater gives confidence that the first setpoint of 200 °C is reached even at a higher process

velocity. However, the temperature gradient recorded in the first die might be accentuated at higher velocities. Thus, single die experiments were carried at lower processing velocity (100 mm/min).

Single Die Behaviour

Results of single die pultrusion results are displayed in figures 5.10a and 5.10b. Figures respectively show the pulling force and degree of impregnation for different die fill ratios (FR) while using parameters from table 5.2. The axial permeability constant (K_z) was adjusted for both die taper angles independently. The resulting K_z values which provided the best fit were found to be 0.5 and 9 for the 2° and 8° dies respectively. An interpolation was performed to obtain the 5° die's K_z at $5\,\mathrm{m}^2$. In figure 5.10a, error bars represent one standard deviation from the mean pulling force recorded over 60 s. As stated, experiments were conducted at a constant process velocity (100 mm/min). The pulling force is exponentially growing with the filling ratio. The model seems to slightly underestimate the measured pulling forces. Predicted pulling force and degree of impregnation are null for fill ratios below 0.8. This is explained by the lack of material entering the die to create pressure. The small pulling forces ($\sim$25 N) observed below this threshold could be due to friction or yarn compressibility, for instance. The degree of impregnation measured exhibits a similar behaviour where, at low filling ratio, a near-zero value is expected. As the filling ratio increases, the degree of impregnation rapidly increases at first, and then steadily increases albeit at a slower rate. This phenomenon is due to the dual scale of fibre agglomerations. Smaller agglomerations saturate faster than the large ones. The discontinuity in the curves presented corresponds to the point where the small agglomerations are fully saturated and only the large ones remain. This discontinuity is visible in the data from the $\alpha = 2°$ configuration only at $FR = 1$. The poor fit between the model prediction and collected data is attributed to the measurement method. These observations were performed on deconsolidated samples since no cooling die was used. This caused some difficulties for the image-based algorithm in rendering the boundary between the wetted and dry fibre domains. No standard deviation is available for the data presented for lack of repeated measurements at each point.

Triple Die Behaviour

The forming dies pulling force contribution in the system was measured by using the first three dies of each die sequence. Only the cooling die was left out. There is one less sequence tested since two sequences (see Table 2, 5/5/5/5°-4/4/9% and 5/5/5/2°-4/4/9%) have the same forming dies dimensions. Figure 5.11 below illustrates the recorded pulling forces for

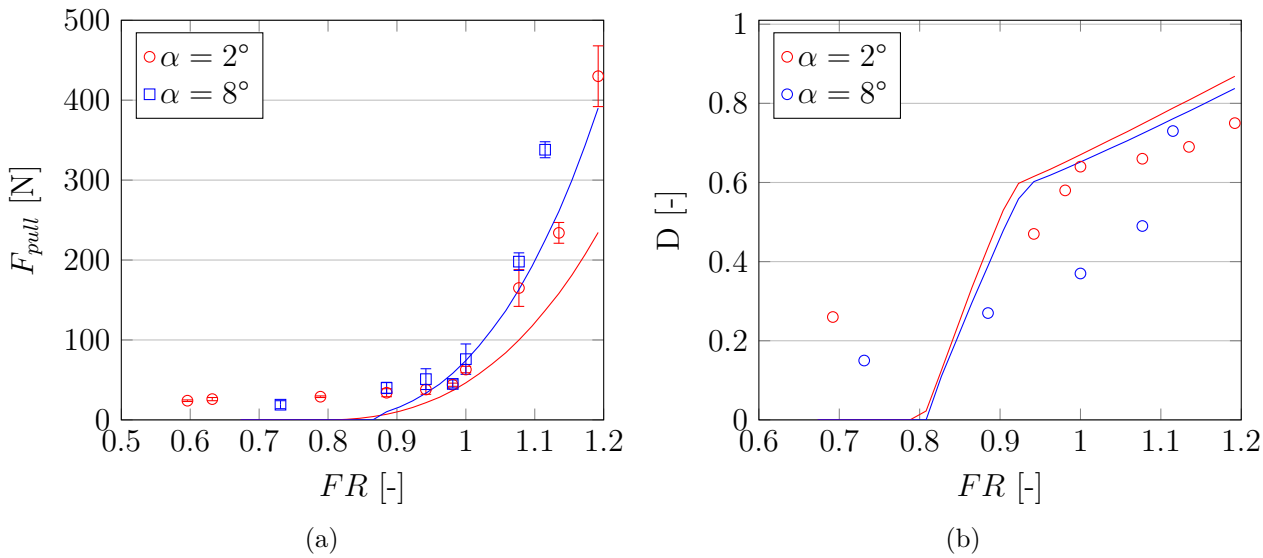


Figure 5.10 Pulling force (F_{pull}) (a) and degree of impregnation (b) of single die systems in function of the die fill ratio (FR) and die taper angle (α). Error bars represent one standard deviation from the mean.

the 5 die sequences tested as well as the model prediction. Measured data are illustrated as points with error bars linked by a dashed line, while model prediction is a solid line. Error bars have an amplitude of plus or minus one standard deviation over the recorded period. Not all velocities were tested for all die sequences in order to reduce the number of setpoints to be recorded. Some setpoints were also removed because of transient phenomena causing instabilities in the measurement. The pulling forces reported in the graph seem to be linear. Thus, trend dashed lines were added to illustrate the general slope. This linearity is expected to occur with a constant viscosity polymer and static fibre properties. Non-linearity of the pull force is expected with non-isothermal conditions, shear-thinning, fibre bed compressibility, or fibre damage during processing. At first glance, it is possible to observe strong variations between the tested die sequences. 8/8/8°-2/2% stands out by exhibiting a higher slope, while the lowest slope was observed from the 8/8/8°-4/4% sequence. Good agreement is found between the model and experiment data for the 5/5/5°-4/4 %. Concerning the 8° and 2° sequences, the pulling force is underestimated for sequences at low δA (8/8/8°-10/8%, 8/8/8°-4/4%) and overestimated at high δA (2/2/2°-10/8%). This suggests a sensibility of either L_{eff} or the axial permeability to the previous die's dimension (or δA) or could be explained by non-isothermal conditions in the preform.

Linear regression on several die sequences' pulling force behaviour reaches a non-zero intercept which is coherent with the single die behaviour observed previously. Slopes of pulling force

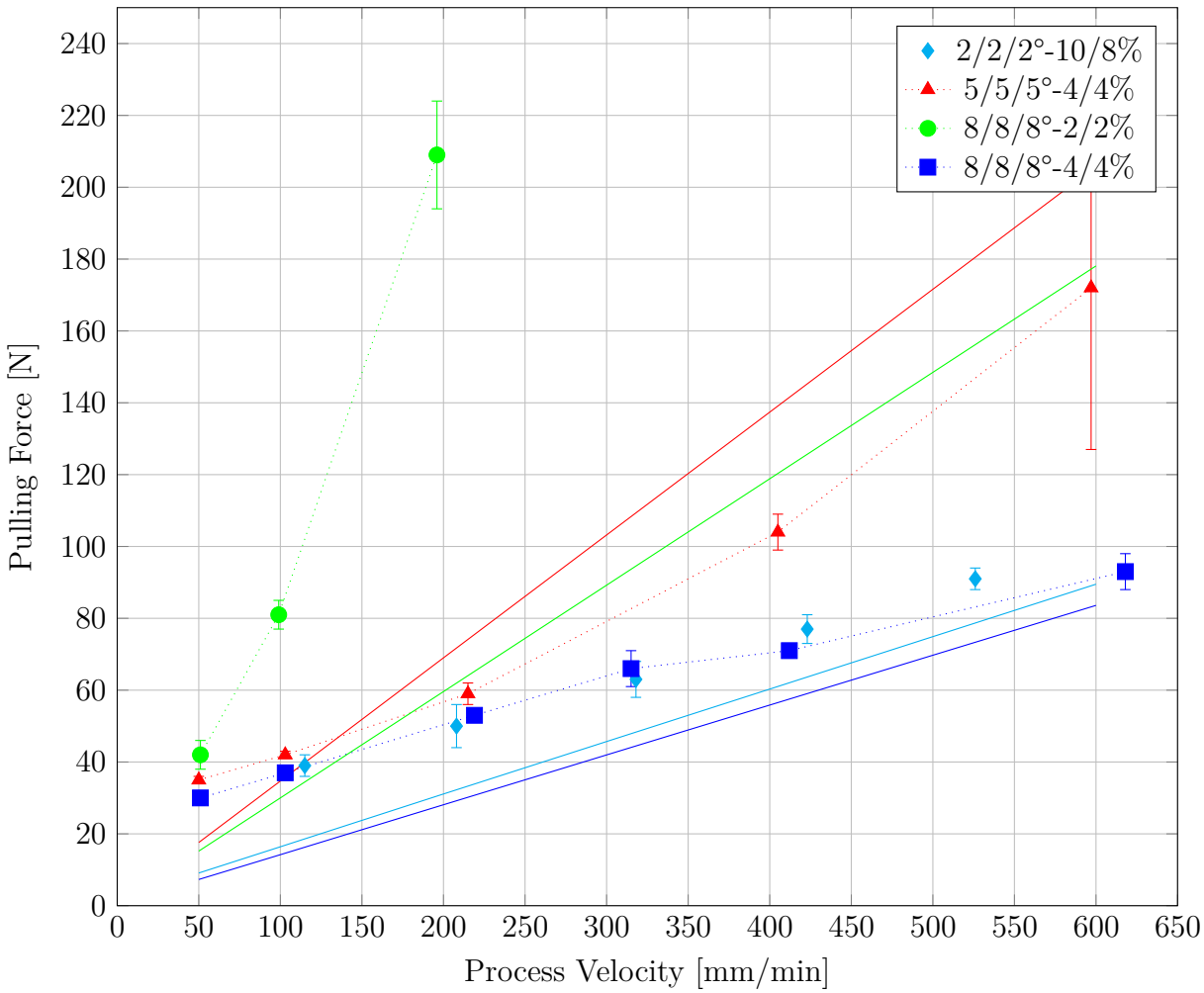


Figure 5.11 Pulling force recorded (marks) and predicted (solid lines) for the different sequences tested. Error bars represent plus or minus one standard deviation during the recording interval.

in function of process velocity (m) for experimental data and model predictions are listed in figure 5.12 where light grey bars represent the measured slope within a 95% confidence interval. This representation better illustrates the over-estimation of the pulling force at higher δA (>4%) and under-estimation at lower δA. Only the 5° taper angle die sequence exhibit a strong agreement with the model. The 8/8/8°-2/2% sequence exhibited a much higher slope than what was predicted by the model. A high taper angle combined with a small δA minimizes the contact length between the pultrudate and each die. This high slope could be explained by non-isothermal conditions in the pultrudate. Further testing would be required to confirm that hypothesis.

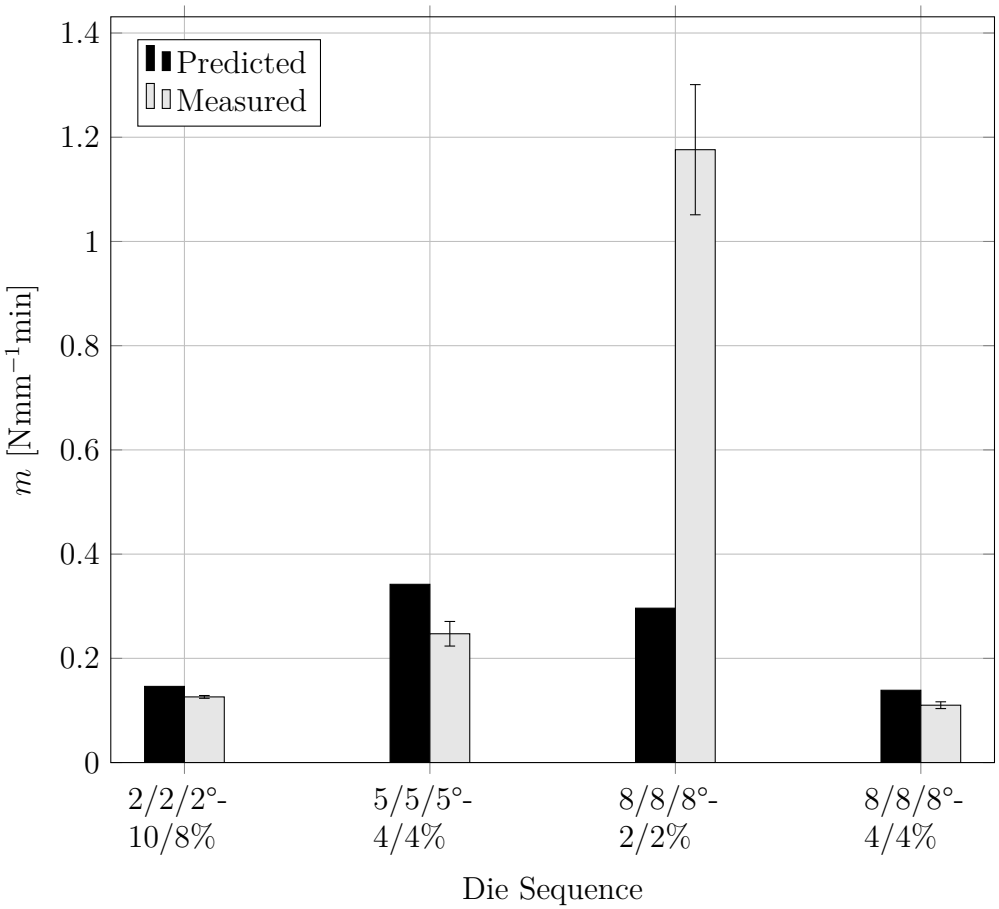


Figure 5.12 Slope of pulling force in function of process velocity

Complete Sequences

Very high pulling forces (>1000 N) were recorded when pultruding with the complete die sequences which limited processing to 50mm/min. No clear relationship could be observed from the data recorded. The high pulling forces observed are due to a cooling issue causing the polymer to stick in the straight section of the pulling die. Data was therefore discarded. It was, however, possible to pultrude consolidated beams at relatively low velocity for all die sequences in order to perform constituent content analysis and mechanical tests.

5.4.3 Constituent Content

Figure 5.13 reports the degree of impregnation as measured (error bars represent one standard deviation) and as predicted for the six die sequences tested. Black bars represent the predicted degree of impregnation from the model and grey bars the measurements performed by image analysis. All predictions are in agreement with experimental data except for the 8/8/8/8°-

2/2/1% sequence. Because of large standard variations in samples' degree of impregnation, most die sequences cannot be differentiated statistically. Die sequences using 5° taper angles seem to perform better than the 2° and 8° sequences. This suggests the existence of an optimal taper angle for the current precursor used. It is expected that this optimal angle varies with the ratio of axial to transverse permeability of the precursor.

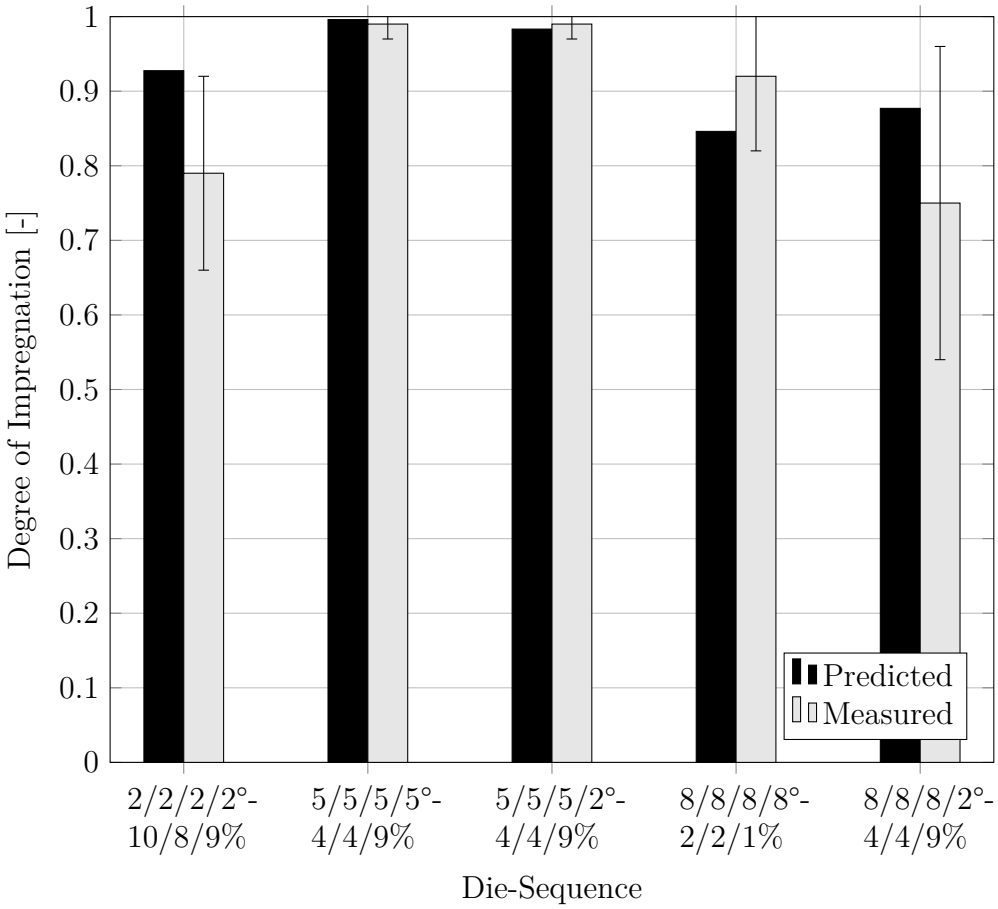


Figure 5.13 Degree of impregnation measured and predicted for the different die sequences tested. Error bars represent plus or minus one standard deviation.

Figure 5.14 reports the fibre and void volume fraction as measured by liquid displacement for the various sequences tested. White bars represent the v_f and grey bars, the X_v while errors bars represent a variation of one standard deviation. v_f measured are within a fraction of a percent of the nominal v_f for all die sequences tested. This confirms that no significant damage or blockage affected the results. Here again, X_v varies, although not always in a significant way. Because of the large standard variations, In this case, the sequences using 5° taper angles can be deemed to have a lower void content. However, 8° and 2° sequences cannot be differentiated.

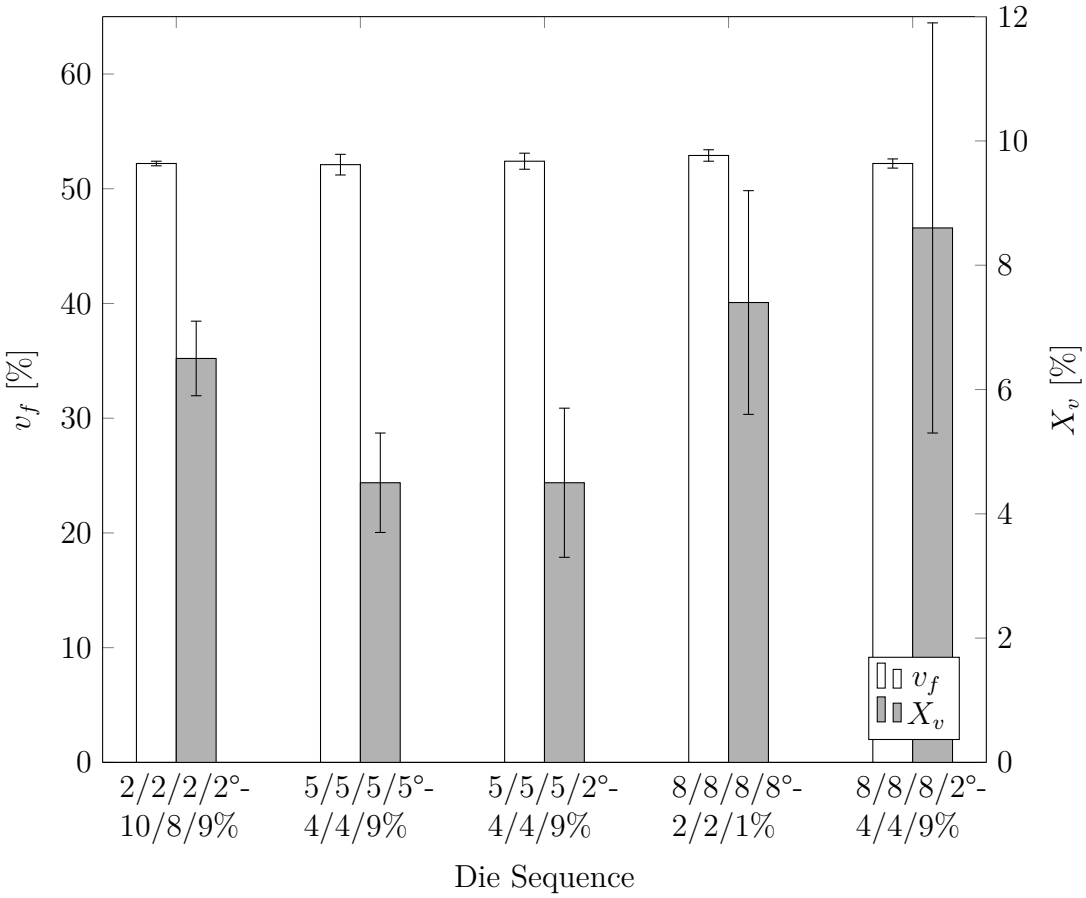


Figure 5.14 Fibre volume fraction and void volume fraction measured by liquid displacement for each sample pultruded. Error bars represent ± a standard deviation for a sample size of $n = 5$

5.4.4 Mechanical Test

ILSS is strongly affected by the degree of impregnation and therefore is a good indicator general quality of the pultrudate produced. Figure 5.15 summarizes the obtained ILSS results (grey bars) as well as the predicted pulling force slope m for the complete sequences (white bars). While the ILSS expresses the quality of the pultrudate produced, m, in this context, is a processability index where a lower m implies reduced costs of the pultrusion infrastructures since less force is required. All specimens were taken from samples pultruded at 50 mm/min. Error bars represent plus or minus one standard deviation for both ILSS and m. Two groups seem to emerge from the graph. Samples pultruded with 5° taper angles (5/5/5/2°-4/4/10% and 5/5/5/5°-4/4/10%) exhibit about 10% higher ILSS than every other sample (T-Test, $p<0.05$). The 8/8/8/8°-2/2/1% sample is statistically indistinguishable from the 8/8/8/2°-4/4/9% sequence because of the higher sample variance. Sample 2/2/2/2°-10/8/9% is also

statistically indistinguishable from the 8° samples. This implies that modifying the taper angle from 5° to 8° or 2° did not improve the mechanical properties while significantly easing the processability at higher velocity.

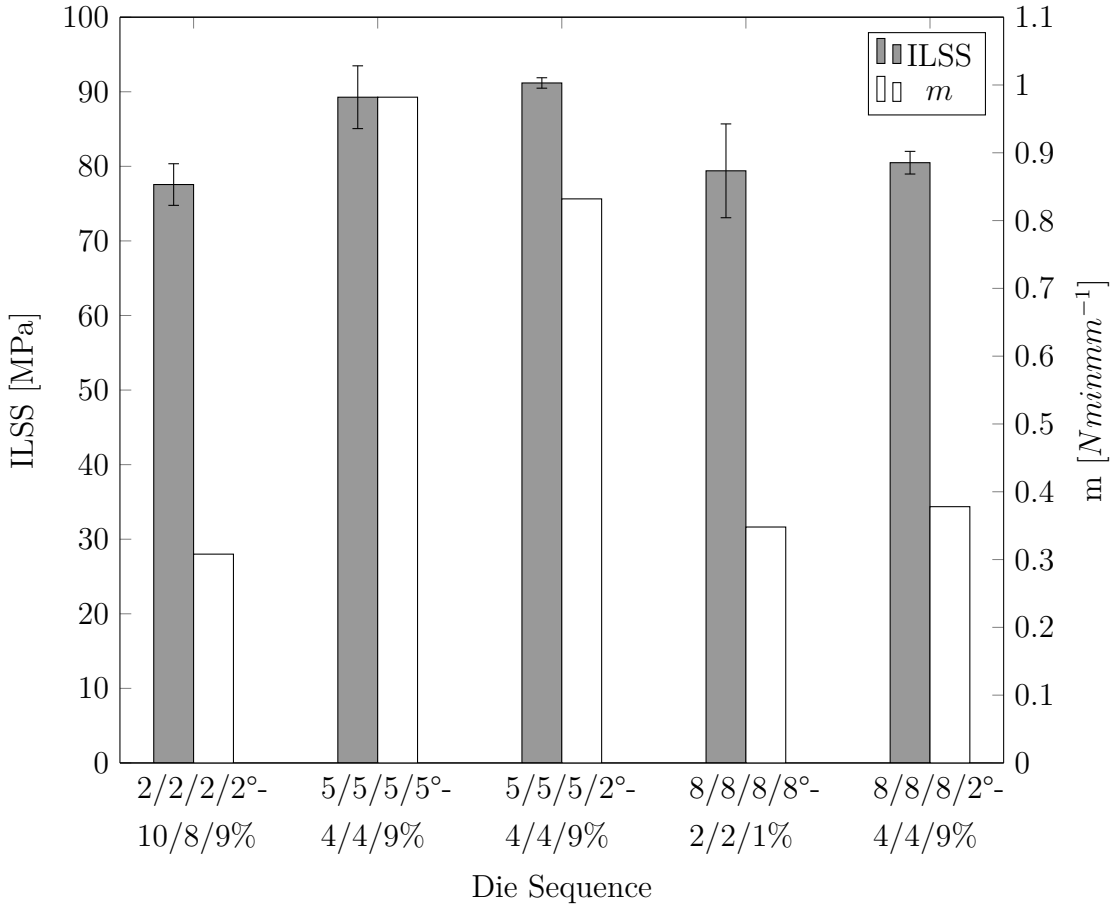


Figure 5.15 Interlaminar shear strength measured by ASTM D-2344 (grey bars) and slope of predicted pulling force-velocity (white bars) of each die sequence tested.

5.5 Conclusion

In this study, pultrusion experiments were conducted to evaluate the effect of varying dies geometry on the pulling force and quality of the pultrudate. The effect of using multiples was tested and the material thermal profile in the tooling was measured in order to ensure the validity of the experiments performed. A modelling algorithm was proposed to predict the pulling force and degree of impregnation of a multi-die pultrusion system. A novel methodology was employed to tailor the material's permeability using single-die experiments and a total of five multi-die sequences were tested and analyzed. Several conclusions can be drawn

from the results obtained in this study. Firstly, higher pulling forces do not necessarily mean an improvement in pultrudate impregnation. Higher pulling forces are expected to arise from greater pressure and fibre volume fraction in a die. However, there seems to exist a balance between pulling force and degree of impregnation to be obtained at 5° taper angle for the commingled yarn used. Further studies may investigate the optimality of die taper angle and precursor structure. The large sample variance in degree of impregnation limits the conclusions which can be taken from the studied die sequences. The area reduction ratio did affect the error between the model and experimental data. It suggests it is not well accounted for in the model formulation. This area reduction ratio may influence the temperature gradient in the preform since it correlates with L_{eff}. Further work is required to investigate the thermal performance of a multi-die system as well as the effect of non-Newtonian polymer behaviour. These findings provide new information of the mechanics of multi-die thermoplastic pultrusion. By optimising the pulling force and degree of impregnation relationship, it paves the way for further research that may greatly improve the processing velocity of thermoplastic commingled yarn in pultrusion. Finally, this study illustrates the use of thermoplastic pultrusion using high performance polymer (PEI) certified for aircraft interior application. Such an application can benefit from the higher production volume of pultrusion to sustain its growth in the next decade.

Acknowledgements

This project was funded by the Consortium Aerospace Research and Innovation in Canada, the Consortium de Recherche et d'Innovation en Aérospatiale au Québec (COMP-1633), MITACS (FR22686), the Ministère de l'Économie, de la Science et de l'Innovation du Québec, Kruger Biomaterials, and Pultrusion Techniques Inc.

CHAPITRE 6 CONCEPTION D'UN OUTILLAGE DE PULTRUSION MULTI-FILIÈRE POUR PRODUCTION DE TUBE À ÉCHELLE INDUSTRIELLE

6.1 Contexte

Dans le cadre du projet CRIAQ COMP-1633, une démonstration technologique de la pultrusion thermoplastique multi-filière est offerte afin de produire un remplacement d'une pièce tubulaire destinée en une utilisation en intérieur d'aéronef. Le cahier des charges de la pièce de remplacement fait l'objet d'un avis de non-divulgation et reste donc confidentiel. La pièce en soi est la barre à bagages d'une série de sièges. La figure 6.1 illustre une série de sièges d'avion et le type de barre à bagage en aluminium visant à être remplacé. Celle-ci consiste en un tube d'un peu plus de 1 m de long fixé aux sièges. Un remplacement en fibre de carbone et PEI est proposé afin d'en réduire le poids de manière significative tout en rencontrant le cahier des charges.

Figure 6.1 Série de sièges d'avions illustrant la pièce à pultruder [6]

Un outillage de pultrusion thermoplastique multi-filière est développé en plusieurs phases. Tout d'abord, une analyse fonctionnelle sommaire est présentée afin de générer les requis et

performances attendues de l'outillage. Ensuite, une modélisation thermique de l'outillage est effectuée puis validée sur l'outillage de laboratoire. Le concept retenu est présenté. Finalement, la performance de l'outillage est analysée durant la production et selon la performance du pultrudat produit. Une analyse de la géométrie et des constituants de la microstructure des pièces produites est finalement effectuée. Les pièces produites montrent un réel potentiel de la ligne de pultrusion produite toutefois, une série de bris et complications ont malheureusement forcé l'arrêt prématuré de cette dernière. Les divers problèmes rencontrés sont documentés à la fin de ce chapitre.

6.2 Analyse fonctionnelle

Le travail d'analyse fonctionnelle présenté ci-bas vise à établir les requis de conception ainsi que leurs requis d'évaluation associés [143]. La fonction principale, sous-entendue, d'un outillage de pultrusion est de produire un pultrudat aux dimensions adéquates. Dans le contexte de ce projet de recherche, il est entendu ici que l'outillage en soi est un système de pultrusion multi-filière équipé d'un système de préchauffe convectif. La majeure partie de l'effort de conception est centrée sur l'aspect thermique de l'outillage. Cet outillage de pultrusion comprend un système de préchauffage, une série de filières de mise en forme et une filière de refroidissement du pultrudat. Les besoins et requis d'évaluation des concepts retenus sont tout d'abord définis.

Dans le cadre de ce projet, le concept de système de pultrusion multi-filière était imposé. Une phase d'analyse fonctionnelle afin d'évaluer la conformité du prototype produit a toutefois été réalisée. De là, le processus de conception a suivi une approche séquentielle, parfois appelé «modèle en cascade ». Une collaboration avec l'équipe de *Pultrusion Technique inc.*, partenaire dans le projet s'est effectué le long du processus de conception afin de bénéficier de leur expertise. Ces derniers possèdent une expérience exhaustive du procédé de pultrusion, étant au coeur de leurs opérations depuis plusieurs décennies.

Le tableau 6.1 combine les fonctions principales ainsi que les contraintes de conception de l'outillage en question ainsi que leur facteur d'importance **K** où 1 est une importance maximale et 3, minimale.

La température du procédé affecte grandement la viscosité des polymères thermoplastiques. Il est donc primordial que l'outillage développé contrôle adéquatement la température du pultrudat. La température interne de ce dernier doit être supérieure à sa T_g à la sortie de la section de préchauffe. Ce critère est imposé afin de permettre un écoulement du polymère dans le renfort fibreux dès la première filière et découle d'expériences conduites en laboratoire.

Tableau 6.1 Fonctions et besoins de conception de l'outillage de pultrusion développé

No. Fonc.	**Fonctions et besoins**	**K**
1	Chauffer le pultrudat à la température de mise en forme	1
2	Refroidir le pultrudat avant la sortie	1
3	Saturer la structure de fibre	1
4	Produire un tube aux dimensions souhaitées	1
5	Ne pas endommager les fibres	2
6	Peut être facilement nettoyable	3
7	Utiliser le module de traction disponible	1
8	Utiliser les supports à filière disponibles	1
9	Isoler thermiquement la filière du porte filière	2
10	Permettre une utilisation pour de futur projets	3
11	Utiliser le module de chauffage disponible	1
12	Être transportable par le personnel	2
13	Respecter le budget alloué	2

Ce critère permet aussi de réduire l'apport énergétique des filières de forme. Dans celles-ci, la température du pultrudat doit atteindre la température de procédé visé qui se trouve dans une plage allant de 350 °C jusqu'à 400 °C. La température du pultrudat à la sortie doit, elle, être inférieure à la T_g afin d'éviter la déconsolidation du pultrudat. Afin de produire une pièce rencontrant le cahier des charges, un taux de porosité inférieur à 5% est visé. Finalement, le tube produit doit correspondre aux dimensions visées.

Le tableau 6.2 liste les requis d'évaluation associés aux fonctions et besoins présentés au tableau 6.1.

Les requis 1 à 4 correspondent aux températures souhaitées dans l'outillage ainsi que le temps de chauffage de l'équipement. Les températures sont dictées par le polymère et le temps de chauffage est imposé à un niveau jugé raisonnable pour une utilisation de la ligne de pultrusion restreinte à une journée de travail. Les requis 5 à 8 correspondent aux propriétés souhaitées du pultrudat produit. Les requis 9 et 10 concernant la rugosité et la dureté de surface des surfaces en contact proviennent de lignes directrices de l'industrie. La vitesse d'opération et la force maximale de tirant sont dictées par la capacité du tracteur utilisée (requis 11 et 12). Les requis 13 à 16 sont définis par l'enveloppe géométrique des supports à filières existants. La modularité des filières est un requis assurant que l'outillage développé puisse, en partie, être utilisable dans des projets de recherches futurs. Les requis 19 et 20 évaluent la conformité au système d'alimentation électrique existant. Le poids maximal des sous-assemblages (requis 21) est dicté afin que les pièces puissent être manipulées par 1 ou 2

Tableau 6.2 Requis utilisés pour la conception de l'outillage de pultrusion développé

No. M.	No. Fonc.	Requis	K	Unité	Limites	Cible
1	1	Température interne à la sortie de la préchauffe	1	°C	>150	250
2	1	Température interne à la sortie de la 1ère filière	1	°C	>350	380
3	1	Temps de chauffage des filières	1	min	90	30
4	2	Température de sortie	1	°°C	<217	150
5	3	Taux de porosité (X_v)	1	%	<5%	0
6	4	Concentricité parois interne/externe	1	mm	<.5	0
7	4	Diamètre externe	1	mm	±0.1	27
8	4	Diamètre interne	1	mm	±0.1	24
9	5	Rugosité des surfaces en contact	2	µm	<0.15	-
10	6	Dureté de surface des moules	3	HRB	>70	-
11	7	Force de tirant maximale	1	kN	<22	<10
12	7	Vitesse d'opération	1	mm/min	>100 ; <7000	100
13	8	Hauteur des filières	1	mm	>110 ; <285	-
14	8	Largeur des filières	1	mm	<240	-
15	8	Longueur de l'assemblage total	1	mm	<2200	-
16	9	Température maximale du support à filière	2	°C	<150	100
17	10	Modularité des filières	3	subj	-	Oui
18	11	Voltage d'opération	1	VAC	±10%	240
19	11	Courant maximal par zone	1	A	<5	-
20	11	Nombre de zones	1	-	<32	-
21	12	Poids des sous-assemblages	2	kg	<20	10
22	13	Coût de fabrication et assemblage	1	$	<60000	-

personnes, évitant la nécessité d'appareil de levage. Finalement, l'enveloppe budgétaire doit être respectée telle que définie au requis 22.

6.3 Modélisation thermique du procédé de pultrusion

6.3.1 Représentation thermodynamique du pultrudat

Les propriétés thermodynamiques du pultrudat produit sont homogénisées à partir des constituants afin d'en simplifier la représentation. Les propriétés homogénisées du composite sont ainsi basées sur les propriétés des deux phases, soient la fibre de carbone et le polymère. Les propriétés de ces dernières sont extraites de leur fiche technique respective telle que fournie par les manufacturiers [130, 144]. Les relations d'homogénisation des différentes propriétés sont présentées ci-bas. Les propriétés homogénisées du composite comprennent la densité, la capacité thermique massique et la conductivité thermique.

Densité La densité du composite peut être homogénisée par volume selon l'expression suivante : [145]

$$\rho_c = v_f \rho_f(T) + (1 - v_f)\rho_m(T) \tag{6.1}$$

où v_f correspond au taux volumique de fibre, $\rho_f(T)$ la densité des fibres à une température T et $\rho_m(T)$ la densité du polymère à une température T.

Capacité thermique massique La capacité thermique massique est une moyenne pondérée par la masse s'exprimant sous la relation suivante [145]

$$c_{p,c} = m_f c_{p,f}(T) + (1 - m_f)c_{p,m}(T) \tag{6.2}$$

où $c_{p,c}$ correspond à la capacité thermique massique du composite (en $J/(kgK)$), m_f la fraction massique de fibre, $c_{p,f}(T)$ la capacité thermique massique de la fibre à une température T et $c_{p,m}$ la capacité thermique massique du polymère à une température T. Afin de pouvoir adéquatement représenter le changement de c_p au point de fusion du polymère, ce dernier est représenté sous forme d'une équation par partie composée de polynômes du premier ordre tel que

$$c_p = \begin{cases} x_1 + x_2 T & pour \quad 0 < T < 200 \\ x_3 + x_4 T & pour \quad 200 < T < 250 \\ x_5 + x_6 T & pour \quad T > 250 \end{cases} \tag{6.3}$$

où T représente la température du composite et x_i des constantes d'ajustement.

Conductivité thermique Le composite à fibre unidirectionnelle est, d'un point de vue de conductivité thermique, un matériau de type isotrope transverse. C'est-à-dire que sa conductivité thermique est isotrope dans le plan 23 et orthogonale à la direction 1, soit celle de l'orientation préférentielle des fibres. La conductivité thermique dans l'axe des fibres peut être homogénisée selon le modèle de Voigt [146] tel que

$$k_{11} = v_f k_f(T) = (1 - v_f)k_m(T) \tag{6.4}$$

où k_{11} est la conductivité thermique dans la direction des fibres, k_f la conductivité thermique des fibres et k_m la conductivité thermique du polymère. La conductivité thermique transverse peut, elle, être exprimée par la relation suivante développée par Hatta et Taya [147]

$$k_{22} = k_{33} = k_m \frac{k_m \left(k_f - k_m\right) v_f}{k_m + (1 - v_f)\frac{k_f - k_m}{2}} \tag{6.5}$$

où k_{22} correspond à la conductivité thermique dans le plan d'anisotropie, k_m et k_f respectivement la conductivité thermique du polymère et de la fibre ainsi que v_f le taux volumique de fibre. Encore une fois ici, la conductivité thermique des différentes phases est dépendante de la température.

Finalement,les relations propriétés-température du composite homogénisé sont présentées à l'annexe A et fonction de différents v_f.

6.3.2 Modélisation du procédé de pultrusion

Système de préchauffage

Les fils circulant dans la chambre de préchauffe peuvent être thermodynamiquement représentés comme un ensemble de cylindres dans un flux transversal d'air. Le transfert thermique s'effectue donc par convection de l'air circulant autour d'un élément cylindrique. Connaissant les propriétés thermodynamiques de l'air, sa vitesse, le diamètre du fil il est possible d'évaluer l'évolution de la température dans celui-ci en fonction du temps [148].

Le nombre de Fourrier (Fo) est tout d'abord évalué (équation 6.6) pour déterminer si la solution temporelle peut être approximée ou si la solution exacte doit être utilisée. Dans le cas où $Fo > 0.2$, il est possible d'utiliser une solution approximative en utilisant le premier terme de la série. Fo est défini tel que

$$Fo = \frac{\alpha t}{r_o^2} \tag{6.6}$$

où α correspond à la diffusivité thermique ($\alpha = k/(\rho c_p)$), t le temps d'exposition et r_0 le rayon du fil. Utilisant les propriétés du composite à la température cible à la fin de la préchauffe (T =250 °C) et un diamètre de fils à 5 mm, Fo est supérieur à 0.2 pour des temps de résidence dans la préchauffe supérieurs à 20 s. La solution approximative de la température au coeur d'un fil en fonction du temps est telle que

$$\theta_0^* = \frac{T_o - T_\infty}{T_i - T_\infty} = C_1 exp(-\zeta_1^2 Fo) \tag{6.7}$$

où T_o est la température au coeur du fil, T_∞ la température de l'air, T_i la température initiale du fil et les coefficients C_1 et ζ sont tabulés par Cengel et Ghajar [148] en fonction du nombre

de Biot défini tel que

$$Bi = \frac{r_o h}{\bar{k}_c} \tag{6.8}$$

où D est le diamètre du fil, h le coefficient de convection et $\bar{k}_f$ la conductivité thermique du fil. Le coefficient de convection est obtenu via le nombre de Nusselt défini par la dérivation de Churchill et Bernstein [149] où

$$Nu_D = \frac{hD}{k} = 0.3 + \frac{0.62 Re^{1/2} Pr^{1/3}}{\left[1 + (0.4Pr)^{2/3}\right]^{1/4}} \left[1 + \left(\frac{Re}{282000}\right)^{5/8}\right]^{4/5} \tag{6.9}$$

où Re est le nombre de Reynolds et Pr le nombre de Prandlt de l'écoulement d'air autour du fil. Ces nombres adimensionnels sont définis tel que

$$Re = \frac{\rho v_{air} D}{\mu} \quad ; \quad Pr = \frac{c_p \mu}{k} \tag{6.10}$$

où le nombre de Reynolds est fonction de la vitesse de l'air (v_{air}), le diamètre du fil (D) et la viscosité de l'aire (μ). Le nombre de Prandtl est lui fonction des propriétés de l'air soit la capacité thermique massique (c_p), la viscosité (μ) et la conductivité thermique (k_{air}). Connaissant la température cible des fils à leur sortie de la zone de préchauffe, il est alors possible d'évaluer la combinaison de vitesse (v_{air}) et température de l'air (T_∞) nécessaire. Les propriétés de matériau utilisé, soient le diamètre du fil, son v_f, sa densité ($\bar{\rho_{air}}$), sa capacité thermique massique ($\bar{c_p}$), sa conductivité thermique ($\bar{k}_c$) et sa diffusivité thermique ($\alpha = k/c_p\rho$) sont listés au tableau 6.3. Ces propriétés sont homogénisées pour le v_f nominal du fil de fibres mélangées. Le calcul des propriétés homogénisées néglige la présence d'air dans les fils non consolidés. Ceci implique donc une surestimation de la conductivité thermique du fil et ainsi, de la température interne de ce dernier.

Tableau 6.3 Propriétés homogénisées des fils de fibres mélangées

Propriété	Valeur	Unité
Diamètre	5	mm
v_f	52%	-
$\bar{\rho}$	1765	kg/m^3
$\bar{c_p}$	971	J/KgK
$\bar{k}_c$	0.108	W/mK
α	6.32 10^{-8}	m^2/s

La figure 6.2a illustre la température d'un toron en fonction du temps pour différentes vitesses

d'air chaud à une température de 300 °C. Cette vitesse d'air est proportionnelle au débit d'air entrant dans la chambre de préchauffage. Plus la vitesse d'air augmente, plus la température cible est atteinte rapidement. Il est a noté que la solution approximative présentée n'est valable que pour un temps d'exposition supérieur à 20 s. Ceci ne limite toutefois pas la validité de l'utilisation de cette équation puisque la longueur de la chambre de préchauffe et la vitesse de procédé résultent typiquement en un temps d'exposition supérieur. La figure 6.2b illustre la même relation, mais pour différentes températures d'air chaud circulé à une vitesse de 1 m/s. On y observe que l'augmentation de la température cible n'a que peu d'impact sur le temps pour atteindre le régime permanent. Ceci suggère que le temps de résidence et la vitesse de l'air autour des torons ont plus d'importance dans le dimensionnement de cet outillage que la température de l'air chaud.

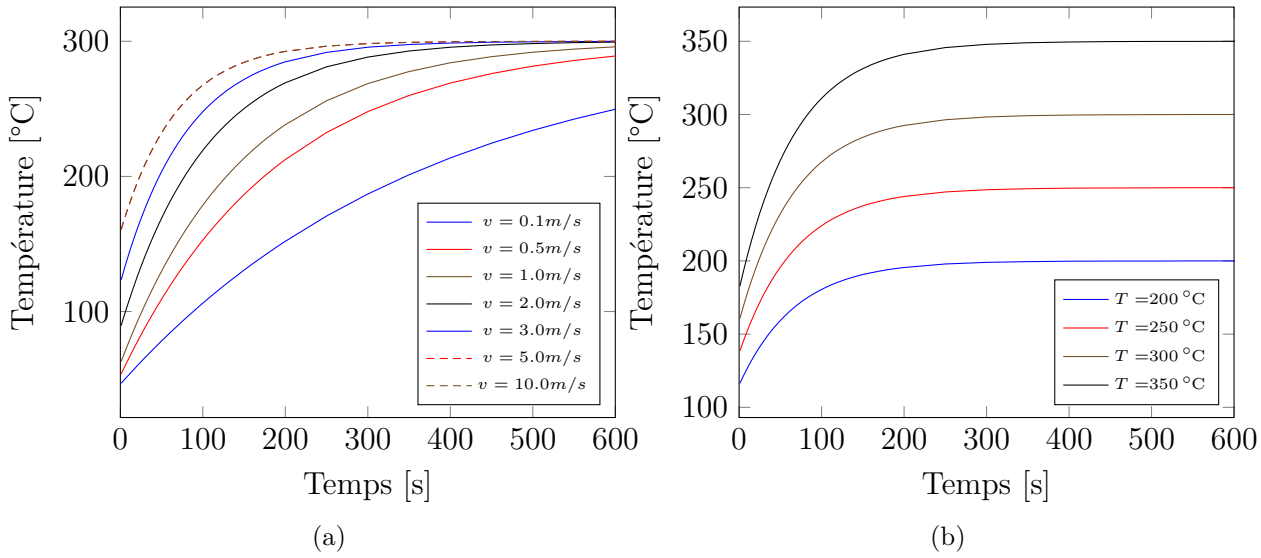


Figure 6.2 Température des fils de fibres passant dans la chambre de préchauffe en fonction de différentes (a) vitesses d'air dans la chambre (T_{air} =300 °C) et (b) températures d'air dans la chambre (v_{air} =3.0 m/s).

Les données de température interne de la chambre de préchauffe sont brièvement analysées dans l'article sur la pultrusion multi-filière présenté au chapitre 5. Les données montrent une certaine variabilité dans la température interne. Celle-ci varie en fonction de la proximité aux sources d'air chaud entrant ainsi que lors du contact avec les rouleaux de compaction à la sortie du module de préchauffe. La température atteint toutefois la valeur cible. L'ensemble illustre que la simplicité du modèle utilisée pour la conception ne permet pas de représenter de manière fidèle le profil de température dans la chambre de préchauffage. Il permet toutefois de sélectionner adéquatement la température de l'air et le débit d'air requis pour atteindre la température cible. La figure 6.3 illustre la relation entre la température de l'air

et la vitesse de l'air autour du fil afin d'obtenir une température de sortie de 250 °C pour différents temps de résidence. Cette relation illustre qu'un temps de résidence supérieur à 60 s est nécessaire afin de réduire la température de l'air de la chambre de préchauffe à un niveau facilement accessible. Des températures de 500 °C sont atteignables à l'aide de pistolet à air chaud conventionnel. De plus, cette relation illustre qu'une fois un temps de résidence suffisamment long est atteint, la vitesse de l'air circulant dans les fibres a moins d'influence. Ces conclusions ont permis de définir une longueur de chambre de préchauffe de 1 m permettant ainsi d'atteindre des temps de résidence de plus d'une minute à une vitesse inférieure à 1000 mm/min. Cette dernière est bien au-delà des vitesses de procédé ciblées dans cette étude.

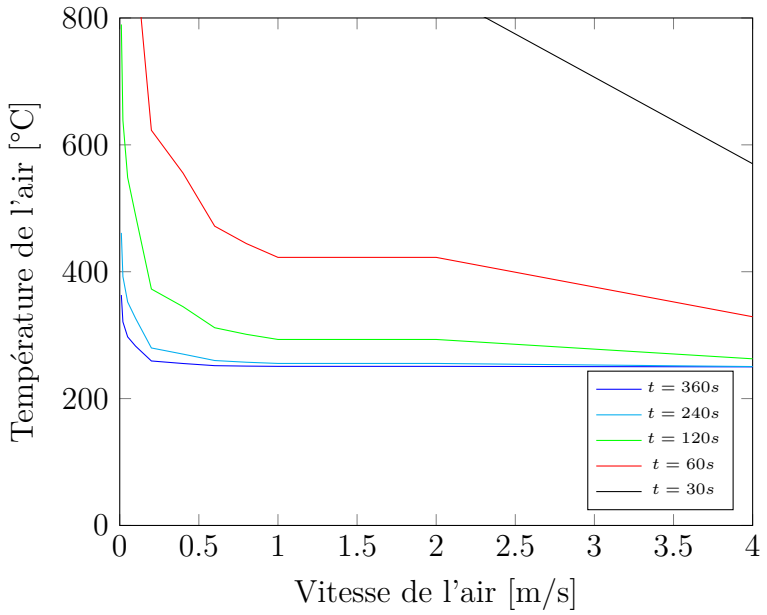


Figure 6.3 Température requise de l'air en fonction de la vitesse d'air afin d'atteindre une température de sortie de 250 °C pour différents temps de résidence dans la chambre de préchauffage.

Filière de mise en forme

La puissance requise dans les filières de mise en forme dépend de la performance de la chambre de préchauffage. La première filière sert, en quelque sorte, de préchauffe par conduction. Elle comble donc la lacune énergétique entre la température de sortie de la préchauffe et la température de procédé ciblée. Plus cet écart est grand, plus la puissance requise de la première filière de forme augmente. Les filières subséquentes quant à elles ne fournissent que l'énergie perdue dans l'espace interfilière. Toutes ces variables sont dépendantes de la

vitesse du procédé. À faible vitesse, la température de sortie de la préchauffe est maximale. Cependant, le temps de résidence en espace interfilière est aussi augmenté. À l'inverse, à haute vitesse, la performance de la préchauffe est diminuée, mais l'énergie perdue entre les filières est réduite. La chute de température du pultrudat est donc limitative à faible vitesse de procédé. La mesure expérimentale de cette variation a été évaluée au chapitre 5 et est estimée à 100 °C sur l'appareil de laboratoire utilisé à une vitesse de 200 mm/min. L'énergie perdue peut être ainsi évaluée tel que

$$Q_{sortant} = UA\bar{\rho}\bar{c_p}\Delta T \tag{6.11}$$

où $Q_{sortant}$ est l'énergie perdue, U la vitesse de procédé, A l'aire du pultrudat, $\bar{\rho}$ la densité du composite, $\bar{c_p}$ la capacité thermique massique du composite et ΔT la variation de température. Assumant que la perte de température est homogène dans le pultrudat, on estime alors la puissance perdue dans l'espace interfilière. Une fois les coefficients de convection naturelle sur les surfaces externes de la filière évaluée, il est alors possible de quantifier le temps de chauffage nécessaire de la filière dans son pire cas de chargement. Un modèle thermique transitoire sous ANSYS a été utilisé afin d'évaluer le temps de chauffage d'une seule filière. La figure 6.5 illustre la relation entre la puissance de chauffage et le temps pour nécessaire pour atteindre 400 °C. Cette relation illustre que deux cartouches chauffantes de 500 W sont suffisantes afin d'atteindre la température ciblée le temps souhaité (90 min) avec une marge confortable sur le temps estimé. La figure 6.4 illustre la géométrie et les conditions frontières du modèle utilisé.

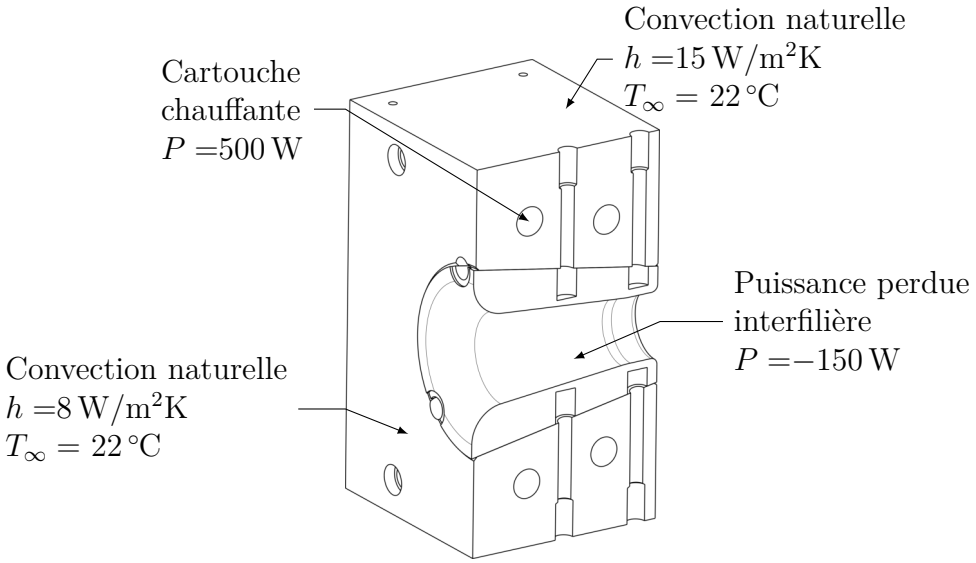


Figure 6.4 Conditions frontières du modèle thermique transitoire utilisé afin d'évaluer la puissance de chauffe d'une filière de mise en forme

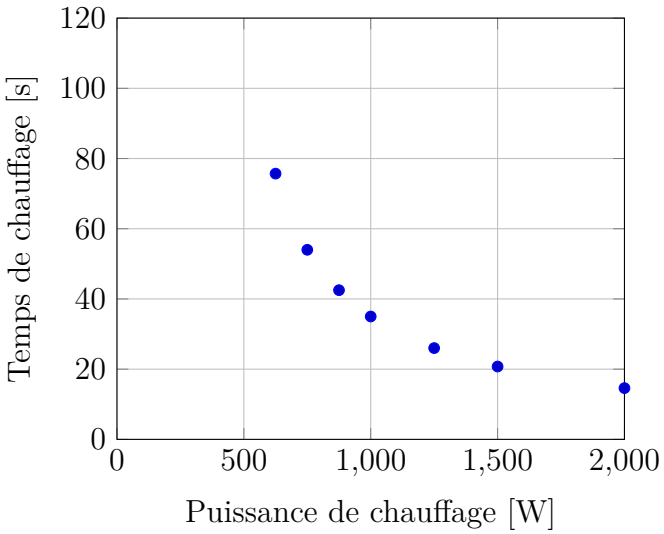


Figure 6.5 Temps nécessaire pour atteindre la température cible (400 °C) en fonction de la puissance de chauffage de la filière

Filière de refroidissement

Le chauffage du moule s'effectue à l'aide d'une cartouche régulée en boucle fermée. La température de cette dernière peut donc être assumée constante. Le refroidissement s'effectue en circulant de l'eau froide. Ce refroidissement est représenté à l'aide d'un coefficient de convection ajusté selon la vitesse de pultrusion simulée.

La figure 6.6 illustre les conditions frontières appliquées à la géométrie simulée. Un quart de la filière est modélisé afin de réduire la taille du modèle. Le pultrudat est illustré en noir et la filière en gris. La chambre cylindrique en rouge représente la cartouche chauffante de la filière. Le refroidissement est représenté en bleu. Un modèle 3D a été assemblé sous *Ansys Fluent* où les deux domaines, la filière et le pultrudat sont définis comme solides avec leurs propriétés thermodynamiques associées. Un critère de convergence sur l'erreur résiduelle de l'équation d'énergie est fixé à 10^{-14} afin d'assurer la validité de la solution. Une analyse de convergence sur le maillage a aussi été effectuée et est disponible à l'annexe C. Une vitesse relative constante a été appliquée au domaine du pultrudat afin de représenter la vitesse de procédé. Le système de chauffage étant contrôlé en boucle fermée, une température fixe a été imposée à la cartouche chauffante plutôt qu'un flux de chaleur constant. Les conditions de convection naturelle sur les surfaces externes de la filière et du pultrudat ont été estimées selon le type de surface (horizontale ou verticale) et les équations thermodynamiques associées [150]. Finalement, les conditions de convection forcée dans la section froide ont été estimées à l'aide d'un écoulement de Poiseuille à température de filière constante. Le coefficient est ajusté par essai-erreur jusqu'à l'obtention d'un profil de température adéquat, c'est à dire un profil de température présentant une transition abrupte de température dans la zone de coupe chaleur.

Validation du modèle La figure 6.7 compare les résultats de simulation avec les mesures expérimentales effectuées à différentes vitesses de procédé. Les propriétés de matériau ont été homogénisées à un v_f cible de 53% (voir annexe A) et les conditions frontières du modèle sont présentées à la figure 6.6. Les données expérimentales sont représentées par des points. Les expériences ont été réalisées sur la ligne de pultrusion thermoplastique au laboratoire tel que présenté au chapitre 5. Plus de détails sur l'équipement de laboratoire sont aussi disponibles à l'annexe D. Les expériences ont été réalisées en utilisant le protocole expérimental présenté au chapitre 5. Le v_f cible des expériences a été fixé à 53%. Un temps a été alloué afin que l'outillage soit stable dans le temps. Une fois les températures et la force de pultrusion stables (critère établi à ±1% sur la température et ±10% sur la force de tirant), un thermocouple (Type J, 36AWG, gaine tressée en fibre de verre) a été inséré dans la préforme de fibre à l'entrée de la première filière. La position du thermocouple est corrélée avec les données de

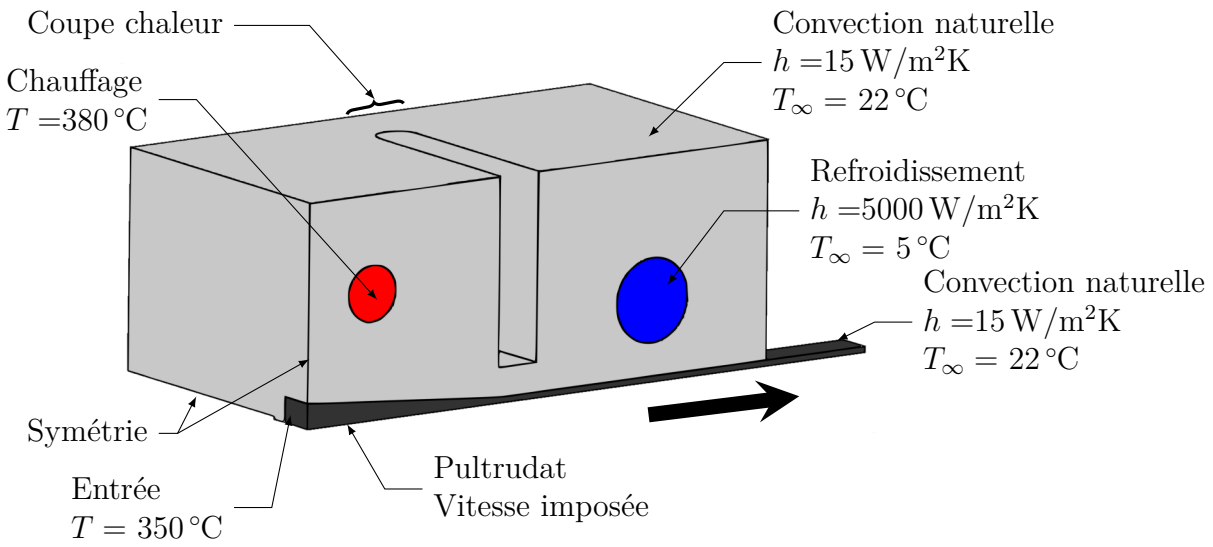


Figure 6.6 Conditions frontières du modèle de filière rectangulaire

position du pultrudat fournies par l'encodeur. La mesure de température interne a été effectuée à 3 vitesses de pultrusion soient 50, 100 et 200 mm/min. La position du thermocouple dans l'épaisseur du pultrudat n'est toutefois pas connue. À la figure 6.7, les résultats de simulation sont illustrés par les courbes solides, rouge et noir. Les courbes rouges représentent la température à la surface supérieure du pultrudat. Les courbes noires représentent la température au centre du pultrudat. Les températures affichées sont exprimées selon la position longitudinale du pultrudat.

6.4 Concept retenu

La figure 6.8 illustre une vue générale du concept d'outillage retenu. La figure 6.8a illustre la chambre de préchauffage à air pulsé. Les fibres y passent de gauche à droite et sont réchauffées par deux systèmes de chauffage à air contrôlés individuellement en boucle fermée. Les fibres circulent dans la chambre de préchauffage puis entrent dans la plaque de préformage pour ensuite passer dans la série de quatre filières. Les filières et leur mandrin sont illustrés à la figure 6.8b. Le mandrin, en rose, est supporté par la plaque de préformage et le premier insert. Les différents inserts sont représentés en orange, les cartouches chauffantes en rouge et le système de refroidissement à l'intérieur du mandrin, en bleu. Les filières sont successivement plus petites en diamètre que la précédente jusqu'à l'obtention du diamètre final du tube tandis que le mandrin possède un diamètre constant. Les dimensions des filières ont été obtenues à l'aide du modèle présenté au chapitre 5 pour l'obtention d'un degré d'imprégnation de 100% à la dernière filière. Les résultats de simulation de la séquence de filière choisie utilisant le

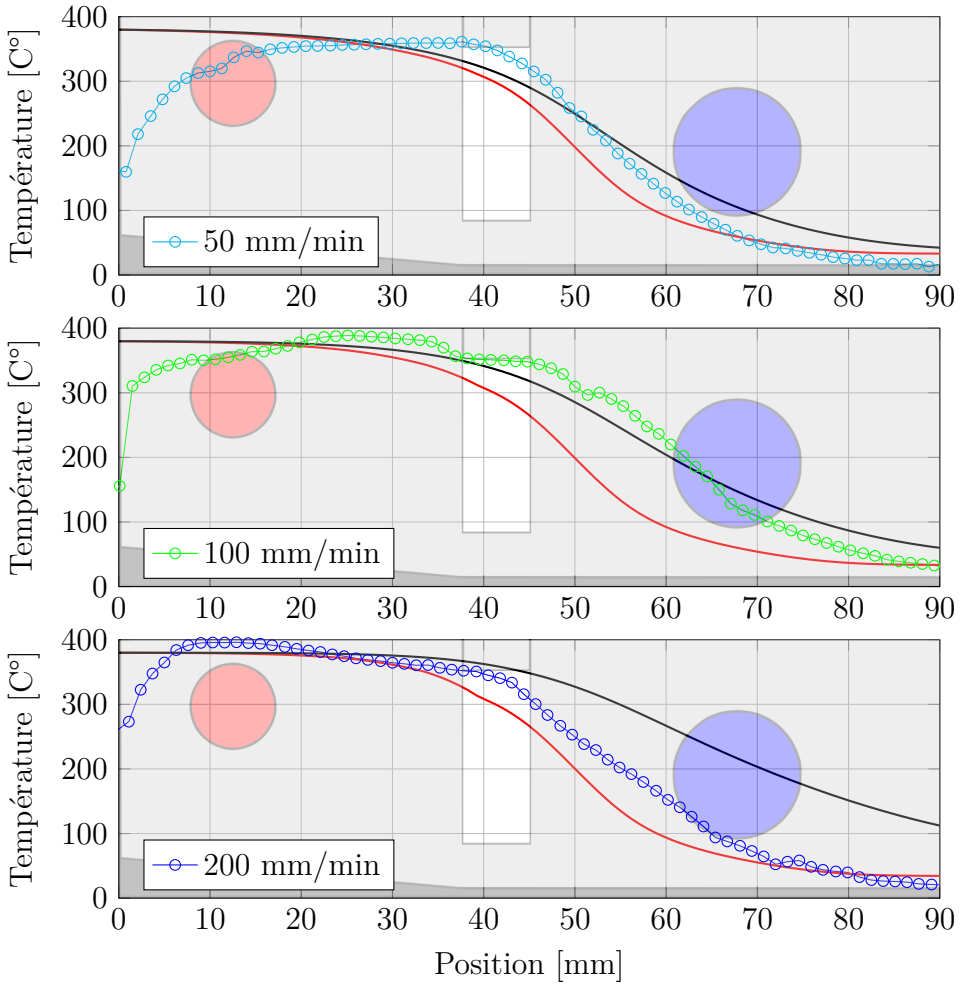


Figure 6.7 Profil de température interne mesuré à différente vitesse de procédé ainsi que les températures simulées au centre (rouge) et surface supérieure de la cavité (noir)

modèle développé sont disponibles à l'annexe E. Toutes les surfaces en contact avec la fibre de carbone sont plaquées en chrome et polies à l'exception de la plaque de préformage. Cette dernière est une plaque en acier P20 polie, mais non plaquée.

Une vue de détail en coupe de la filière de refroidissement est présentée à la figure 6.9. En orange, la température est près de la température de procédé et transitionne vers le bleu, soit une température plus faible et éventuellement sous T_g. À la sortie, le pultrudat est refroidi de l'intérieur et de l'extérieur afin d'éviter la déconsolidation de la paroi. À l'extérieur, un petit ventilateur souffle sur la surface externe de la filière. À l'intérieur, la fin du mandrin est creuse et un jet d'air la refroidit par convection. De l'air comprimé est transporté au centre du mandrin puis redirigé vers la surface du mandrin à la fin.

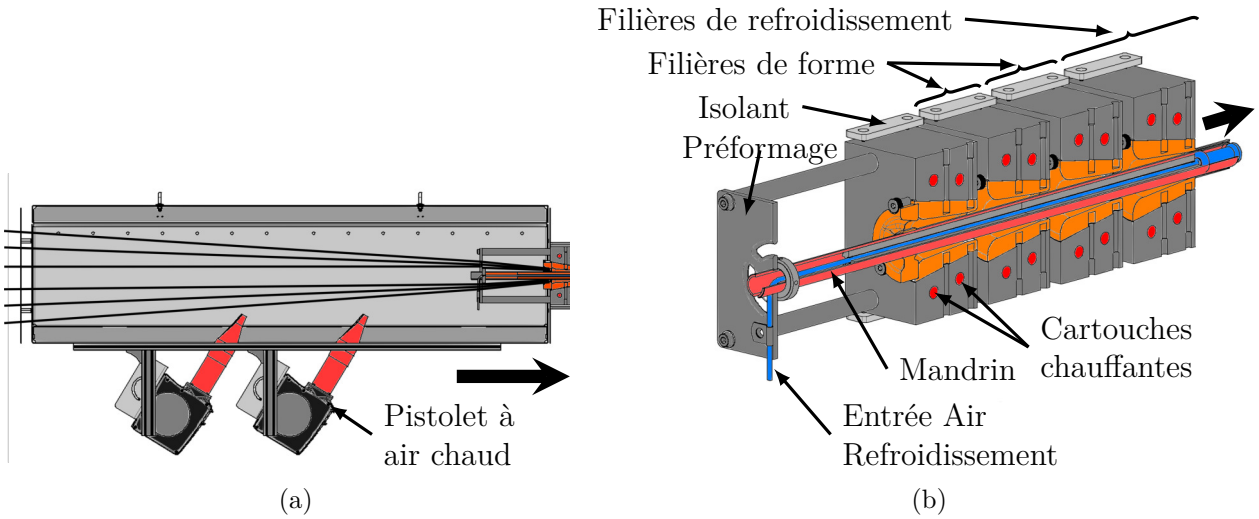


Figure 6.8 Illustration du concept d'outillage retenu où (a) est la chambre de préchauffage en amont de (b) le système de filières multiples

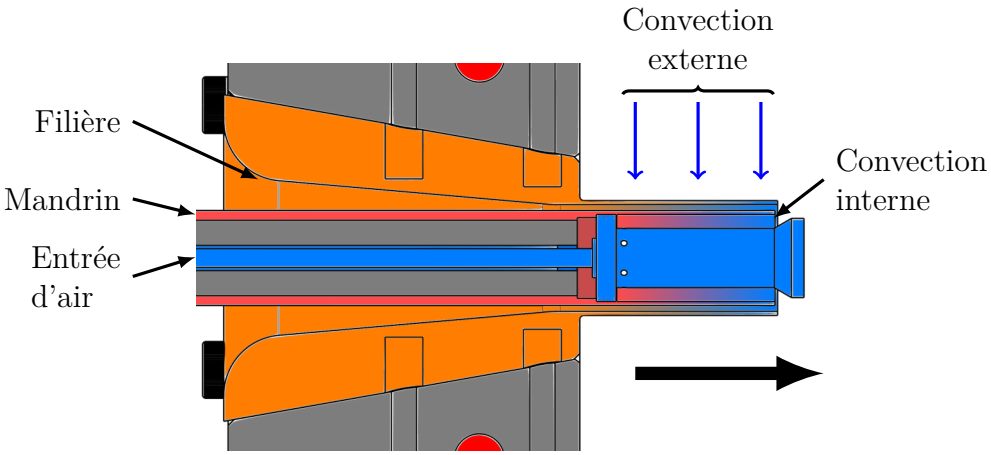


Figure 6.9 Illustration d'une vue en coupe de la filière de refroidissement de l'outillage de pultrusion de tube utilisé

6.5 Démarrage et performance de la ligne de pultrusion

6.5.1 Composants de la ligne de pultrusion thermoplastique installée

La ligne de pultrusion a été installée au pavillon Anjou de Polytechnique Montréal. La remise à neuf du tirant et de la scie ainsi que la conception et fabrication de la plateforme supportant l'outillage ont été confiées à un entrepreneur externe. Toutefois, une collaboration a été établie afin de s'assurer que l'interface avec l'outillage puisse rencontrer les requis définis pour ce projet. La figure 6.10 illustre les différents composants de la ligne de pultrusion. Le cantre, en

amont de la ligne, contient les paquets de fibre qui se déroulent vers l'outillage supporté par la table d'outillage. Le tracteur, en aval de la table, tire les fibres à une vitesse prédéterminée. Finalement, la scie automatique coupe le pultrudat en longueur prédéterminée.

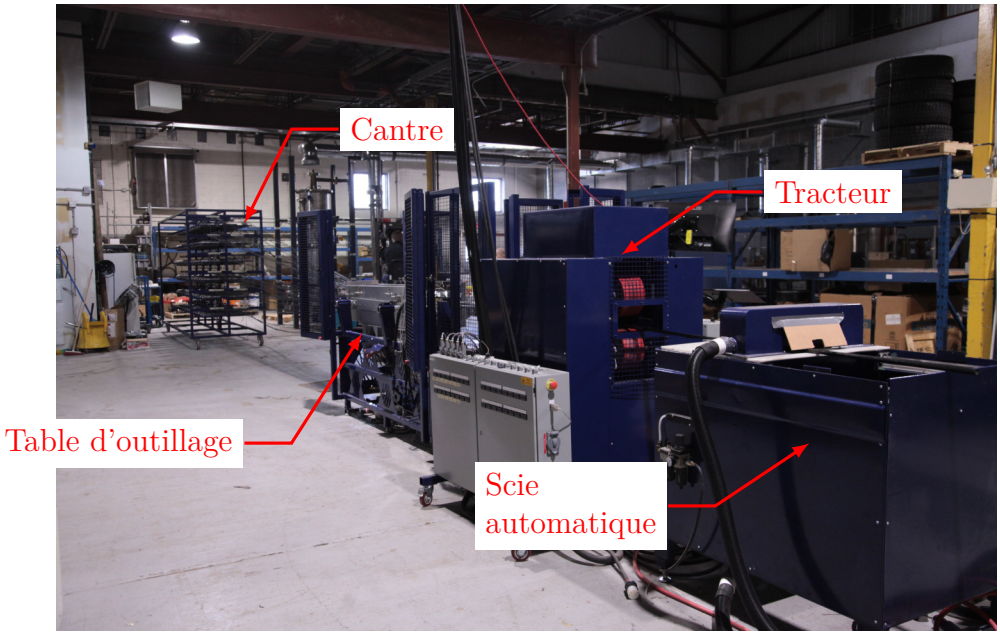


Figure 6.10 Vue globale de la ligne de pultrusion

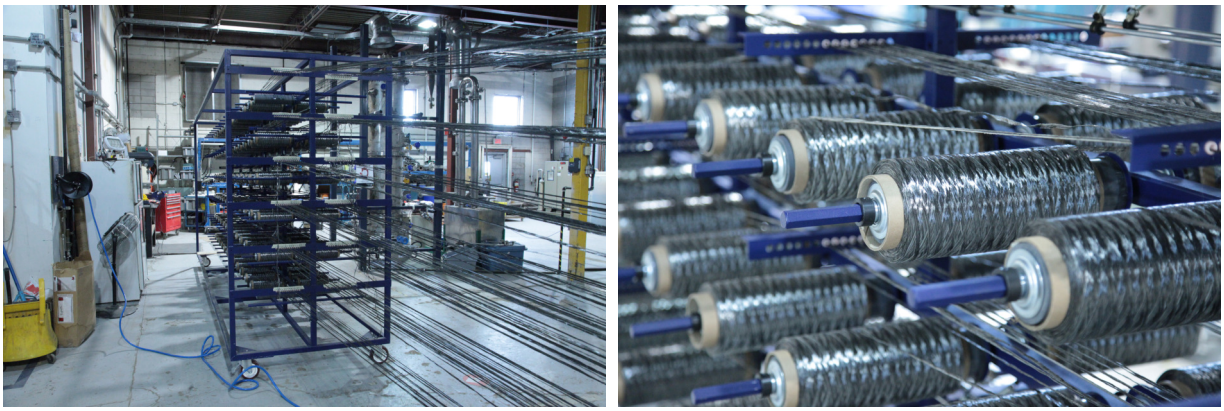
La figure 6.11 met en valeur les modules de contrôle lié à l'outillage de pultrusion. Sur figure 6.11a, il est possible d'observer l'interface de contrôle, structure générale supportant les filières ainsi que l'entrée du module de préchauffage. Sur la figure 6.11a, on observe le module de chauffage ainsi que le tracteur de la ligne.

La figure 6.12 illustre le cantre de la ligne de pultrusion. Celui-ci a comme fonction de soutenir les paquets de fibres ainsi que de maintenir une faible tension (3 N) lors du déroulement de la fibre. Cette tension permet d'éviter que la contraction du polymère ne cause trop d'ondulation dans la fibre de carbone lors de son entrée dans la première filière.

La figure 6.13 regroupe des clichés des différentes composantes de l'outillage tel que fabriquées et installées. Dans la figure 6.13a, on observe les torons de fibres dans la chambre de préchauffage s'engageant dans la plaque de préformage. Il est possible de deviner la présence de la première filière derrière la plaque de préchauffage. Une vue plus générale de l'outillage dans ses supports est présentée à la figure 6.13b. Les filières sont maintenues en place par une série de mords auto centrés et ajustables en hauteur. Une série de quatre filières est visible et se terminant par la filière de refroidissement. Cette dernière est représentée à la figure 6.13c complètement vide. On observe donc le ventilateur en haut à droite, la protrusion de

(a) Vue de gauche (b) Vue de droite

Figure 6.11 Vues générales de la ligne de pultrusion



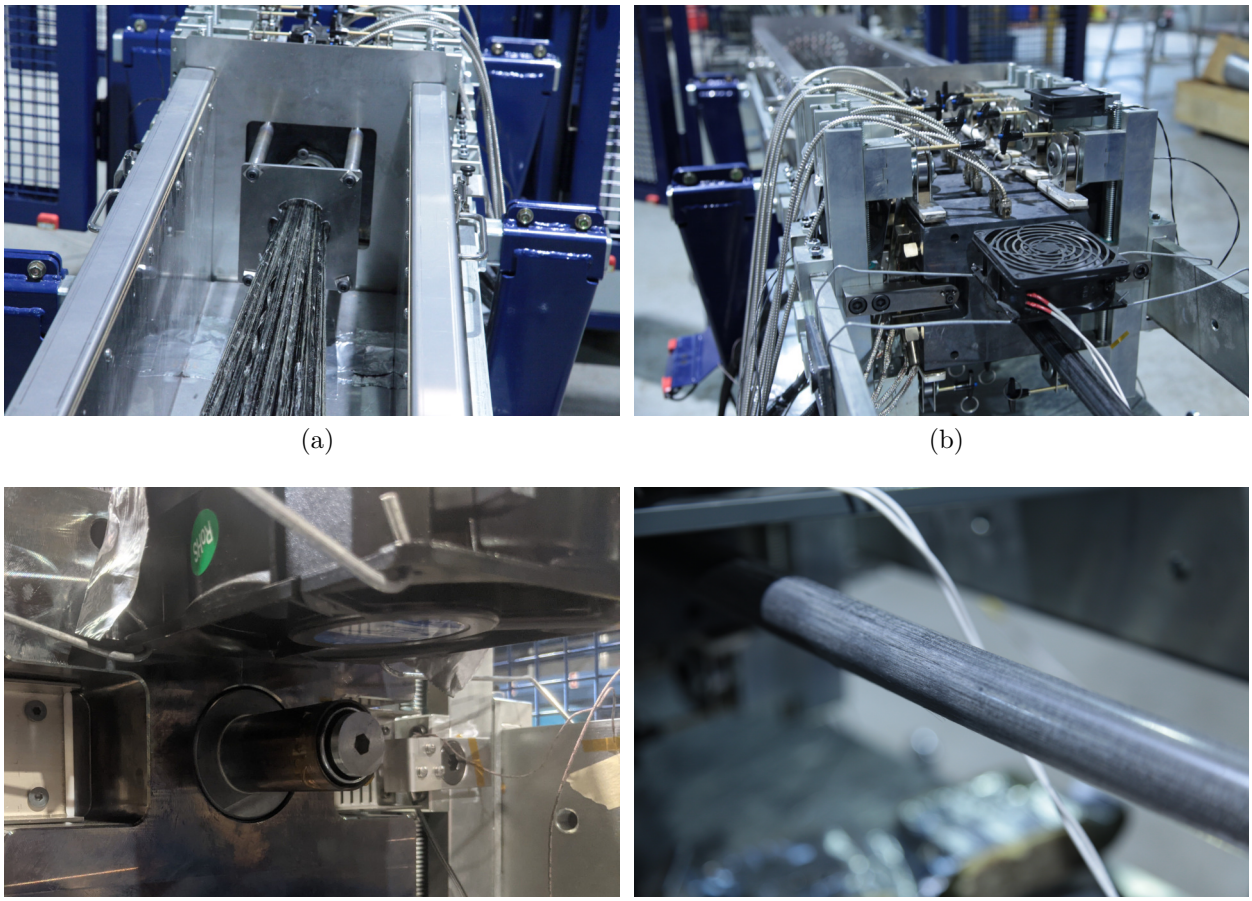
(a) (b)

Figure 6.12 (a) Vue générale du cantre et (b) des paquets de fibres mélangées

la filière servant à mouler l'extérieur du tube ainsi que le mandrin et son jet d'air. La cavité formée par l'espace entre le mandrin et la filière est, en opération normale, complètement remplie de pultrudat. La figure 6.13d est un cliché de ce dernier à la sortie de la filière de refroidissement.

6.5.2 Mise en route et performance de l'outillage

L'équipement a été mis en route à l'été 2021. Après le rodage des différents sous-systèmes, une série d'essais de pultrusion, s'étalant sur plusieurs mois, ont été réalisés. Plusieurs problèmes liés à l'opération de la ligne de pultrusion ont été surmontés durant cette période. Plusieurs



(a) (b)

(c) (d)

Figure 6.13 Outillage de pultrusion (a) vu à l'entrée, (b) de derrière, (c) sortie de la filière de refroidissement et (d) tube pultrudé tel qu'observé à la sortie

bris d'équipement, délais en lien à la pandémie de COVID-19, ainsi qu'un incident électrique lié aux infrastructures déficientes, ont mené à un arrêt prématuré de l'opération de la ligne de pultrusion présentée. Les résultats présentés ci-après ne sont donc pas jugés représentatifs du potentiel de l'équipement et doivent être interprétés comme résultats préliminaires.

Performance thermique

Le temps de chauffage des filières de forme a été évalué. La figure 6.14 illustre l'évolution de la température d'une filière de mise en forme en fonction du temps. La prédiction du modèle thermique est présentée en noir et les données expérimentales recueillies en bleu et rouge. Le système de chauffage utilisé emploie un contrôleur de température (CN7500, Omega) afin de maintenir la température fixe durant la pultrusion. La calibration de ce dernier est réglée automatiquement en fonction du dépassement de la consigne lors d'une chauffe non-régulée.

La courbe en bleu représente les données recueillies lors de la calibration initiale du contrôleur. On observe que le temps de chauffe est supérieur à celui prédit par le modèle (courbe noire). On observe un dépassement de la consigne atteignant 450 °C avant de se stabiliser en près de 90 min. La courbe rouge correspond à une chauffe initiale de la même filière, mais une fois le contrôleur de température calibré. On observe un temps de stabilisation similaire, mais sans dépassement de la consigne. La différence entre la rapidité de chauffage suggère une sous-estimation de la convection naturelle ou la présence d'une résistance de contact entre les cartouches chauffantes et le point de mesure de la température. La source de cette divergence n'a pas été investiguée puisque le temps de chauffage de 90 min est respecté et la consigne de température atteinte.

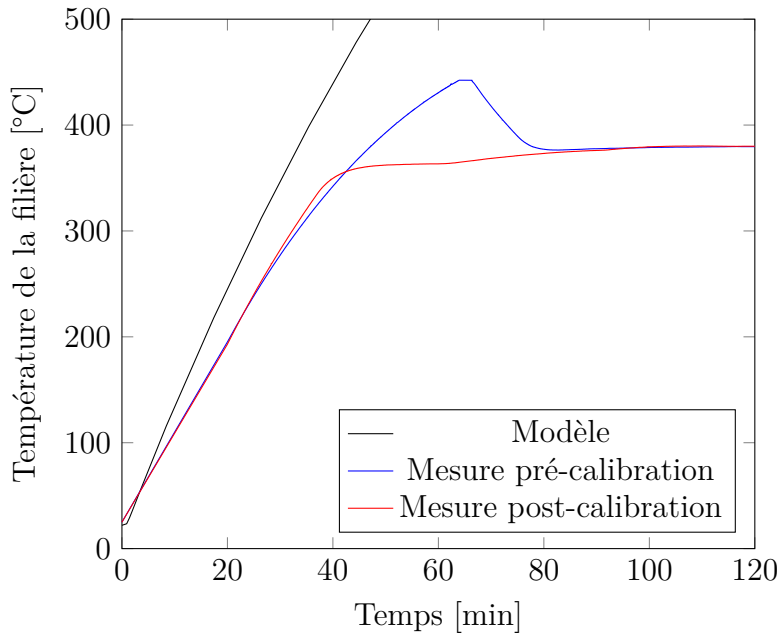


Figure 6.14 Prédiction du modèle et mesure du temps de chauffage à la température cible des filières de mise en forme.

La performance thermique de la filière de refroidissement a été évaluée en insérant un thermocouple avec les torons. Ce thermocouple (Type J, 36 AWG, gaine tressée en fibre de verre) mesurait la température à l'intérieur du pultrudat tout au long de l'outillage. La position relative du pultrudat étant mesurée par un encodeur, il est donc possible de tracer le profil de température dans l'outillage. La figure 6.15 illustre la géométrie ainsi que les conditions frontières au modèle thermique simulant le profil de température dans la filière de refroidissement. Ce modèle axisymétrique utilise la même approche de simulation que celui présenté à la section 6.3.2.

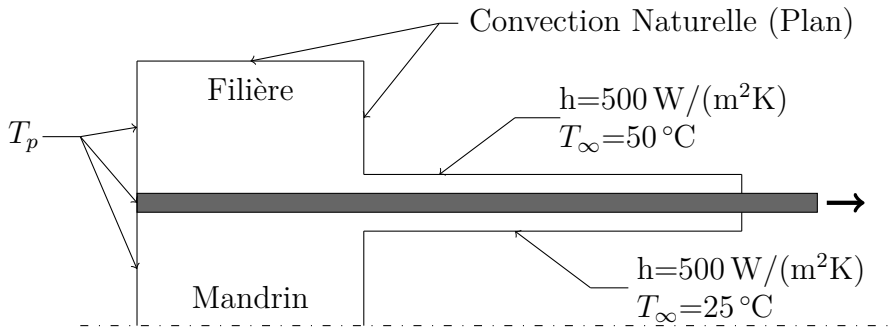


Figure 6.15 Illustration des conditions frontières du modèle thermique axisymétrique de la filière de refroidissement pour la pultrusion d'un tube.

La figure 6.16 illustre les résultats de simulation ainsi que les données expérimentales recueillies. Le graphique présente la température en fonction de la position dans la filière. Les points de données en bleu représentent la mesure expérimentale. Les courbes solides en noir, rouge et orange représentent, respectivement, la température simulée au centre, à la paroi externe et à la paroi interne du pultrudat. Toutes ces données et mesures ont été réalisées à une vitesse de pultrusion de 100mm/min. La mesure expérimentale montre une plage de température pour une même vitesse. Ce phénomène est dû à une résolution insuffisante de l'encodeur pour la faible vitesse de procédé. La température du thermocouple change donc de multiple fois avant que l'encodeur ne puisse enregistrer une nouvelle position. Les courbes pleines illustrant les résultats du modèle représentent grossièrement le profil de température observé. La courbe noire, représentant la température au centre de l'épaisseur du tube, conserve une température plus élevée que les surfaces externes par environ 50 °C à 75°C à partir d'environ 20 mm. La température sur les faces externe et interne réduit plus rapidement puisqu'elles sont en contact avec les surfaces refroidies. Le mandrin semble être plus efficace au refroidissement puisque la surface interne refroidit plus rapidement que la face externe du tube dans les premiers 20 mm. Ceci peut être simplement dû à l'inertie thermique de la filière supérieure à celle du mandrin.

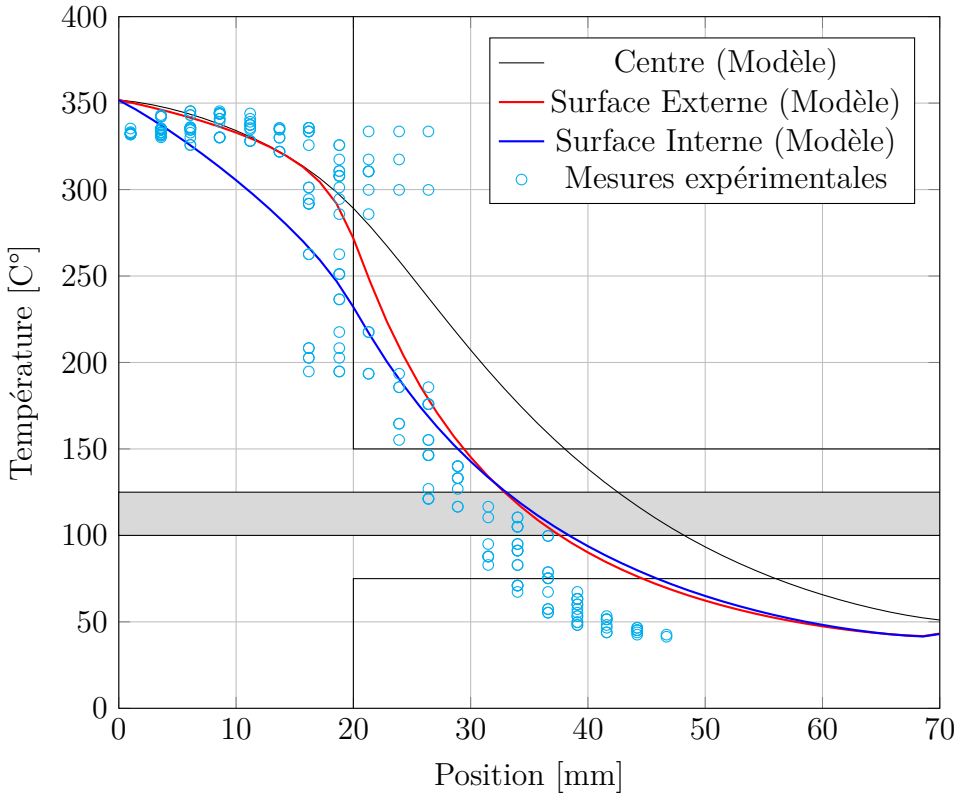


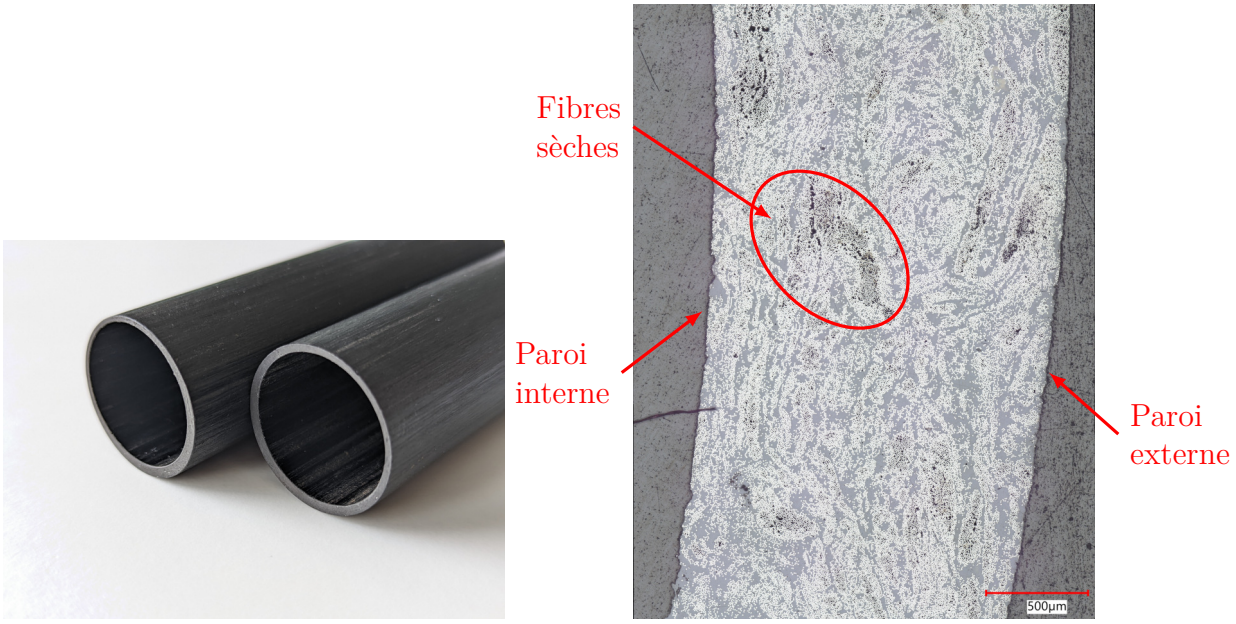
Figure 6.16 Profil de température de la filière de refroidissement de l'outillage de pultrusion de tube tel que mesuré (points) à une vitesse de 50 mm/min et simulé sur la face interne (bleu), externe (rouge) et au centre du pultrudat (noir) par le modèle décrit à la figure 6.15.

Pultrudat

Les résultats présentés ci-après ont été produits avec le système de filières présenté à une vitesse de 100 mm/min. Le protocole de démarrage de l'équipement est quasi identique à celui utilisé pour la ligne de laboratoire (voir chapitre 5). Le système de chauffage a été démarré puis une partie des fils ont été insérés dans l'outillage à l'aide de fils métallique. Les fils manquants ont par la suite été attachés à ceux déjà en place à l'aide d'un épissureur (*air splicer* Model 701, Airbond) jusqu'à l'obtention du v_f ciblé.

La figure 6.17 illustre un échantillon des tubes produits à l'aide de l'équipement. Une vue macroscopique des tubes réalisés est présentée à la figure 6.17a. Celle-ci illustre deux spécimens tubulaires pultrudés coupés à deux endroits distincts du pultrudat produit. Le spécimen de gauche possède une excentricité de la surface interne par rapport à la surface interne. L'épaisseur de paroi s'en trouve augmentée d'une part et réduite de l'autre. Le spécimen de droite ne semble pas posséder une telle excentricité. Ceci semble indiquer que la position du mandrin varie dans le temps. La figure 6.17b illustre une vue en coupe de la microstructure dans le

tube. On y observe des parois interne et externe bien définies, ce qui confirme un refroidissement adéquat du pultrudat avant sa sortie de la filière de refroidissement. Les fibres de carbone (en blanc) sont distribuées de manière hétérogène dans l'épaisseur de la paroi. Des agglomérats de fibres sèches, reconnaissables par un espace interfibre sans polymère (noir) sont présents. Ceci indique une saturation incomplète du renfort fibreux.



(a) (b)

Figure 6.17 Illustration de (a) tubes pultrudés ainsi (b) qu'une partie de la coupe transverse illustrant sa microstructure de pultrudats produits à 50 mm/min à un v_f cible de 53%.

Le tableau 6.4 liste les différentes propriétés cibles et telles que mesurées du tube produit. Les trois premières correspondent aux propriétés géométriques, soit le diamètre externe (D_e), le diamètre interne (D_i) ainsi que la concentricité des parois interne et externe tel que mesurés sur des échantillons produits. Les mesures révèlent que le diamètre interne est conforme au diamètre souhaité. Toutefois, le diamètre externe est légèrement en dessous de la valeur cible suggérant ainsi une légère contraction d'environ 0.15 mm. Une excentricité entre les parois externe et interne du tube produit est aussi notée. Les deux dernières propriétés, soit le taux volumique de fibre (v_f) et le taux de porosité (X_v) ont été mesurés sur des échantillons micrographiques par un algorithme de segmentation d'image. Le taux de fibre devrait se situer en deçà du taux de fibre visé, car le nombre de fils présents dans le moule était lui aussi en deçà du nombre cible puisque l'équipement était encore en phase de démarrage lors de la pultrusion de cette section de tube. La mesure ne reflète toutefois pas cette situation. Plusieurs images ont été prises sur la circonférence de deux échantillons micrographiques.

L'écart type représente ainsi une variation inter et intraéchantillon combiné. La quantité de matière entrante étant insuffisante, le taux de porosité est donc supérieur à sa cible, soit un total de 4.9%. La contraction de la circonférence du tube avait été jugée négligeable dans une analyse préliminaire (non présentée). Il sera donc important de vérifier si cette contraction est due à une mauvaise évaluation de l'expansion thermique ou liée au fort taux de porosité présent. Le problème lié à l'excentricité des parois est, lui, discuté plus bas dans la section 6.5.3.

Tableau 6.4 Caractéristiques cibles du tube produit et telles que mesurées

Mesure	Unité	Cible	Mesuré	Écart Type
D_e	mm	27	26.82	0.04
D_i	mm	24	23.96	0.03
Concentricité	mm	0	0.53	0.01
v_f	%	53	45	2
taux volumique de vide (X_v)	%	<5	4.9	2.0

6.5.3 Problèmes rencontrés

Un des problèmes rencontrés durant la pultrusion de tube est l'alignement du mandrin avec les filières externes. La paroi du tube étant relativement mince (1.5 mm), une déflexion du mandrin atteint rapidement la paroi externe de la filière. Le pultrudat résultant n'est donc plus un tube, mais plutôt un croissant de lune. La figure 6.18 illustre une telle situation où le mandrin s'est déplacé jusqu'à la paroi externe. Dans une telle situation, le mandrin semble atteindre une position d'équilibre stable et ne retourne pas au centre même après plusieurs mètres de pultrusion. La pression dans les filières en amont conserve ce dernier à sa position fléchie. La ligne doit donc être arrêtée et réinitialisée. Ce phénomène est vraisemblablement lié à des perturbations sur la longueur non supportée du mandrin. Ainsi, l'alignement des filières en aval est crucial afin de maintenir la concentricité du mandrin avec la filière de refroidissement. La séquence d'entrée des fils dans l'outillage a aussi été observée comme ayant une importance cruciale dans le maintien de la concentricité. Lors d'un débalancement du nombre de fils sur la circonférence du pultrudat, une excentricité du mandrin était visible en aval. En prenant soin de maintenir un équilibre dans la séquence d'entrée des fils, cette situation a été mitigée.

Les essais de pultrusion de la ligne ont dû être abrégés en raison de problèmes liés à la génération de filament de carbone. Les précautions nécessaires ont été mises en place afin de prévenir l'émission de poussière de carbone en provenance de la scie automatique. Cette dernière étant

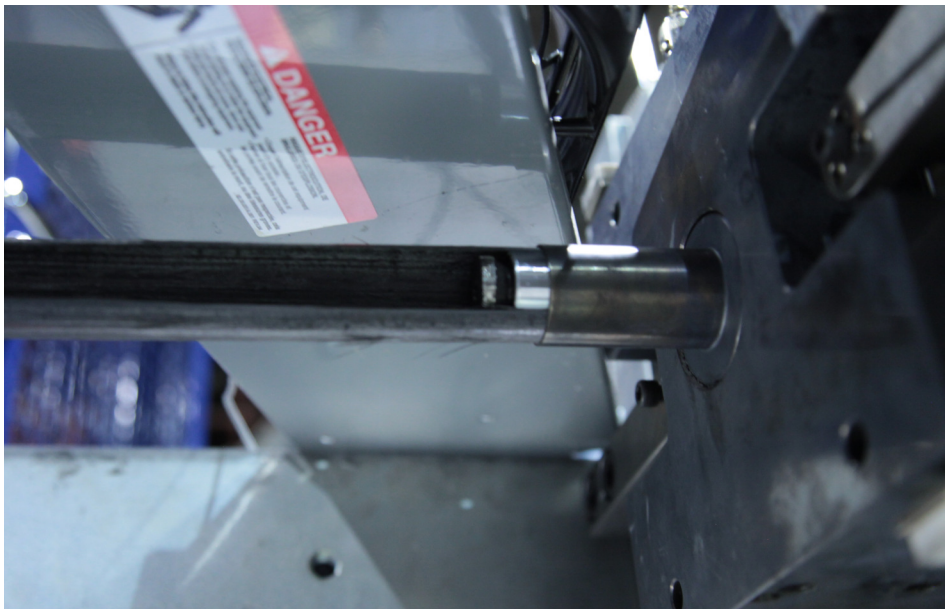


Figure 6.18 Illustration d'un problème rencontré durant la pultrusion de tube où le mandrin fléchie et entre en contact avec la surface externe de la filière de refroidissement.

conductrice, il est important d'éviter la contamination d'équipement électrique à haut voltage. À la suite d'un incident électrique endommageant les infrastructures de chauffage du bâtiment, il a été découvert qu'une quantité substantielle de filaments de carbone provient du cantre lors du déroulement des paquets. Des mesures de mitigations ont été brièvement évaluées, mais n'ont pas été implantées en raison de manque de temps et de budget.

CHAPITRE 7 DISCUSSION GÉNÉRALE

Les travaux présentés regroupent, en premier lieu, une analyse fondamentale du processus de pultrusion multi-filière suivi d'une démonstration technologique démontrant un niveau de maturité technologique avancé. Les études soumises pour publication (chapitres 4 et 5) analysent deux des phénomènes uniques à la pultrusion multi-filière soit la présence de cycles de déconsolidation interfilière et l'étude de l'interaction entre les paramètres des différentes filières. La compréhension de ces phénomènes est cruciale dans leur exploitation et l'optimisation future du procédé. La présence de cycle de déconsolidation et son effet sur la microstructure sont explorés dans un premier temps au chapitre 4 à l'aide d'une représentation numérique. La contribution des différents aspects de la microstructure des fibres mélangées utilisée sur le processus de déconsolidation est mise en évidence grâce au modèle proposé. De plus, l'étude soumise au journal *Composites Part A* illustre une différence majeure entre la réponse aux cycles de déconsolidation des deux précurseurs investigués. Des deux précurseurs utilisés, l'un à fibres continues et l'autre à fibres filées, le précurseur à fibres continues présente un fort taux de décompaction dans les zones imprégnées. Le précurseur à fibres filées pour sa part retient un v_f imprégné beaucoup plus près du v_f sec. Ce v_f plus élevé implique une perméabilité plus faible et ainsi une différence significative lors de l'imprégnation. L'étude n'aborde toutefois pas l'effet des cycles de déconsolidation sur le mécanisme d'imprégnation.

Lors de campagne de test, une grande variabilité dans la qualité des échantillons produits a été observée. Par moment, cette variabilité s'est traduite par une augmentation du nombre d'échantillons afin d'éliminer des résultats aberrants. Cette variabilité est attribuable en partie à la nature des fibres mélangées, mais aussi au contrôle en force, plutôt qu'en position, des cycles de moulage effectués. Les fibres mélangées possèdent une microstructure stochastique en raison des technologies de mélange utilisées. La taille des agglomérats des fibres de renfort et de polymère varie le long du fil produit. La faible taille des échantillons produits implique que la variation de la microstructure peut avoir un effet non négligeable sur l'échantillon au complet. Une plus grande taille d'échantillons atténuerait l'impact de ces variations. De plus, le contrôle en force de l'équipement de moulage exacerbe davantage les différences de la microstructure. La présence de plus gros agglomérats de fibres augmente la perméabilité axiale du renfort et facilite ainsi l'écoulement du polymère vers les ouvertures du moule. Il a, malgré ces limitations, été possible d'observer la décompaction macroscopique des échantillons produits, tout en rattachant leur comportement à l'évolution de leur microstructure. Les conclusions de cette étude répondent ainsi à l'objectif 1 de cette thèse.

Le chapitre 5 présente un modèle, supporté par des données expérimentales, prédictif de la force de pultrusion et du degré d'imprégnation en fonction du nombre, l'angle et la longueur des filières. Le choix de négliger l'effet de la déconsolidation sur les paramètres du matériau a été fait pour but de simplifier l'étude. Le modèle de base, développé par Kim et al. [5] néglige la compaction hydrostatique des agglomérats de fibre. Ainsi, l'incorporation de la déconsolidation de la microstructure nécessite un nouveau modèle de pultrusion thermoplastique, jugé hors du cadre de cette étude. Cette étude, soumise pour publication au journal *Composites Part A*, présente le modèle produit ainsi que les données expérimentales le supportant. Une série de séquences de filières est investiguée illustrant l'effet de plusieurs paramètres uniques à la pultrusion multi-filières. Une nouvelle méthodologie de caractérisation de la perméabilité axiale est proposée. Celle-ci est basée sur l'utilisation d'une filière unique utilisée sur une plage de taux de remplissage. L'évolution du degré d'imprégnation du pultrudat produit et de la force de tirant en fonction du v_f de sortie permettent d'ajuster la perméabilité axiale du renfort. Le ratio de la perméabilité axiale et transverse possède un effet majeur sur le comportement d'imprégnation dans la filière de pultrusion. Combiné aux v_f sec et imprégné, ils forment les paramètres matériaux ayant le plus d'influence dans le procédé. Dans le cas d'une forte perméabilité axiale, le polymère est principalement évacué par l'entrée de la filière plutôt qu'imprégné dans les fibres. Les résultats de caractérisation de la perméabilité axiale varient toutefois en fonction de l'angle de la filière. Ceci implique que l'ajustement de la perméabilité axiale pallie une incapacité du modèle à représenter la perméabilité réelle du renfort dans la filière. Il est toutefois démontré la validité de cette approche dans les résultats obtenus. L'étude présentée propose aussi une formulation unique de la longueur effective de filière. Cette nouvelle formulation permet la représentation de l'interaction entre les filières. Le calcule de celle-ci consiste en une base sur laquelle peuvent s'appuyer de futures études afin d'en augmenter la précision. Celui-ci remplit tout de même l'objectif 2 de cette thèse.

Au chapitre 6 est présenté le processus de conception de l'outillage et le pultrudat résultant. Du processus de conception, la contribution principale se situe dans la simulation de la filière de refroidissement. L'outillage de pultrusion thermoplastique multi-filière destiné à la production de tube est unique et constitue une première dans le monde de la pultrusion thermoplastique multi-filière. Le tube de fibres de carbone et PEI produit, malgré une campagne de test écourtée, illustre le potentiel de la technologie. Les problèmes ayant forcé l'arrêt des expériences sont majoritairement liés aux infrastructures inadéquates et le manque de ressources au Pavillon Anjou de Polytechnique. Ceux-ci pourront être corrigés pour poursuivre les opérations. L'outillage conçu et la preuve de sa fonctionnalité forment le témoignage de l'accomplissement de l'objectif 3.

CHAPITRE 8 CONCLUSION ET RECOMMANDATIONS

8.1 Synthèse des travaux

La recherche présentée est une investigation dans le développement de la pultrusion thermoplastique multi-filière. L'objectif de recherche principal de cette thèse était de développer un système de pultrusion thermoplastique multi-filière adapté à la production de pièces composites destinées à une utilisation en intérieur de cabine. La réalisation de cet objectif a été accomplie par l'atteinte des sous-objectifs présentés au début de cette thèse.

En premier lieu, les bénéfices reliés à l'exploitation des cycles de déconsolidation ont été investigués dans une étude présentée au chapitre 4. L'objectif 1 est de caractériser la déconsolidation thermoplastique de fibres de carbone mélangées dans un procédé à compaction multiple. L'étude soumise au journal *Composites Part A* propose un modèle expliquant le processus de déconsolidation des zones partiellement imprégnées. L'étude investigue spécifiquement le comportement de composite à base de fibres mélangées unidirectionnelles de carbone et PEI tel qu'utilisé durant l'étude sur la pultrusion. Deux types de fibres mélangées ont été investiguées et caractérisées. Le comportement de déconsolidation, tant son amplitude que son comportement temporel, est dominé par le taux d'imprégnation du renfort ainsi que le comportement viscoélastique des fibres sèches. Il a été découvert que le comportement déconsolidé de la fibre varie grandement entre les deux précurseurs utilisés : le précurseur à fibres continues présente un fort taux de décompaction du renfort imprégné. Ceci implique un comportement différent durant les cycles de compaction ultérieurs.

Par la suite, une seconde étude, présentée au chapitre 5, se concentrant sur la pultrusion multi-filière à base de fibres thermoplastiques mélangées a été soumise au journal *Composites Part A*. Celle-ci répond à l'objectif 2 soit de proposer un modèle simulant le taux d'imprégnation et la force de tirant pour un procédé de pultrusion à filières multiples. Les travaux présentés explorent différentes configurations de filières et proposent un modèle numérique permettant de simuler la force de tirant et le taux d'imprégnation du pultrudat produit. Une méthodologie expérimentale est proposée afin d'estimer *in-situ* la perméabilité axiale du renfort utilisé. Les données expérimentales recueillies montrent une bonne corrélation avec les prédictions de force de tirant et d'imprégnation.

Finalement, l'expérience et les données recueillies en laboratoire ont culminé en la réalisation d'un outillage de pultrusion à l'échelle industrielle présentée au chapitre 6. Celui-ci répond au troisième et dernier objectif de cette thèse soit de développer un système de pultrusion à fi-

lières multiples pour la production de pièces tubulaires destinées à une utilisation en intérieur de cabine d'aéronef. Un outillage de pultrusion thermoplastique utilisant un précurseur de fibres mélangées carbone/PEI a été conçu et démarré. Une courte série de tubes en fibres de carbone a pu être produite, démontrant la performance adéquate du système de refroidissement de l'outillage conçu. Des tubes de 27 mm ont été produits avec une relativement faible excentricité entre les parois externe et interne (0.53 mm) à une vitesse relativement faible (50 mm/min) et atteignant un faible taux de porosité (>5%). Le v_f du pultrudat produit (45%) n'atteint toutefois pas la valeur ciblée (53%) puisque la production a dû être interrompue prématurément. Les travaux n'ont pu être poursuivis en raison de délais multiples liés à la pandémie de coronavirus et de l'enveloppe budgétaire épuisée.

Les deux études publiées concluent à un possible avantage à l'utilisation de filières multiples pour la pultrusion de composite à fibres unidirectionnelles telle qu'utilisées en pultrusion thermoplastique. Ce projet se conclu sur la réalisation d'une pièce à géométrie tubuaire démontrant la faisabilité de pultruder un tube à paroi mince. Cette réalisation permet aussi d'acquérir une expertise au sein du labSFCA quant à la conception de filières de pultrusion pour projets de recherche futurs. L'objectif principal de cette thèse, soit de développer un système de pultrusion thermoplastique multi-filière destiné à une application en intérieur d'aéronef est ainsi atteint.

8.2 Limitations de la solution proposée et améliorations futures

La caractérisation de la déconsolidation de fibres unidirectionnelles révèle différents comportements étant susceptibles d'aider ou de nuire à l'imprégnation complète du renfort. Ces différents comportements affectent la pertinence de l'utilisation de cycle de compaction multiple, comme utilisé en pultrusion multi-filière. L'étude réalisée n'a toutefois pu conclure sur l'efficacité de l'utilisation de tels cycles. Des données ont été générées, mais, dû à une grande variabilité dans les résultats obtenus, aucune conclusion statistiquement significative n'a pu être obtenue. Il est d'avis de l'auteur qu'une campagne de moulage par compression contrôlé en plus d'échantillons de plus grande taille permettra d'évaluer l'effet des cycles de déconsolidation sur l'imprégnation du renfort. De plus, cela permettra d'évaluer la sensibilité du comportement à différentes vitesses de compaction et d'être ainsi beaucoup plus représentatif de la situation observée dans une filière de pultrusion.

L'étude réalisée sur la pultrusion thermoplastique multi-filière propose un modèle de pultrusion basé sur une oeuvre précédente de la littérature. Les résultats démontrent une bonne adhérence aux prédictions du modèle, mais celles-ci restent grossières. Plusieurs sources d'erreur ont été identifiées comme responsables de cet écart.

Caractérisation du ratio de perméabilité axiale et transverse L'étude propose une nouvelle méthodologie permettant d'estimer *in-situ* le ratio de perméabilité axiale et transverse de la préforme utilisée. Celui-ci est le paramètre hautement influent sur le comportement de la microstructure. Une meilleure caractérisation de la perméabilité axiale et transverse, à l'extérieur d'une filière de pultrusion, permettra d'augmenter la confiance dans le modèle proposé.

Compaction et décompaction de fibres Le modèle proposé pose comme hypothèse que le renfort fibreux possède un taux de fibre statique et uniforme sur la longueur de la filière. Or, les agglomérats de fibres sont soumis à la pression hydrostatique du polymère qui varie grandement entre l'entrée et la fin de la filière. De plus, à la sortie de la filière, la structure fibreuse décompacte avant de pénétrer la filière en aval. La longueur efficace de la filière est, dans l'étude présentée, estimée géométriquement en fonction de la sortie de la filière précédente, mais en négligeant la déconsolidation du renfort. La longueur efficace influence grandement le comportement de la filière en termes de force de tirant générée et de l'imprégnation du renfort. Elle dépendra de la quantité de polymère refoulant dans la filière et de l'amplitude de déconsolidation. Une amélioration dans l'estimation de la longueur efficace de filière augmentera ainsi la précision de la prédiction du modèle.

Bris de fibre à haut v_f L'obtention d'un pultrudat à très haut v_f a été tentée dans le cadre de la recherche liée à ce projet. Toutefois, il a été découvert que l'augmentation du v_f corrèle avec une augmentation de la quantité et de la fréquence du bris de fibre observé. Il est émis comme hypothèse que le mécanisme causant le bris de fibre est lié à un écoulement de compression dans les zones imprégnées du pultrudat. Cette hypothèse devra être étudiée de manière plus approfondie afin de résoudre ce problème.

Augmentation de la vitesse de procédé Finalement, afin d'augmenter la productivité et augmenter la profitabilité économique de la pultrusion thermoplastique, une augmentation significative de la vitesse de procédé est souhaitable. L'atteinte de cet objectif nécessitera une représentation du gradient de température du pultrudat dans les filières, représenté comme isotherme dans cette étude. De plus, à très haute vitesse, une représentation du comportement de rhéofluidification sera nécessaire.

Finalement, la démonstration technologique du procédé de pultrusion thermoplastique a été réalisée en pultrudant une pièce à géométrie complexe : un tube à paroi mince. Cette démonstration a toutefois souligné plusieurs lacunes dans l'opération d'un tel procédé. Le problème principal rencontré est lié à la co-axialité du mandrin avec les différentes filières de l'outillage.

L'origine de ce problème est suspectée d'être en raison d'un manque de rigidité et la difficulté d'ajustement fin du système de positionnement des différentes filières de l'assemblage. Cette situation est d'autant plus exacerbée par la faible épaisseur de paroi du pultrudat produit. Tout d'abord, la poursuite des essais de pultrusion permettrait de valider l'existence de ces problèmes. Par la suite, une amélioration au niveau des infrastructures de support de filières est requise afin de positionner celles-ci plus aisément et plus précisément. Toutefois, d'avantage de recherche est requise afin de vérifier que le précurseur n'est pas en cause dans ce problème. Plus d'essais sont requis afin d'acquérir de l'expérience et des données sur cet équipement, mais la courte démonstration effectuée offre une perspective encourageante sur l'avenir de cette technologie.

RÉFÉRENCES

[1] J. Leahy, “Airbus december 2017 orders and deliveries,” Airbus, Rapport technique, 2017.

[2] F. Lapointe et L. Laberge Lebel, “Fiber damage and impregnation during multi-die vacuum assisted pultrusion of carbon/PEEK hybrid yarns,” *Polymer Composites*, 2018.

[3] M. Eichenhofer, J. C.H. Wong et P. Ermanni, “Exploiting Cyclic Softening in Continuous Lattice Fabrication for the Additive Manufacturing og High Performance FIbre-Reinforced Thermoplastic Composite Materials.pdf,” *Composites Science and Technology*, vol. 164, p. 248–259, 2018.

[4] N. Bernet, V. Michaud, P. E. Bourban et J. A. Manson, “Impregnation model for the consolidation of thermoplastic composites made from commingled yarns,” *Journal of Composite Materials*, vol. 33, n°. 8, p. 751–772, 1999.

[5] D. H. Kim, W. I. Lee et K. Friedrich, “A model for a thermoplastic pultrusion process using commingled yarns,” *Composites Science and Technology*, vol. 61, n°. 8, p. 1065–1077, 2001.

[6] *RECARO PR BL BL3710*. Recaro, Apr 2018. [En ligne]. Disponible : https://www.recaro-as.com/en/press/press-releases/details/a-successful-business-year-recaro-aircraft-seating-increases-production-by-15-percent.html

[7] V. Giurgiutiu, *Structural health monitoring of aerospace composites*. Elsevier Inc., sep 2015.

[8] M. Favaloro, T. E. Polymers et S. H. Road, “A Comparison of the Environmental Attributes of Thermoplastic vs. Thermoset Composites,” dans *41st ISTC*, 2009, p. 1–6.

[9] U. K. Vaidya et K. K. Chawla, “Processing of fibre reinforced thermoplastic composites,” *International Materials Reviews*, vol. 53, n°. 4, p. 185–218, 2008.

[10] “Toray to acquire tencate advanced composites,” 2018. [En ligne]. Disponible : https://www.innovationintextiles.com/toray-to-acquire-tencate-advanced-composites/

[11] “Semipreg - 5m,” 2017. [En ligne]. Disponible : https://www.5m.cz/en/products/semipreg

[12] K. van Rijswijk et H. E. Bersee, “Reactive processing of textile fiber-reinforced thermoplastic composites - An overview,” *Composites Part A : Applied Science and Manufacturing*, vol. 38, n°. 3, p. 666–681, 2007.

[13] B. J. Devlin, M. D. Williams, J. A. Quinn et A. G. Gibson, “Pultrusion of unidirectional composites with thermoplastic matrices,” *Composites Manufacturing*, vol. 2, n°. 3-4, p. 203–207, 1991.

[14] W. Lee et G. Springer, “Lee et al. - Pultrusion of Thermoplastics - A Model.pdf,” *Journal of Composite Materials*, vol. 25, n°. 12, p. 1632–1652, 1991.

[15] B. T. Åstroöm et R. B. Pipes, “A modeling approach to thermoplastic pultrusion. II : Verification of models,” *Polymer Composites*, vol. 14, n°. 3, p. 184–194, 1993.

[16] S. I. Ngo, Y. I. Lim, M. H. Hahn, J. Jung et Y. H. Bang, “Multi-scale computational fluid dynamics of impregnation die for thermoplastic carbon fiber prepreg production,” *Computers and Chemical Engineering*, vol. 103, p. 58–68, 2017.

[17] M. D. Wakeman et J. A. Månson, “Composites manufacturing - thermoplastics,” dans *Design and Manufacture of Textile Composites*. Woodhead Publishing, jan 2005, p. 197–241.

[18] D. Zhang, D. Heider et J. W. Gillespie, “Determination of void statistics and statistical representative volume elements in carbon fiber-reinforced thermoplastic prepregs,” *Journal of Thermoplastic Composite Materials*, vol. 30, n°. 8, p. 1103–1119, 2017.

[19] H. Mankodi, “Developments in hybrid yarns,” dans *Specialist Yarn and Fabric Structures*. Elsevier, 2011, p. 21–55.

[20] M. Bar, A. Das et R. Alagirusamy, “Effect of interface on composites made from DREF spun hybrid yarn with low twisted core flax yarn,” *Composites Part A : Applied Science and Manufacturing*, vol. 107, p. 260–270, apr 2018.

[21] A. Grozdanov et G. Bogoeva-Gaceva, “Carbon Fibers/Polyamide 6 Composites Based on Hybrid Yarns,” *Journal of Thermoplastic Composite Materials*, vol. 23, n°. 1, p. 99–110, 2010.

[22] G. Bechtold, M. Sakaguchi, K. Friedrich et H. Hamada, “Pultrusion of micro-braided GF/PA6 yarn,” *Advanced Composites Letters*, vol. 8, n°. 6, p. 305–314, jan 1999.

[23] Schappe-Technique, “Thermoplastic TPFL | Schappe,” 2018. [En ligne]. Disponible : https://schappe.com/technologies/thermoplastic-tpfl/https://schappe.com/products/composites/thermoplastic-tpfl/

[24] H. Darcy, *Les fontaines publiques de la ville de Dijon : Exposition et application des principes à suivre et des formules à employer dans les questions de distribution d’eau : Ouvrage terminé par un appendice relatif aux fournitures d’eau de plusieurs villes, au filtrage des eaux et à la fabrication des tuyaux de fonte, de plomb, de tôle et de bitume*, ser. Les fontaines publiques de la ville de Dijon. Exposition et application des principes

à suivre et des formules à employer dans les questions de distribution d'eau : ouvrage terminé par un appendice relatif aux fournitures d'eau de plusieurs villes au filtrage des eaux et à la fabrication des tuyaux de fonte, de plomb, de tole et de bitume. V. Dalmont, 1856.

[25] T. G. P. Gutowski, *Advanced composites manufacturing*. Wiley, 1997.

[26] F. Robitaille et R. Gauvin, "Compaction of textile reinforcements for composites manufacturing. I : Review of experimental results," *Polymer Composites*, vol. 19, n°. 2, p. 198–216, apr 1998.

[27] B. Chen, A. H. Cheng et T. W. Chou, "Nonlinear compaction model for fibrous preforms," *Composites Part A : Applied Science and Manufacturing*, vol. 32, n°. 5, p. 701–707, may 2001.

[28] A. El Mourid, R. Ganesan et M. Lévesque, "Comparison between analytical and numerical predictions for the linearly viscoelastic behavior of textile composites," *Mechanics of Materials*, vol. 58, p. 69–83, mar 2013.

[29] S. B. Stankovic, "Compression hysteresis of fibrous systems," *Polymer Engineering & Science*, vol. 48, n°. 4, p. 676–682, apr 2008.

[30] S. V. Lomov, L. Gorbatikh, M. Houlle, Ž. Kotanjac, V. Koissin, K. Vallons et I. Verpoest, "Compression resistance and hysteresis of carbon fibre tows with grown carbon nanotubes/nanofibres," *Composites Science and Technology*, vol. 71, n°. 15, p. 1746–1753, oct 2011.

[31] M. A. Kabachi, M. Danzi, S. Arreguin et P. Ermanni, "Experimental study on the influence of cyclic compaction on the fiber-bed permeability, quasi-static and dynamic compaction responses," *Composites Part A : Applied Science and Manufacturing*, vol. 125, p. 105559, oct 2019.

[32] M. Sandberg, A. Kabachi, M. Volk, F. Bo Salling, P. Ermanni, J. H. Hattel et J. Spangenberg, "Permeability and compaction behaviour of air-texturised glass fibre rovings : A characterisation study," *Journal of Composite Materials*, vol. 54, n°. 27, p. 4241–4252, nov 2020.

[33] B. Gebart, "Permeability of Unidirectional Reinforcements for RTM," *Journal of Composite Materials*, vol. 26, n°. 8, p. 1100–1133, 1992.

[34] J. Kozeny, *Über kapillare Leitung des Wassers im Boden : (Aufstieg, Versickerung u. Anwendung auf die Bewässerg) ; Gedr. mit Unterstützg aus d. Jerome u. Margaret Stonborsugh-Fonds*. Hölder-Pichler-Tempsky, A.-G. [Abt. :] Akad. d. Wiss., 1927.

[35] N. Vernet, E. Ruiz, S. Advani, J. B. Alms, M. Aubert, M. Barburski, B. Barari, J. M. Beraud, D. C. Berg, N. Correia, M. Danzi, T. Delavière, M. Dickert, C. Di Fratta,

A. Endruweit, P. Ermanni, G. Francucci, J. A. Garcia, A. George, C. Hahn, F. Klunker, S. V. Lomov, A. Long, B. Louis, J. Maldonado, R. Meier, V. Michaud, H. Perrin, K. Pillai, E. Rodriguez, F. Trochu, S. Verheyden, M. Weitgrefe, W. Xiong, S. Zaremba et G. Ziegmann, "Experimental determination of the permeability of engineering textiles : Benchmark II," *Composites Part A : Applied Science and Manufacturing*, vol. 61, p. 172–184, jun 2014.

[36] F. Henninger, L. Ye et K. Friedrich, "Deconsolidation behaviour of glass fibre-polyamide 12 composite sheet material during post-processing," *Plastics, Rubber and Composites Processing and Applications*, vol. 27, n°. 6, p. 287–292, 1998.

[37] R. A. Tatara, "14 - compression molding," dans *Applied Plastics Engineering Handbook (Second Edition)*, 2e éd., ser. Plastics Design Library, M. Kutz, édit. William Andrew Publishing, 2017, p. 291–320.

[38] D. Howell et S. Fukumoto, "Compression molding of long chopped fiber thermoplastic composites," *TenCate*, 01 2014.

[39] D. Trudel-Boucher, B. Fisa, J. Denault et P. Gagnon, "Experimental investigation of stamp forming of unconsolidated commingled E-glass/polypropylene fabrics," *Composites Science and Technology*, vol. 66, n°. 3-4, p. 555–570, mar 2006.

[40] N. Reynolds, S. Awang-Ngah, G. Williams et D. J. Hughes, "Direct Processing of Structural Thermoplastic Composites Using Rapid Isothermal Stamp Forming," *Applied Composite Materials*, vol. 27, n°. 1-2, p. 107–115, apr 2020.

[41] F. Barrera Betanzos, M. Gimeno-Fabra, J. Segal, D. Grant et I. Ahmed, "Cyclic pressure on compression-moulded bioresorbable phosphate glass fibre reinforced composites," *Materials and Design*, vol. 100, p. 141–150, jun 2016.

[42] F. L. Lapointe, A. Oswald et L. Laberge Lebel, "Manufacturing of Thermoplastic Composite Rods using Vacuum Assisted Pultrusion," *Canada-Japan-Vietnam workshop on composites*, p. 1–8, 2016.

[43] S. Karthika, T. K. Radhakrishnan et P. Kalaichelvi, "A review of classical and non-classical nucleation theories," *Crystal Growth & Design*, vol. 16, n°. 11, p. 6663–6681, 2016.

[44] S. Roychowdhury, "Void Formation and Growth in Amorphous Thermplastic Polymeric Materials," Thèse de doctorat, University of Delaware, 1995.

[45] V. Donadei, F. Lionetto, M. Wielandt, A. Offringa et A. Maffezzoli, "Effects of blank quality on press-formed PEKK/Carbon composite parts," *Materials*, vol. 11, n°. 7, 2018.

[46] T. Slange, “Deconsolidation of C/PEEK blanks : on the role of prepreg, blank manufacturing method and conditioning,” *Composites Part A : Applied Science and Manufacturing*, vol. 113, p. 189–199, oct 2018.

[47] M. Brzeski et P. Mitschang, “Deconsolidation and its interdependent mechanisms of fibre reinforced polypropylene,” *Polymers & Polymer Composites*, vol. 23, n°. 8, p. 515–524, 2015.

[48] C. Gröschel et D. Drummer, “The influence of moisture and laminate setup on the de-consolidation behavior of PA6/GF thermoplastic matrix composites,” *International Polymer Processing*, vol. 29, n°. 5, p. 660–668, nov 2014.

[49] L. Ye, M. Lu et Y.-W. Mai, “Thermal de-consolidation of thermoplastic matrix composites - I. Growth of voids,” *Composites Science and Technology*, vol. 62, n°. 16, p. 2121–2130, dec 2002.

[50] M. Lu, L. Ye et Y. W. Mai, “Thermal de-consolidation of thermoplastic matrix composites-II. "Migration" of voids and "re-consolidation",” *Composites Science and Technology*, vol. 64, n°. 2, p. 191–202, feb 2004.

[51] J. Wolfrath, V. Michaud et J.-A. Månson, “Deconsolidation in glass mat thermoplastics : Influence of the initial fibre/matrix configuration,” *Composites Science and Technology*, vol. 65, n°. 10, p. 1601–1608, aug 2005.

[52] W. B. Goldsworthy et F. Landgraf, “Apparatus for producing elongated articles from fiber-reinforced plastic material,” Feb 1959.

[53] “An industry pioneer,” *Reinforced Plastics*, vol. 47, n°. 6, p. 48, 2003.

[54] J. L. Mclarty, “Control of Filament Winding Parameters,” *Composite Filament Winding*, p. 65–79, 2011.

[55] “Epta - pultrusion - technical principles,” 2017.

[56] A. Luisier, P. E. Bourban et J. A. Månson, “Reaction injection pultrusion of PA12 composites : Process and modelling,” *Composites Part A : Applied Science and Manufacturing*, vol. 34, n°. 7, p. 583–595, jul 2003.

[57] G. Bechtold, S. Wiedmer et K. Friedrich, “Pultrusion of Thermoplastic Composites-New Developments and Modelling Studies,” *Journal of Thermoplastic Composite Materials*, vol. 15, n°. 5, p. 443, 2002.

[58] L. Z. Linganiso, R. Bezerra, S. Bhat, M. John, R. Braeuning et R. D. Anandjiwala, “Pultrusion of flax/poly(lactic acid) commingled yarns and nonwoven fabrics,” *Journal of Thermoplastic Composite Materials*, vol. 27, n°. 11, p. 1553–1572, 2014.

[59] L. L. Lebel et A. Nakai, “Design and manufacturing of an L-shaped thermoplastic composite beam by braid-trusion,” *Composites Part A : Applied Science and Manufacturing*, vol. 43, n°. 10, p. 1717–1729, oct 2012.

[60] A. Babeau, S. Comas-Cardona, C. Binetruy et G. Orange, “Modeling of heat transfer and unsaturated flow in woven fiber reinforcements during direct injection-pultrusion process of thermoplastic composites,” *Composites Part A : Applied Science and Manufacturing*, vol. 77, p. 310–318, 2015.

[61] H. Ishida et G. Rotter, “Rim-pultrusion of thermoplastic matrix composites,” *Composite polymers*, vol. 4, n°. 1, p. 1–11, 1991.

[62] M.-S. Yn, C.-C. M. Ma, S.-H. Lin et Y.-D. Wu, “Pultrusion of poly (ε-caprolactam)/poly (butadiene-co-acrylonitrile) composites : I. simulation and a mathematical model,” *Composites science and technology*, vol. 54, n°. 2, p. 123–131, 1995.

[63] Y. Ma et R. Shishoo, “The Influences of Processing Parameters on the Fiber Distribution and Matrix Flow of Unidirectional Glass Fiber/Polyethylene Terephthalate (GF/PET) Commingled Yarns,” Rapport technique, 1999.

[64] S. Epple et C. Bonten, “Production of continuous fiber thermoplastic composites by in-situ pultrusion,” *AIP Conference Proceedings*, vol. 1593, n°. 2014, p. 454–457, 2014.

[65] K. Chen, M. Jia, S. Hua et P. Xue, “Optimization of initiator and activator for reactive thermoplastic pultrusion,” *Journal of Polymer Research*, vol. 26, n°. 2, p. 40, 2019.

[66] X. Ning et H. Ishida, “Rim-pultrusion of nylon-6 and rubber-toughened nylon-6 composites,” *Polymer Engineering & Science*, vol. 31, n°. 9, p. 632–637, 1991.

[67] B. G. Cho, S. P. Mccarthy, J. P. Fanucci et S. C. Nolet, “Fiber reinforced nylon-6 composites produced by the reaction injection pultrusion process,” *Polymer Composites*, vol. 17, n°. 5, p. 673–681, 1996.

[68] S. Wiedmer et M. Manolesos, “An experimental study of the pultrusion of carbon fiber-polyamide 12 yarn,” *Journal of Thermoplastic Composite Materials*, vol. 19, n°. 1, p. 97–112, 2006.

[69] J. Schäfer, T. Gries, R. Schuster et C. Lammel, “Continuous production of fibre reinforced thermoplastic composites by braiding pultrusion,” dans *Proceedings of the 20th International Conference on Composite Materials*. ICCM Copenhagen, 2015.

[70] A. Nakai, T. Uozumi, A. Ohtani, T. Kanamori et S. Nagoh, “High-cycle molding of continuous fiber reinforced thermoplastic composite pipe,” dans *Proceedings of the 20th International Conference on Composite Materials*, 2015.

[71] M. Ueda, N. Ui et A. Ohtani, “Lightweight and anti-corrosive fiber reinforced thermoplastic rivet,” *Composite Structures*, vol. 188, p. 356–362, 2018.

[72] G. Bechtold, K. Kameo, F. Langler, H. Hamada et K. Friedrich, “Pultrusion of braided thermoplastic commingled yarn-simulation of the impregnation process,” dans *5th International Conference on Flow Process in Composite Materials, Plymouth*, 1999, p. 257–264.

[73] Y. Takai, N. Kawai, A. Nakai et H. Hamada, “Fabrication of long fiber reinforced thermoplastic composites with pultrusion technique,” dans *Proceedings of the American Society for Composites—21st Technical Conference of the American Society for Composites, Dearborn, MI, USA*, 2006, p. 17–20.

[74] D. Hatano, M. Takagi, A. Ohtani et A. Nakai, “Pultrusion system for continuous fiber reinforced thermoplastic composite with braiding technique,” dans *Proceedings of the 26th Annual Technical Conference of the American Society for Composites*, 2011.

[75] A. Nakai et K. Morino, “Molding condition for shortening molding time during pultrusion molding of thermoplastic composites,” dans *Proceedings of the ICCM International Conferences on Composite Materials, Xi’an, China*, 2017, p. 20–25.

[76] A. H. Miller, N. Dodds, J. M. Hale et A. G. Gibson, “High speed pultrusion of thermoplastic matrix composites,” *Composites Part A : Applied Science and Manufacturing*, vol. 29, n°. 7, p. 773–782, 1998.

[77] B. T. Astroem et R. B. Pipes, “Modeling of a thermoplastic pultrusion process,” *SAMPE Quarterly (Society of Aerospace Material and Process Engineers);(United States)*, vol. 22, n°. 4, 1991.

[78] A. Carlsson et B. T. Åström, “Experimental investigation of pultrusion of glass fibre reinforced polypropylene composites,” *Composites Part A : Applied Science and Manufacturing*, vol. 29, n°. 5-6, p. 585–593, 1998.

[79] S. Roy, H. Lu, K. Vengadassalam et F. Hussain, “Compressive strength enhancement of pultruded thermoplastic composites using nanoclay reinforcement,” dans *45th AIAA/ASME/ASCE/AHS/ASC Structures, Structural Dynamics & Materials Conference*, 2004, p. 1778.

[80] M. Asensio, P. Esfandiari, K. Núñez, J. Silva, A. Marques, J. Merino et J. Pastor, “Processing of pre-impregnated thermoplastic towpreg reinforced by continuous glass fibre and recycled pet by pultrusion,” *Composites Part B : Engineering*, vol. 200, p. 108365, 2020.

[81] V. Klinkmüller, M.-K. Um, M. Steffens, K. Friedrich et B.-S. Kim, “A new model for impregnation mechanisms in different gf/pp commingled yarns,” *Applied Composite Materials*, vol. 1, n°. 5, p. 351–371, 1994.

[82] P. Bates et I. Ekhator, “Continuous consolidation of commingled glass and polypropylene roving,” *Journal of reinforced plastics and composites*, vol. 23, n°. 13, p. 1409–1424, 2004.

[83] K. Jamiyanaa, “Thermoplastic Pultrusion Development and Characterization of Residual in Pultruded Composites with Modeling And Experiments,” Thèse de doctorat, The University Of Alabama At Birmingham, 2014.

[84] P. J. Novo, J. F. Silva, J. P. Nunes et A. T. Marques, “Pultrusion of fibre reinforced thermoplastic pre-impregnated materials,” *Composites Part B : Engineering*, vol. 89, p. 328–339, 2016.

[85] W. Michaeli et D. Jürss, “Thermoplastic pull-braiding : Pultrusion of profiles with braided fibre lay-up and thermoplastic matrix system (PP),” *Composites Part A : Applied Science and Manufacturing*, vol. 27, n°. 1, p. 3–7, jan 1996.

[86] J. Nunes, J. Silva et P. Novo, “Processing thermoplastic matrix towpregs by pultrusion,” *Advances in polymer technology*, vol. 32, n°. S1, p. E306–E312, 2013.

[87] C. Budiyantoro, H. S. Rochardjo et G. Nugroho, “Effects of processing variables of extrusion–pultrusion method on the impregnation quality of thermoplastic composite filaments,” *Polymers*, vol. 12, n°. 12, p. 2833, 2020.

[88] J. G. Vaughan et R. M. Hackett, “FINAL REPORT PULTRUSION PROCESS CHARACTERIZATION NASA Contract NAS8-37193 Submitted by,” vol. 1991, 1991.

[89] N. Alsinani, M. Ghaedsharaf et L. Laberge Lebel, “Effect of cooling temperature on deconsolidation and pulling forces in a thermoplastic pultrusion process,” *Composites Part B : Engineering*, vol. 219, p. 108889, aug 2021.

[90] L. Ye, K. Friedrich, J. Kästel et Y. W. Mai, “Consolidation of unidirectional CF/PEEK composites from commingled yarn prepreg,” *Composites Science and Technology*, vol. 54, n°. 4, p. 349–358, 1995.

[91] K. Ramani, H. Borgaonkar et C. Hoyle, “Experiments on compression moulding and pultrusion of thermoplastic powder impregnated towpregs,” *Composites Manufacturing*, vol. 6, n°. 1, p. 35–43, 1995.

[92] M. L. Wilson, J. D. Buckley, G. E. Dickerson, G. S. Johnson, E. C. Taylor et E. W. Covington III, “Pultrusion process development of a graphite reinforced polyetherimide thermoplastic composite,” *Journal of Thermoplastic Composite Materials*, vol. 2, n°. 3, p. 230–246, 1989.

[93] M. Ghaedsharaf, J. Brunel et L. Lebel, “Thermoplastic composite rod manufacturing using biaxial braid-trusion,” dans *Proceedings of the ECCM18–18th European Conference on Composite Materials, Athens, Greece*, 2018, p. 24–28.

[94] J. Larock, H. Hahn et D. Evans, “Pultrusion processes for thermoplastic composites,” *Journal of Thermoplastic Composite Materials*, vol. 2, n°. 3, p. 216–229, 1989.

[95] A. Oswald, “Pultrusion multi-filière assistée par le vide de lin/pla,” Mémoire de maîtrise, Polytechnique Montréal, 10 2016.

[96] A. Memon et A. Nakai, “Mechanical properties of jute spun yarn/pla tubular braided composite by pultrusion molding,” *Energy procedia*, vol. 34, p. 818–829, 2013.

[97] M. Evstatiev, I. Angelov et K. Friedrich, “Structure and properties of microfibrillar-reinforced composites based on thermoplastic pet/ldpe blends after manufacturing by means of pultrusion,” *Polymer Engineering & Science*, vol. 50, n°. 2, p. 402–410, 2010.

[98] M. Volk, J. Wong, S. Arreguin et P. Ermanni, “Pultrusion of large thermoplastic composite profiles up to Ø 40 mm from glass-fibre/PET commingled yarns,” *Composites Part B : Engineering*, vol. 227, p. 109339, dec 2021.

[99] H. Hedayati Velis, M. Golzar et O. Yousefzade, “Composites based on hdpe, jute fiber, wood, and thermoplastic starch in tubular pultrusion die : The correlation between mechanical performance and microstructure,” *Advances in Polymer Technology*, vol. 37, n°. 8, p. 3483–3491, 2018.

[100] A. Zoller, P. Escalé et P. Gérard, “Pultrusion of bendable continuous fibers reinforced composites with reactive acrylic thermoplastic elium® resin,” *Frontiers in Materials*, vol. 6, p. 290, 2019.

[101] N. Han, I. Baran, J. S. M. Zanjani, O. Yuksel, L. An et R. Akkerman, “Experimental and computational analysis of the polymerization overheating in thick glass/elium® acrylic thermoplastic resin composites,” *Composites Part B : Engineering*, vol. 202, p. 108430, 2020.

[102] Y. Ruan et J. C. Liu, “Steady state heat transfer model for fiber-reinforced-thermoplastic pultrusion processes using the finite element method,” *Journal of Materials Processing and Manufacturing Science*, vol. 3, n°. 1, p. 91–113, 1994.

[103] G. Sala et D. Cutolo, “The pultrusion of powder-impregnated thermoplastic composites,” *Composites Part A : Applied Science and Manufacturing*, vol. 28, n°. 7, p. 637–646, 1997.

[104] S. M. Haffner, K. Friedrich, P. J. Hogg et J. J. Busfield, “Finite-element-assisted modelling of a thermoplastic pultrusion process for powder-impregnated yarn,” *Composites Science and Technology*, vol. 58, n°. 8, p. 1371–1380, 1998.

[105] N. Svensson, R. Shishoo et M. Gilchrist, “Manufacturing of thermoplastic composites from commingled yarns - A review,” *Journal of Thermoplastic Composite Materials*, vol. 11, n°. 1, p. 22–56, 1998.

[106] D. W. Kim, Y. S. An, J. D. Nam et S. W. Kim, “Thermoplastic film infusion process for long-fiber reinforced composites using thermally expandable elastomer tools,” *Composites Part A : Applied Science and Manufacturing*, vol. 34, n°. 7, p. 673–680, 2003.

[107] B. P. Van West, R. B. Pipes et S. G. Advani, “The consolidation of commingled thermoplastic fabrics,” *Polymer Composites*, vol. 12, n°. 6, p. 417–427, dec 1991.

[108] P. Kravaev, O. Stolyarov, G. Seide et T. Gries, “Influence of process parameters on filament distribution and blending quality in commingled yarns used for thermoplastic composites,” *Journal of Thermoplastic Composite Materials*, vol. 27, n°. 3, p. 350–363, mar 2014.

[109] N. Bernet, V. Michaud, P.-E. Bourban et J.-A. Månson, “Commingled yarn composites for rapid processing of complex shapes,” *Composites Part A : Applied Science and Manufacturing*, vol. 32, n°. 11, p. 1613–1626, nov 2001.

[110] T. Sochi, “Non-Newtonian flow in porous media,” p. 5007–5023, oct 2010.

[111] M. A. Bohn, “The Connection Between the Parameters of WLF Equation and of Arrhenius Equation,” *Propellants, Explosives, Pyrotechnics*, vol. 44, n°. 6, p. 696–705, jun 2019.

[112] N. V et B. Kandasubramanian, “Advanced polymeric composites via commingling for critical engineering applications,” *Polymer Testing*, vol. 91, p. 106774, nov 2020.

[113] J. Gutiérrez, E. Ruiz et F. Trochu, “Exploring the behavior of glass fiber reinforcements under vibration-assisted compaction,” *Journal of the Textile Institute*, vol. 104, n°. 9, p. 980–993, sep 2013.

[114] M. Floeck, H. C. Stadtfeld, P. Mitschang et S. Bickerton, “Impact of stitching processes on the compaction behavior of glass fiber reinforcements,” *Journal of Industrial Textiles*, vol. 36, n°. 2, p. 151–165, oct 2006.

[115] T. Grieser et P. Mitschang, “Investigation of the compaction behavior of carbon fiber NCF for continuous preforming processes,” *Polymer Composites*, vol. 38, n°. 11, p. 2609–2625, nov 2017.

[116] F. L. Lapointe, A. Oswald, A. Nakai et L. Laberge Lebel, “Manufacturing of Carbon/Polyamide Beam by Vacuum Assisted Pultrusion,” dans *ECCM17 - 17th European Conference on Composite Materials*, n°. June, 2016, p. 1–9.

[117] B. P. Van West, R. B. Pipes, M. Keefe et S. G. Advani, “The draping and consolidation of commingled fabrics,” *Composites Manufacturing*, vol. 2, n°. 1, p. 10–22, mar 1991.

[118] T. W. Kim, E. J. Jun, M. K. Um et W. I. Lee, “Effect of pressure on the impregnation of thermoplastic resin into a unidirectional fiber bundle,” *Advances in Polymer Technology*, vol. 9, n°. 4, p. 275–279, 1989.

[119] N. C. Correia, F. Robitaille, A. C. Long, C. D. Rudd, P. Šimáček et S. G. Advani, “Analysis of the vacuum infusion moulding process : I. Analytical formulation,” *Composites Part A : Applied Science and Manufacturing*, vol. 36, n°. 12, p. 1645–1656, dec 2005.

[120] L. Ye, M. Lu et H.-Y. Liu, “Deconsolidation and Reconsolidation of Thermoplastic Composites During Processing,” dans *Polymer Composites*, 2005, p. 233–254.

[121] L. Ye, Z. R. Chen, M. Lu et M. Hou, “De-consolidation and re-consolidation in CF/PPS thermoplastic matrix composites,” *Composites Part A : Applied Science and Manufacturing*, vol. 36, n°. 7, p. 915–922, jul 2005.

[122] J. Wolfrath, V. Michaud et J. A. Månson, “Deconsolidation in glass mat thermoplastic composites : Analysis of the mechanisms,” *Composites Part A : Applied Science and Manufacturing*, vol. 36, n°. 12, p. 1608–1616, dec 2005.

[123] T. Gutowski et G. Dillon, “The elastic deformation of fiber bundles,” p. 138–139, 1997.

[124] G. A. Carnaby et N. Pan, “Theory of the Compression Hysteresis of Fibrous Assemblies,” *Textile Research Journal*, vol. 59, n°. 5, p. 275–284, may 1989.

[125] S. Roychowdhury, J. W. Gillespie et S. G. Advani, “Volatile-induced void formation in amorphous thermoplastic polymeric materials : I. Modeling and parametric studies,” *Journal of Composite Materials*, vol. 35, n°. 4, p. 340–366, 2001.

[126] S. G. Advani, T. S. Creasy et S. F. Shuler, “Chapter 8 Rheology of long fiber-reinforced composites in sheetforming,” *Composite Materials Series*, vol. 11, n°. C, p. 323–369, jan 1997.

[127] F. Robitaille et R. Gauvin, “Compaction of textile reinforcements for composites manufacturing. III : Reorganization of the fiber network,” *Polymer Composites*, vol. 20, n°. 1, p. 48–61, 1999.

[128] ——, “Compaction of textile reinforcements for composites manufacturing. II : Compaction and relaxation of dry and H20-Saturated woven reinforcements,” *Polymer Composites*, vol. 19, n°. 5, p. 543–557, oct 1998.

[129] S. Karthika, T. K. Radhakrishnan et P. Kalaichelvi, “A review of classical and nonclassical nucleation theories,” *Crystal Growth & Design*, vol. 16, n°. 11, p. 6663–6681, 2016.

[130] “Ultem resin 1000,” Sabic, 7 2018, rev. : 20180725.

[131] C. A. Lawrence, *Fundamentals of Spun Yarn Technology.* New York : CRC Press, 2003.

[132] A. Safonov, P. Carlone et I. Akhatov, "Mathematical simulation of pultrusion processes : A review," *Composite Structures*, vol. 184, n°. July 2017, p. 153–177, 2018.

[133] A. Vedernikov, A. Safonov, F. Tucci, P. Carlone et I. Akhatov, "Pultruded materials and structures : A review," p. 4081–4117, may 2020.

[134] E. Witten, "The Market for Glass Fibre Reinforced Plastics (GRP) in 2020. Market Developments, Trends, Outlooks and Challenges." Rapport technique, 2020. [En ligne]. Disponible : www.avk-tv.de

[135] K. Minchenkov, A. Vedernikov, A. Safonov et I. Akhatov, "No Title," jan 2021.

[136] A. H. Miller, "Pultrusion of Powder Impregnated and Commingled Composites," Thèse de doctorat, University of Newcastle Upon Tyne, 1999.

[137] B. T. Åstroöm et R. B. Pipes, "A modeling approach to thermoplastic pultrusion. I : Formulation of Models," *Polymer Composites*, vol. 14, n°. 3, p. 173–183, 1993.

[138] V. Kerbiriou et K. Friedrich, "Pultrusion of thermoplastic composites - process optimization and mathematical modeling," *Journal of Thermoplastic Composite Materials*, vol. 12, n°. 2, p. 96–120, 1999.

[139] A. G. Gibson et J. A. Månson, "Impregnation technology for thermoplastic matrix composites," *Composites Manufacturing*, vol. 3, n°. 4, p. 223–233, jan 1992.

[140] L. Ye, K. Friedrich, D. Cutolo et A. Savadori, "Manufacture of CF/PEEK composites from powder/sheath fibre preforms," *Composites Manufacturing*, vol. 5, n°. 1, p. 41–50, 1994.

[141] T. S. Lundström et B. R. Gebart, "Effect of perturbation of fibre architecture on permeability inside fibre tows," *Journal of Composite Materials*, vol. 29, p. 424–443, 1995.

[142] P. C. Carman, "Fluid flow through granular beds," *Trans. Inst. Chem. Eng.*, vol. 15, p. 150–166, 1937.

[143] K. T. Ulrich et S. D. Eppinger, "Product Design and Development ; Sixth Edition." 2016. [En ligne]. Disponible : www.mhhe.com

[144] Hexcel, "HexTow AS4 Carbon Fiber Data Sheet," Rapport technique, 2018. [En ligne]. Disponible : http://www.hexcel.com/contact

[145] S. V. Hoa, *Principles of the manufacturing of composite materials.* DEStech Publications, Inc., 2009.

[146] J. Koráb, P. Štefánik, Š. Kavecký, P. Šebo et G. Korb, “Thermal conductivity of unidirectional copper matrix carbon fibre composites,” *Composites - Part A : Applied Science and Manufacturing*, vol. 33, n°. 4, p. 577–581, apr 2002.

[147] R. A. M. Taya, *Metal Matrix Composites : Thermomechanical Behavior*. New York : Permagon Press, 1989.

[148] Y. Çengel et A. Ghajar, *Heat and Mass Transfer : Fundamentals & Applications*. McGraw-Hill, 2011.

[149] S. W. Churchill et M. Bernstein, “A correlating equation for forced convection from gases and liquids to a circular cylinder in crossflow,” *Journal of Heat Transfer*, vol. 99, n°. 2, p. 300–306, may 1977.

[150] F. P. Incropera, D. P. DeWitt, T. L. Bergman et A. S. Lavine, *Fundamentals of Heat and Mass Transfer*, 2007.

ANNEXE A PROPRIÉTÉS HOMOGÉNISÉES POUR COMPOSITE UNIDIRECTIONNEL CARBONE/PEI

Capacité thermique massique

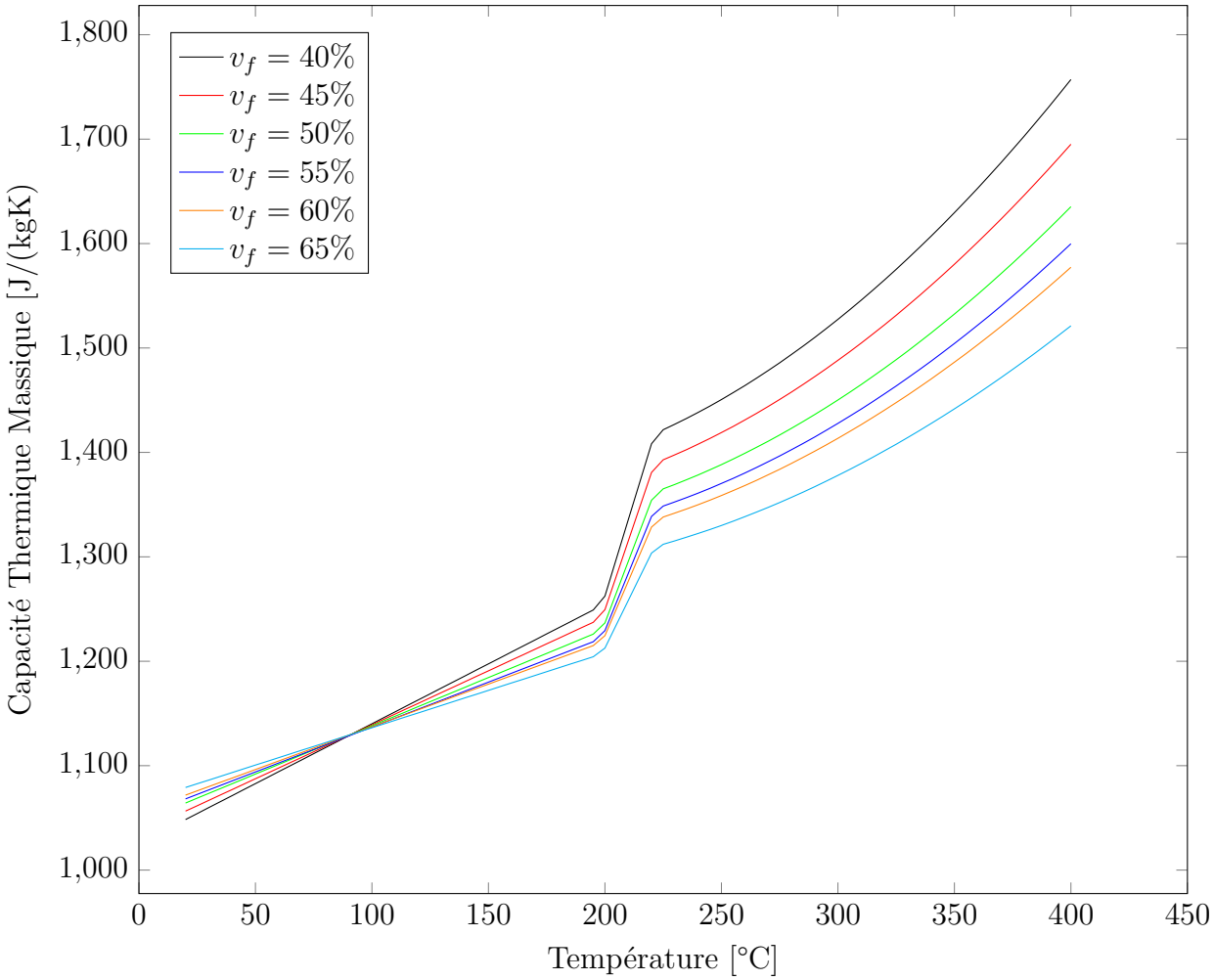


Figure A.1 Capacité Thermique Massique du composite

Conductivité thermique

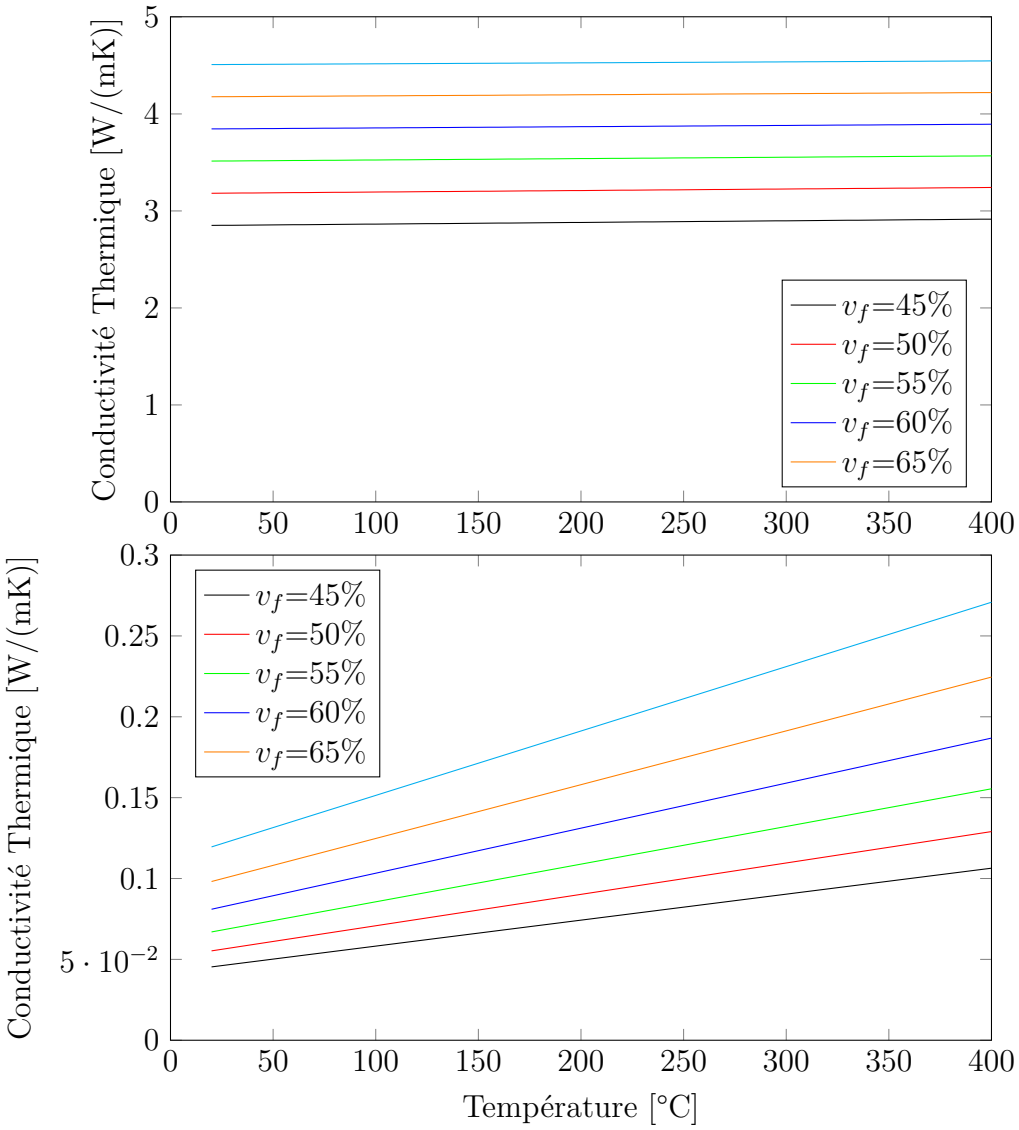


Figure A.2 Conductivité Thermique du composite parallèle à la direction des fibres (haut) et transverse à la direction des fibres (bas) en fonction du v_f

ANNEXE B ANALYSE DE CONSTITUENT DU COMPOSITE PAR IMAGE

Les méthodes d'analyses présentées ci-bas ont été réalisé sous le logiciel *ImageJ*.

Préparation d'échantillon pour micrographie

La préparation d'échantillon de micrographie est presque aussi importante que la méthode d'analyse la suivant. Les dommages tels que égratignures ou fibres brisées sont presque impossible à corriger par la suite. Il faut aussi prendre soin d'éliminer les résidus de polissage (solutions diamantée, eau, etc) pouvant contaminé l'image. La procédure de polissage suivante, combinée à une polisseuse automatique (Tegramine 25, Struers) a été utilisée

— Papier SiC, 320 (jusqu'à l'obtenion d'une seule facette)
— Papier Sic, 600, 60 s, 3x
— Papier Sic, 1200, 60 s, 3x
— Solution diamantée 3 micron, 300 s
— Solution diamantée 1 micron, 300 s

Par la suite, les échantillon sont rincés et sécher avant d'être observé au microscope. Une magnification d'au moins x200 est recommandée avec les algorithmes d'analyse suivants.

Mesure du taux de fibre et porosité

Les fibres de carbone apparaissent en blanc dans les images de microscope tandis que les porosités apparaissent en noir. Le polymère apparait sous une teinte de gris. Ceci rend la segmentation des constituents fibre, polymère et porosité relativement facile en utilisant une méthode de ségmentation par seuillage. La figure B.1 illustre le processus de segmentation des fibres dans une image. La procédure générale de segmentation comprend principalement 3 étapes :

1. Convertir en ton de gris (8-bit)
2. Ajuster seuil pour obtenir la fraction souhaitée (fibre ou matrice)
3. Mesurer la fraction de l'image

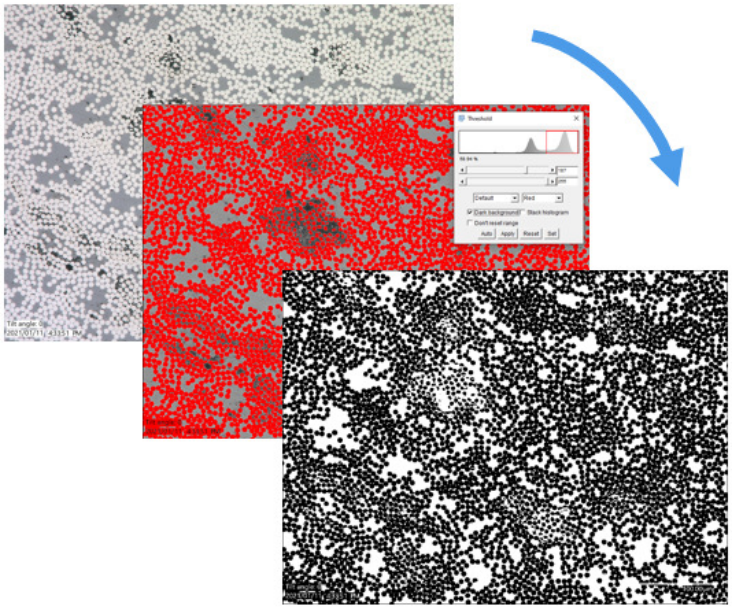


Figure B.1 Illustration du processus de segmentation par seuil

Mesure du degré d'imprégnation

La mesure du taux d'imprégnation se base sur l'assignation des fibres détectées aux zones sèches (poreuses) ou imgrégnées (présence de polymère). Ainsi, la méthode de calcul se base tout d'abord sur l'identification des zones poreuses.

1. Extraction des zones poreuses (par ségmentation seuillage)
2. Application d'un filtre gaussien (25px)
3. Ajuster seuil (méthode Huang)
4. Éroder (25px)
5. *Watershed* (séparation des fibres)
6. Multiplier le masques des fibres par le masque des zones poreuses
7. Analyse des particules pour obtenir la quantité de fibres présentes dans les zones poreuse

Mesure de la taille des agglomérats de fibres

La détection de la taille des agglomérats utilise une méthode similaire à celle utilisée pour la mesure du degré d'imprégnation.

1. Extractions des fibres
2. Application d'un filtre gaussien (25px)
3. Ajuster seuil (méthode Huang)
4. Éroder (25px)
5. *Watershed*
6. Analyse des particules pour obtenir la distribution des agglomérations

ANNEXE C ANALYSE DE CONVERGENCE MODÈLE DE FILIÈRE DE REFROIDISSEMENT

Analyse de convergeance sur le modèle de filière de refroidissement de barre plate

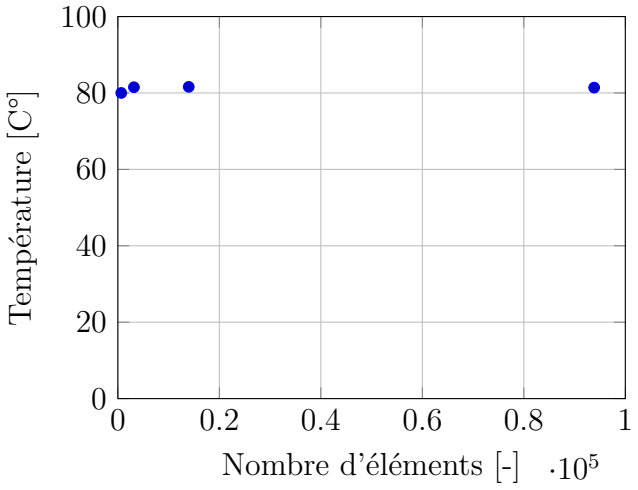
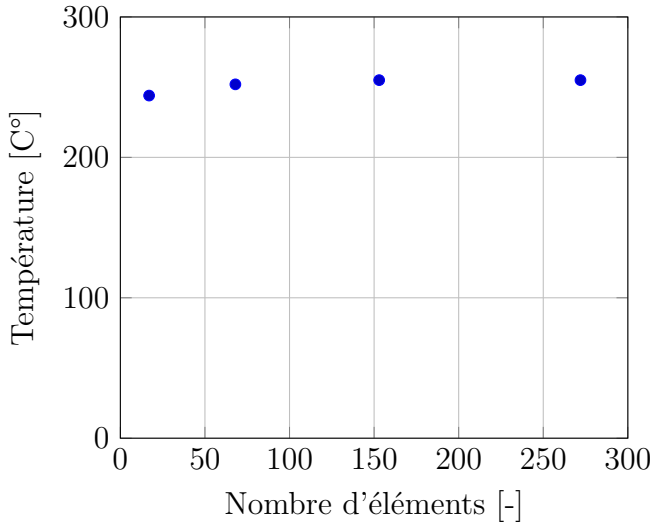
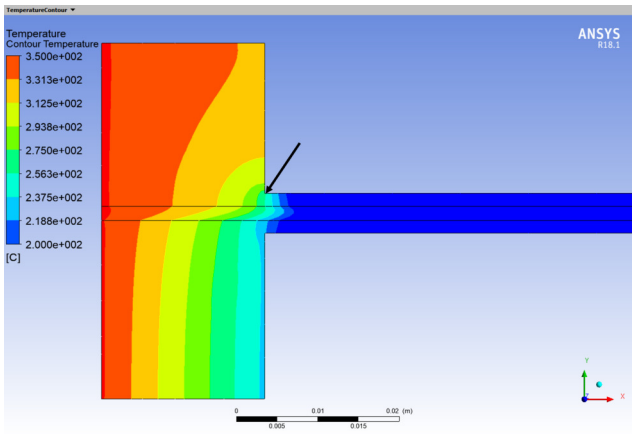


Figure C.1 Analyse de converge effectuée sur la température au centre du pultrudat à la sortie de la filière

Analyse de convergeance sur le modèle de filière de refroidissement de tube



(a)



(b)

Figure C.2 (a) Résultats de l'analyse de converge effectuée sur la température à la surface externe du pultrudat à la jonction illustrée à figure (b)

ANNEXE D LIGNE DE PULTRUSION AU LABSFCA! (LABSFCA!)

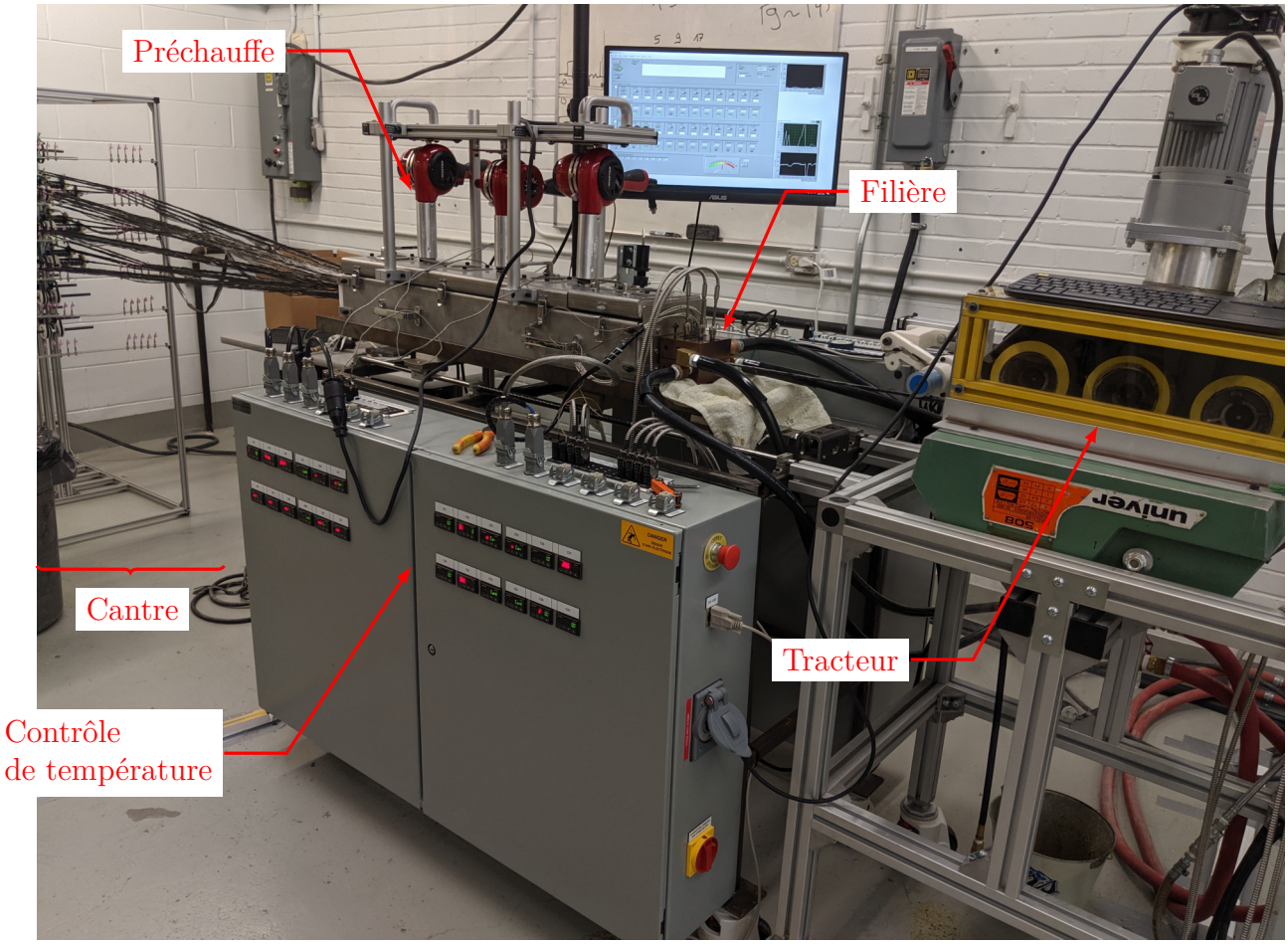
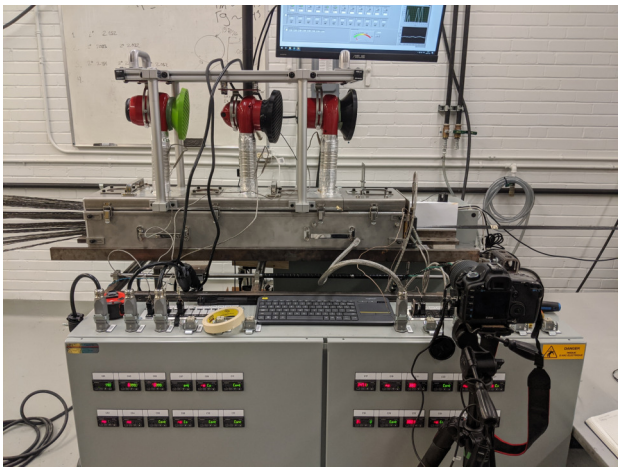
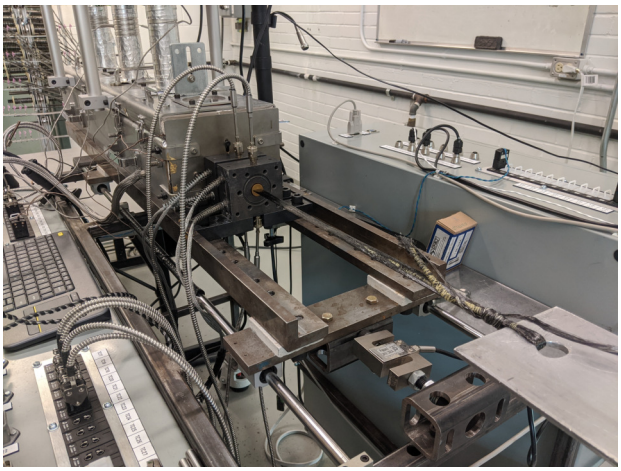


Figure D.1 Vue d'ensemble de l'équipement de pultrusion thermoplastique installé au laboratoire

Figure D.2 Vue rapprochée du système multi-filière utilisé en laboratoire

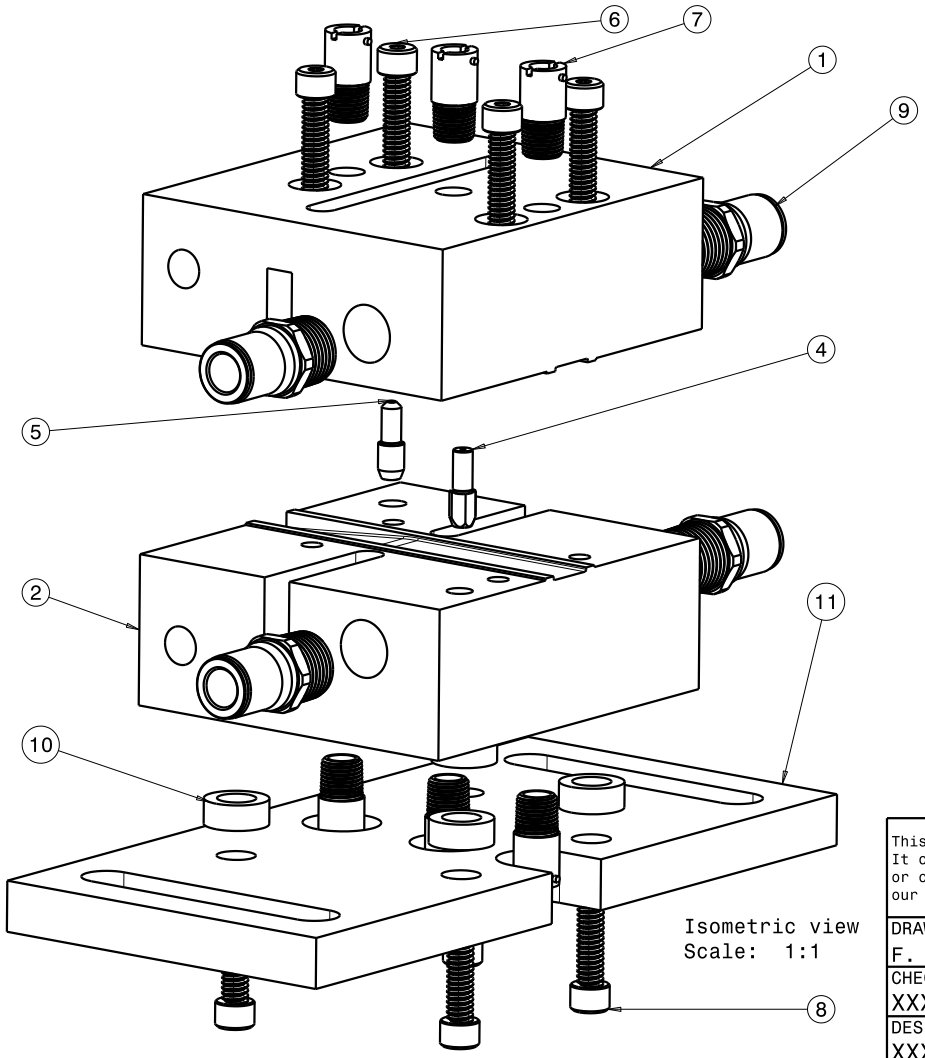


(a)



(b)

Figure D.3 Vue (D.3a) d'ensemble et (D.3b) de la configuration de la ligne de pultrusion de laboratoire pour les expériences de caractérisation à filière simple



Isometric view
Scale: 1:1

NO	DESCRIPTION	DRAWING NO	MATERIAL
1	UPPER COOLING DIE	001-001	P20 STEEL
2	LOWER COOLING DIE	001-002	P20 STEEL
3	SPACER	-	-
4	DIAMOND LOCATING PIN	-	-
5	ROUND LOCATIING PIN	-	-
6	1/4"-20 SCREW	-	-
7	THERMOCOUPLE ADAPTER	-	-
8	1/4-20 SCREW	-	-
9	TUBE ADAPTER	-	-
10	SPACER	-	304 SS
11	BASE PLATE	001-003	1018 STEEL

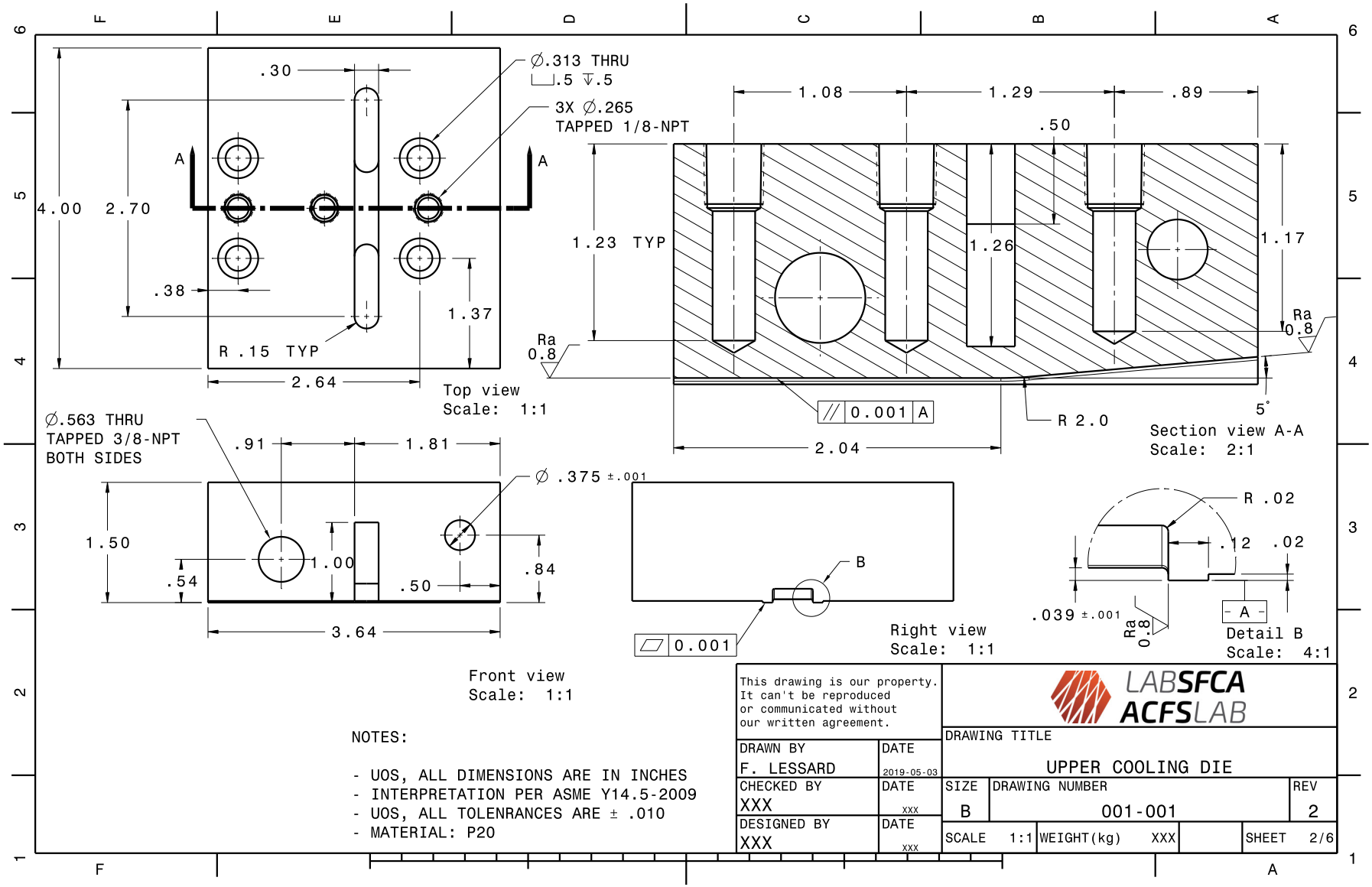
NOTES:

- UOS, ALL DIMENSIONS ARE IN INCHES
- INTERPRETATION PER ASME Y14.5-2009
- UOS, ALL TOLENRANCES ARE ± .010
- MATERIAL: P20 STEEL

This drawing is our property.
It can't be reproduced
or communicated without
our written agreement.

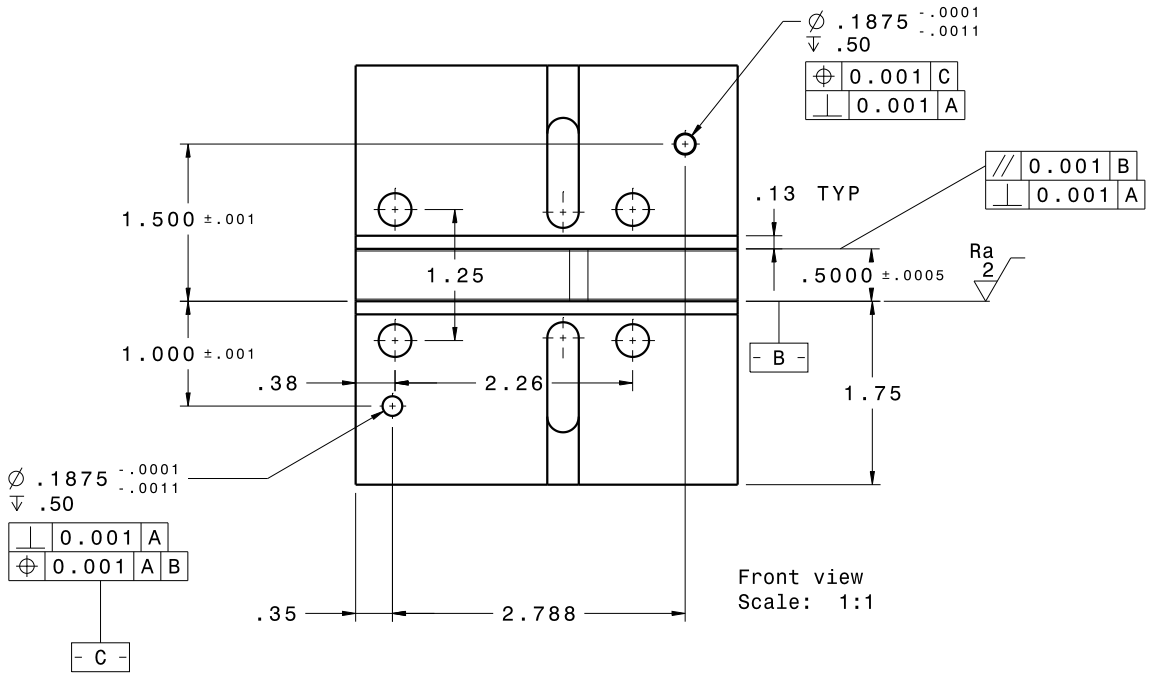
LABSFCA
ACFSLAB

DRAWN BY F. LESSARD	DATE 2019-05-03	DRAWING TITLE COOLING DIE ASSEMBLY (5° TAPER)			
CHECKED BY XXX	DATE XXX	SIZE B	DRAWING NUMBER 001		REV 2
DESIGNED BY XXX	DATE XXX	SCALE 1:1	WEIGHT(kg) XXX		SHEET 1/6



NOTES:

- UOS, ALL DIMENSIONS ARE IN INCHES
- INTERPRETATION PER ASME Y14.5-2009
- UOS, ALL TOLENRANCES ARE ± .010
- MATERIAL: P20



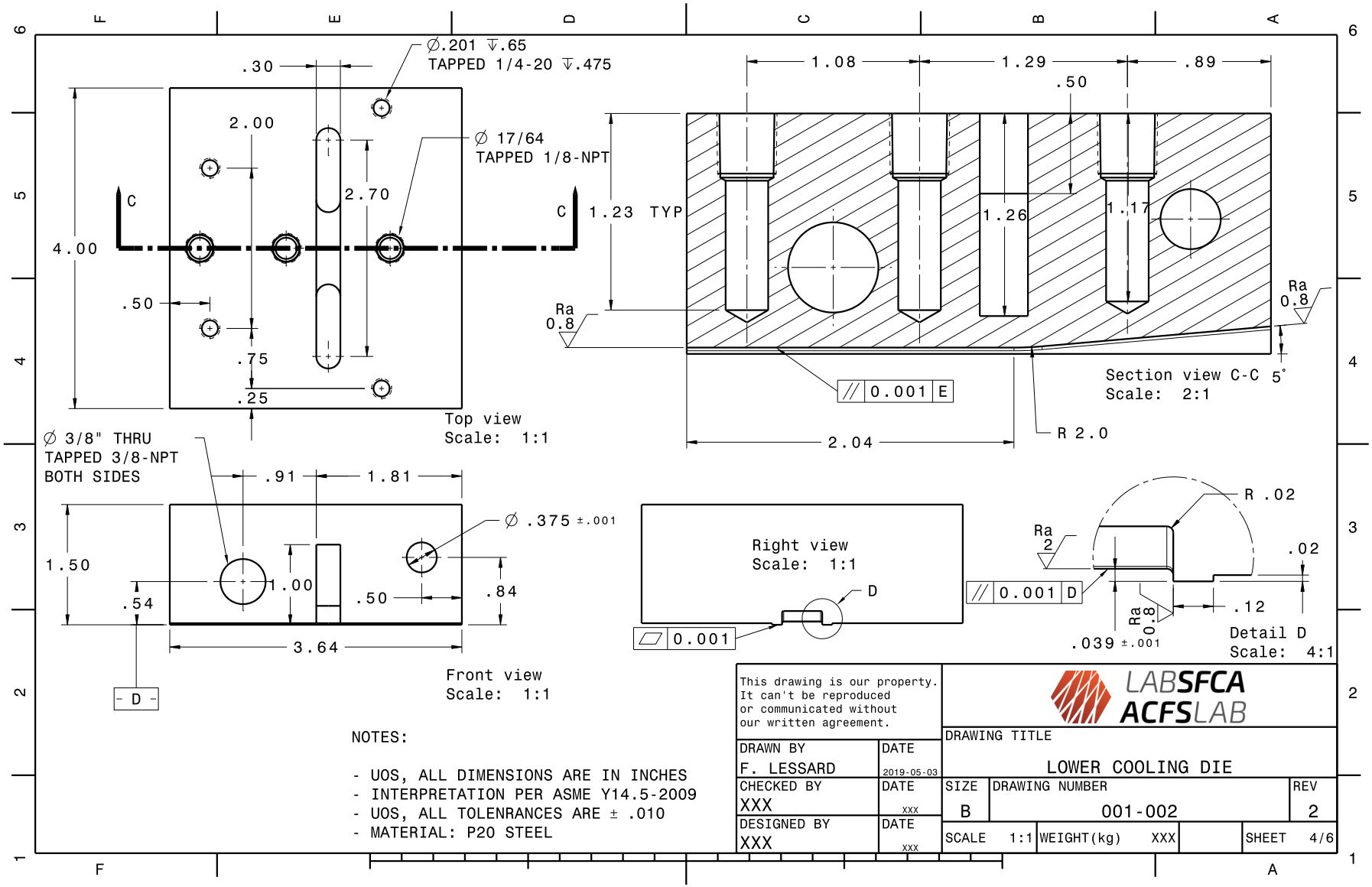
NOTES:

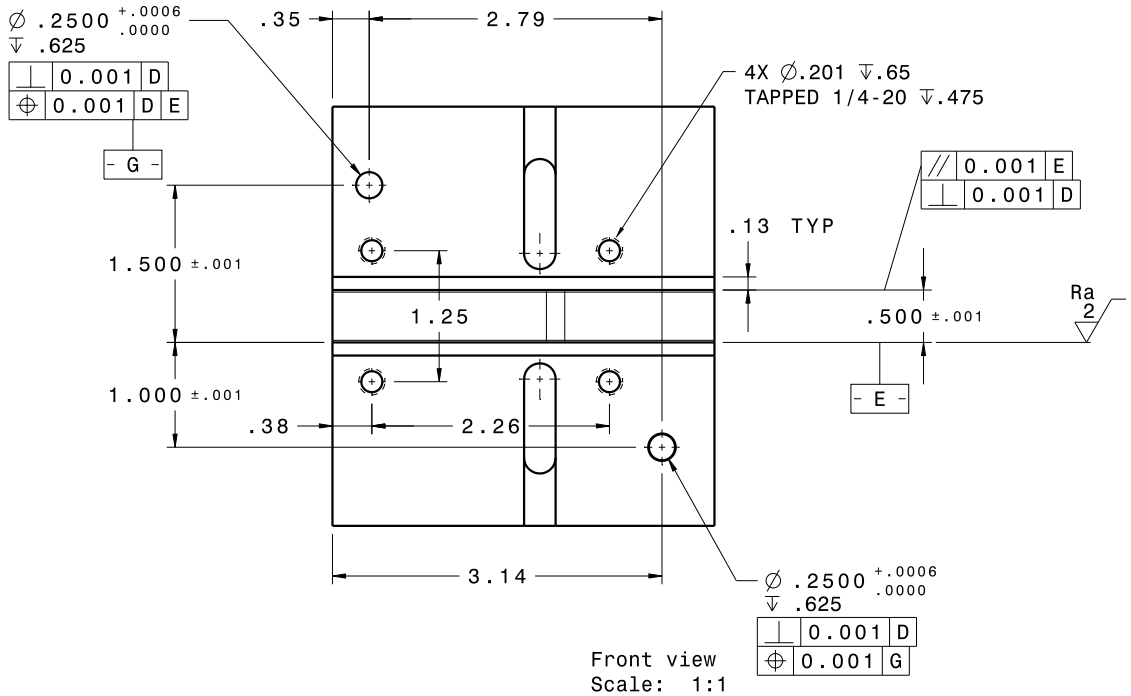
- UOS, ALL DIMENSIONS ARE IN INCHES
- INTERPRETATION PER ASME Y14.5-2009
- UOS, ALL TOLENRANCES ARE ± .010
- MATERIAL: P20 STEEL

This drawing is our property. It can't be reproduced or communicated without our written agreement.

LABSFCA ACFSLAB

DRAWN BY F. LESSARD	DATE 2019-05-03	DRAWING TITLE UPPER COOLING DIE	
CHECKED BY XXX	DATE XXX	SIZE B	DRAWING NUMBER 001-001	REV 2
DESIGNED BY XXX	DATE XXX	SCALE 1:1	WEIGHT(kg) XXX	SHEET 3/6


∅.201 ↧.65
TAPPED 1/4-20 ↧.475
.30
2.00
∅ 17/64
TAPPED 1/8-NPT
2.70
C
C
4.00
.50
.75
.25
Top view
Scale: 1:1
1.08
1.29
.89
.50
1.23 TYP
1.26
1.17
Ra
0.8
Ra
0.8
// 0.001 E
Section view C-C
Scale: 2:1
5°
2.04
R 2.0
∅ 3/8" THRU
TAPPED 3/8-NPT
BOTH SIDES
.91
1.81
∅ .375 ±.001
1.50
1.00
.50
.84
.54
3.64
- D -
Front view
Scale: 1:1
Right view
Scale: 1:1
D
0.001
R .02
Ra
2
.02
// 0.001 D
Ra
0.8
.12
.039 ±.001
Detail D
Scale: 4:1
NOTES:
- UOS, ALL DIMENSIONS ARE IN INCHES
- INTERPRETATION PER ASME Y14.5-2009
- UOS, ALL TOLENRANCES ARE ± .010
- MATERIAL: P20 STEEL
This drawing is our property.
It can't be reproduced
or communicated without
our written agreement.
LABSFCA
ACFSLAB
DRAWN BY
F. LESSARD
DATE
2019-05-03
DRAWING TITLE
LOWER COOLING DIE
CHECKED BY
XXX
DATE
XXX
SIZE
B
DRAWING NUMBER
001-002
REV
2
DESIGNED BY
XXX
DATE
XXX
SCALE 1:1
WEIGHT(kg) XXX
SHEET 4/6



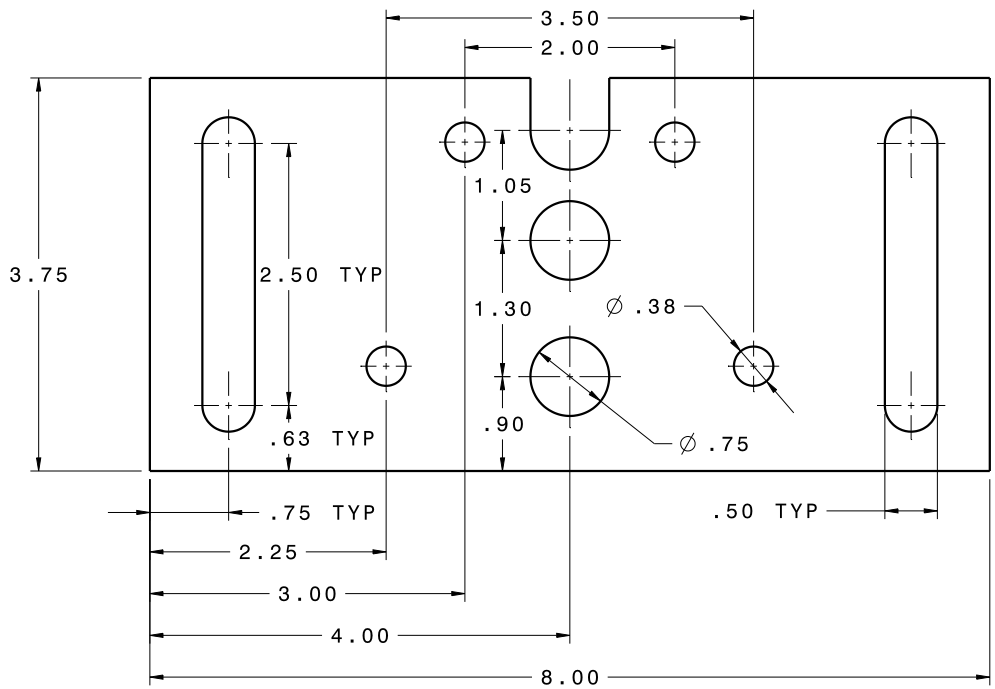
NOTES:

- UOS, ALL DIMENSIONS ARE IN INCHES
- INTERPRETATION PER ASME Y14.5-2009
- UOS, ALL TOLENRANCES ARE ± .010
- MATERIAL: P20 STEEL

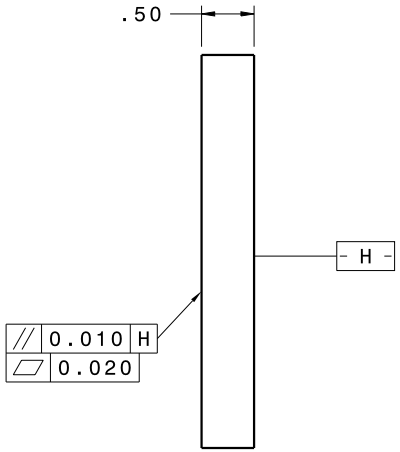
This drawing is our property. It can't be reproduced or communicated without our written agreement.

LABSFCA ACFSLAB

DRAWN BY: F. LESSARD	DATE: 2019-05-03	DRAWING TITLE: LOWER COOLING DIE	
CHECKED BY: XXX	DATE: XXX	SIZE: B	DRAWING NUMBER: 001-002 / REV: 2
DESIGNED BY: XXX	DATE: XXX	SCALE: 1:1 / WEIGHT(kg): XXX	SHEET: 5/6



Front view
Scale: 1:1



Right view
Scale: 1:1

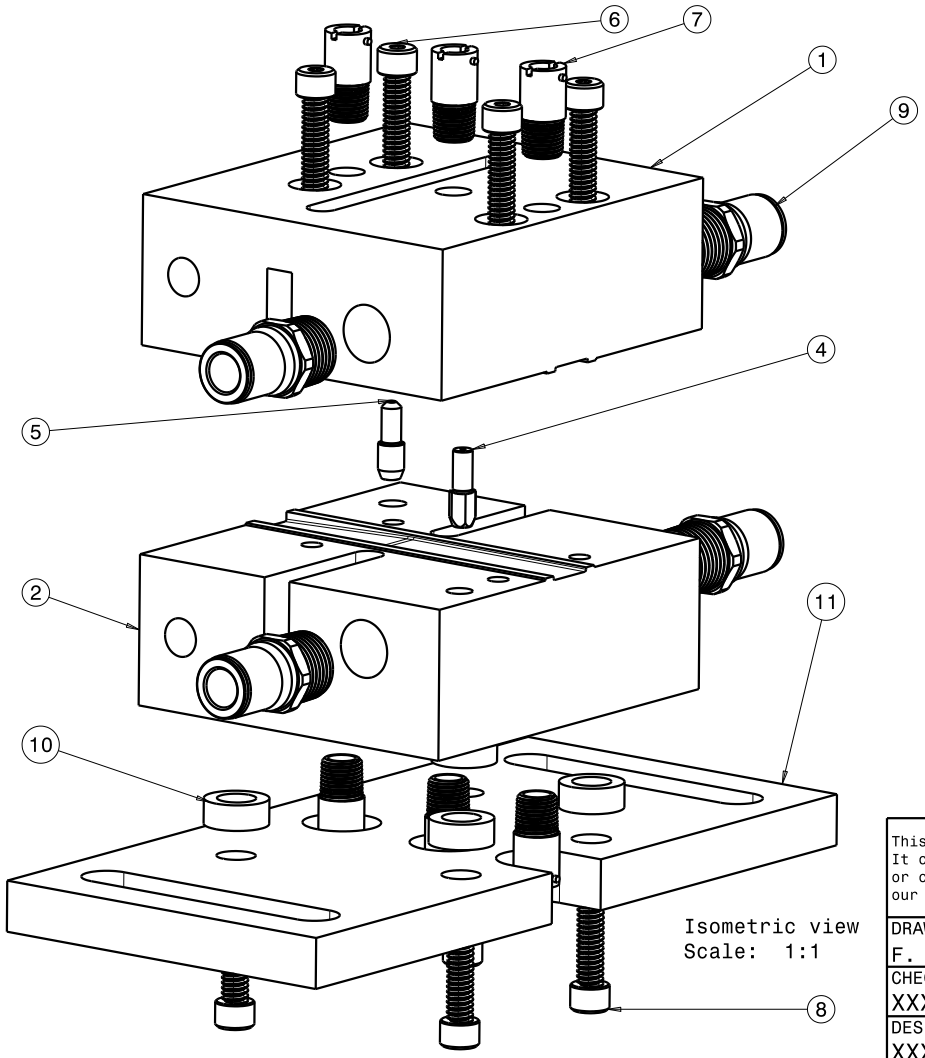
NOTES:

- UOS, ALL DIMENSIONS ARE IN INCHES
- INTERPRETATION PER ASME Y14.5-2009
- UOS, ALL TOLENRANCES ARE ± .010
- MATERIAL: 1018 STEEL

This drawing is our property.
It can't be reproduced
or communicated without
our written agreement.

LABSFCA
ACFSLAB

DRAWN BY F. LESSARD	DATE 2019-06-20	DRAWING TITLE COOLING DIE BASE PLATE	
CHECKED BY XXX	DATE XXX	SIZE B	DRAWING NUMBER 001-003	REV 2
DESIGNED BY XXX	DATE XXX	SCALE 1:1	WEIGHT(kg) XXX	SHEET 6/6



Isometric view
Scale: 1:1

NO	DESCRIPTION	DRAWING NO	MATERIAL
1	UPPER COOLING DIE	001-001	P20 STEEL
2	LOWER COOLING DIE	001-002	P20 STEEL
3	SPACER	-	-
4	DIAMOND LOCATING PIN	-	-
5	ROUND LOCATIING PIN	-	-
6	1/4"-20 SCREW	-	-
7	THERMOCOUPLE ADAPTER	-	-
8	1/4-20 SCREW	-	-
9	TUBE ADAPTER	-	-
10	SPACER	-	304 SS
11	BASE PLATE	001-003	1018 STEEL

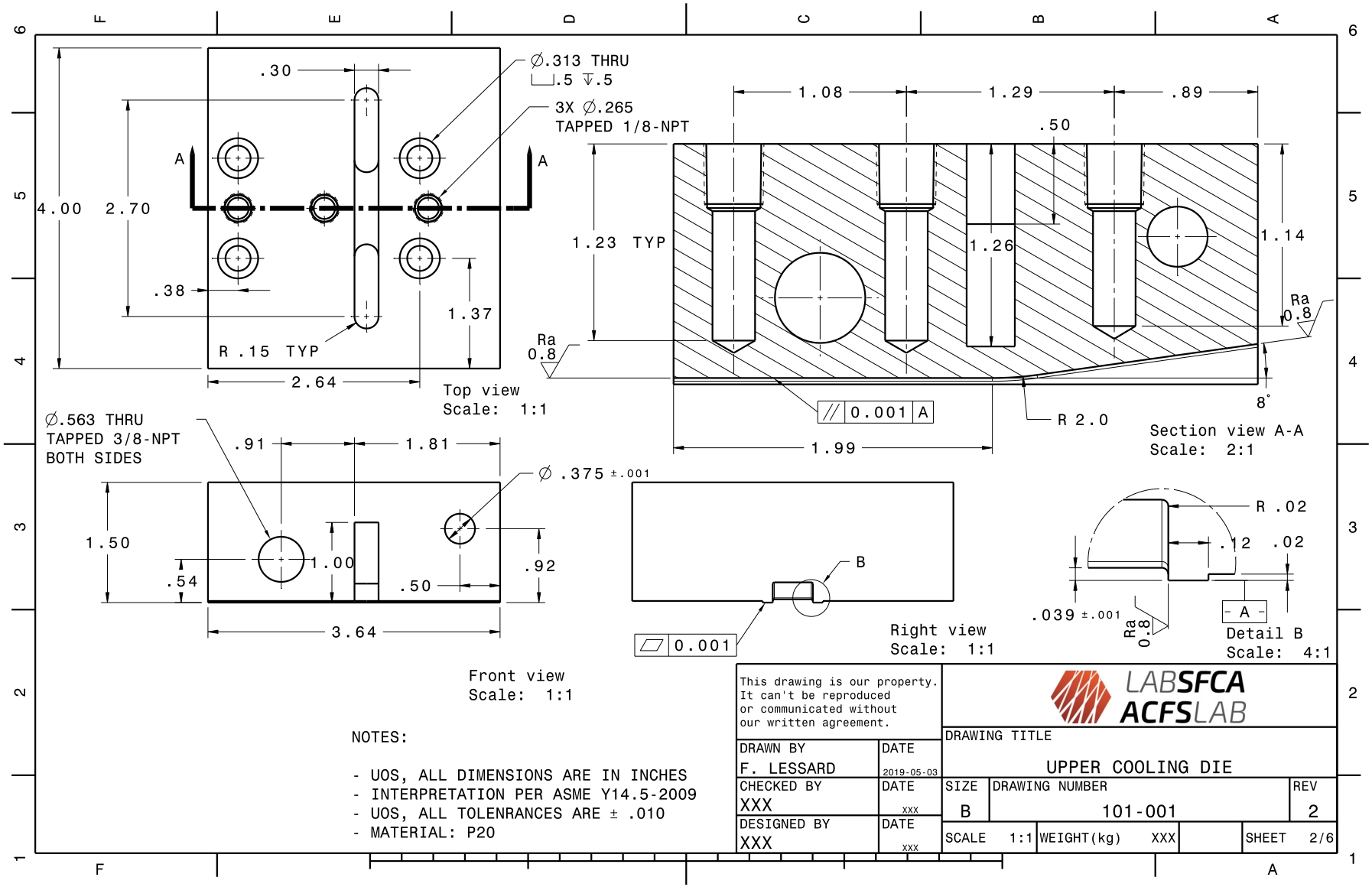
NOTES:

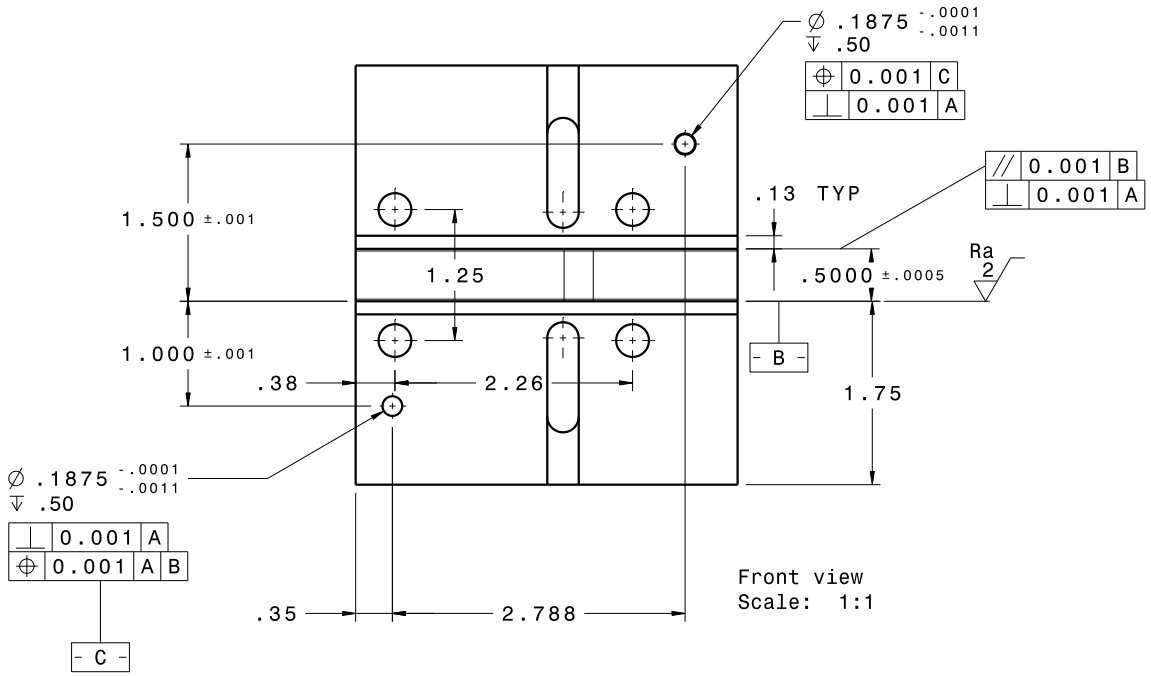
- UOS, ALL DIMENSIONS ARE IN INCHES
- INTERPRETATION PER ASME Y14.5-2009
- UOS, ALL TOLENRANCES ARE ± .010
- MATERIAL: P20 STEEL

This drawing is our property.
It can't be reproduced
or communicated without
our written agreement.

LABSFCA
ACFSLAB

DRAWN BY F. LESSARD	DATE 2019-05-03	DRAWING TITLE COOLING DIE ASSEMBLY			
CHECKED BY XXX	DATE XXX	SIZE B	DRAWING NUMBER 201		REV 2
DESIGNED BY XXX	DATE XXX	SCALE 1:1	WEIGHT(kg) XXX		SHEET 1/6


Top view
Scale: 1:1
Section view A-A
Scale: 2:1
Front view
Scale: 1:1
Right view
Scale: 1:1
Detail B
Scale: 4:1
∅.313 THRU
.5 ↧.5
3X ∅.265
TAPPED 1/8-NPT
∅.563 THRU
TAPPED 3/8-NPT
BOTH SIDES
∅ .375 ±.001
R .15 TYP
R 2.0
R .02
Ra 0.8
0.001 A
0.001
4.00
2.70
.30
.38
1.37
2.64
1.08
1.29
.89
.50
1.23 TYP
1.26
1.14
1.99
8°
.91
1.81
1.50
.54
1.00
.50
.92
3.64
.12
.02
.039 ±.001
NOTES:
- UOS, ALL DIMENSIONS ARE IN INCHES
- INTERPRETATION PER ASME Y14.5-2009
- UOS, ALL TOLENRANCES ARE ± .010
- MATERIAL: P20
This drawing is our property. It can't be reproduced or communicated without our written agreement.
DRAWN BY F. LESSARD
DATE 2019-05-03
CHECKED BY XXX
DATE XXX
DESIGNED BY XXX
DATE XXX
LABSFCA
ACFSLAB
DRAWING TITLE
UPPER COOLING DIE
SIZE B
DRAWING NUMBER 101-001
REV 2
SCALE 1:1
WEIGHT(kg) XXX
SHEET 2/6



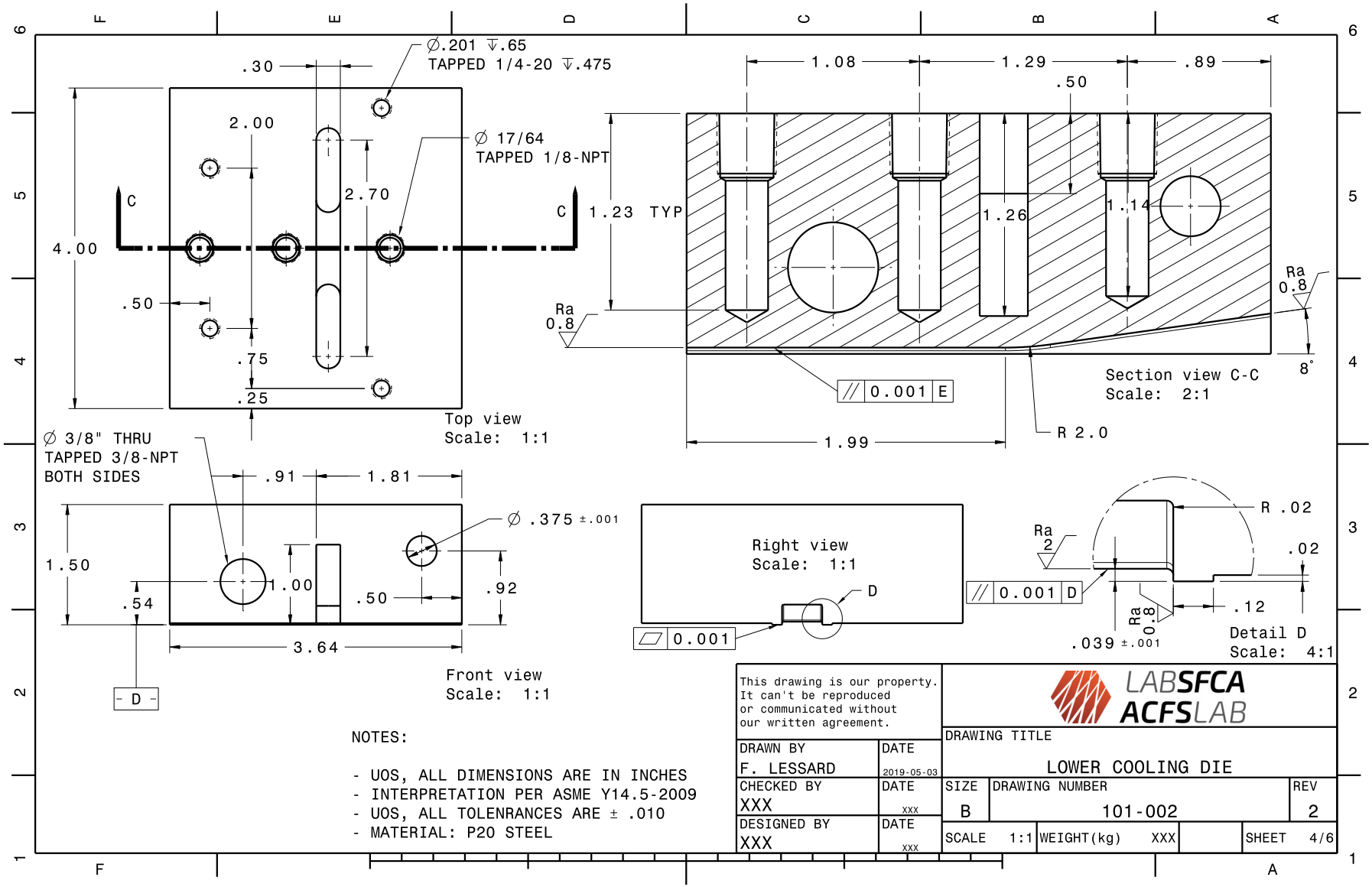
NOTES:

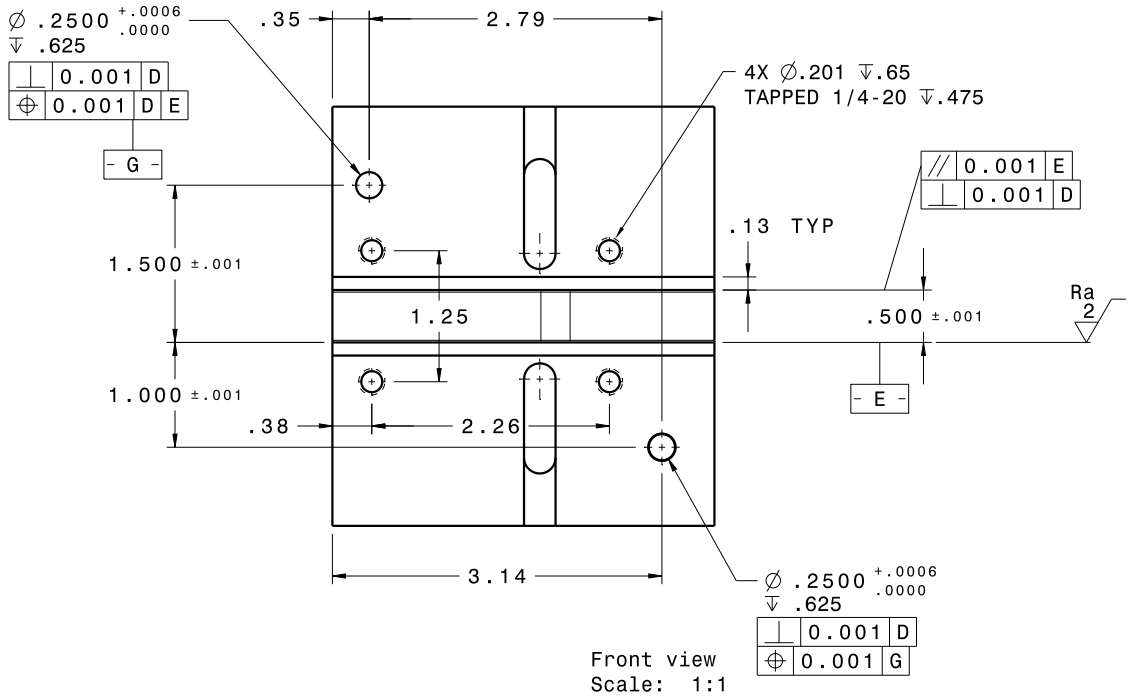
- UOS, ALL DIMENSIONS ARE IN INCHES
- INTERPRETATION PER ASME Y14.5-2009
- UOS, ALL TOLENRANCES ARE ± .010
- MATERIAL: P20 STEEL

This drawing is our property. It can't be reproduced or communicated without our written agreement.

LABSFCA ACFSLAB

DRAWN BY F. LESSARD	DATE 2019-05-03	DRAWING TITLE UPPER COOLING DIE	
CHECKED BY XXX	DATE XXX	SIZE B	DRAWING NUMBER 101-001	REV 2
DESIGNED BY XXX	DATE XXX	SCALE 1:1	WEIGHT(kg) XXX	SHEET 3/6


∅.201 ↧.65
TAPPED 1/4-20 ↧.475
.30
2.00
∅ 17/64
TAPPED 1/8-NPT
2.70
C
C
4.00
.50
.75
.25
Top view
Scale: 1:1
1.08
1.29
.89
.50
1.23 TYP
1.26
1.14
Ra
0.8
Ra
0.8
8°
// 0.001 E
Section view C-C
Scale: 2:1
1.99
R 2.0
∅ 3/8" THRU
TAPPED 3/8-NPT
BOTH SIDES
.91
1.81
∅ .375 ±.001
1.50
1.00
.50
.92
.54
3.64
- D -
Front view
Scale: 1:1
Right view
Scale: 1:1
D
0.001
Ra
2
// 0.001 D
R .02
.02
.12
Ra
0.8
.039 ±.001
Detail D
Scale: 4:1
NOTES:
- UOS, ALL DIMENSIONS ARE IN INCHES
- INTERPRETATION PER ASME Y14.5-2009
- UOS, ALL TOLENRANCES ARE ± .010
- MATERIAL: P20 STEEL
This drawing is our property.
It can't be reproduced
or communicated without
our written agreement.
LABSFCA
ACFSLAB
DRAWN BY
F. LESSARD
DATE
2019-05-03
CHECKED BY
XXX
DATE
XXX
DESIGNED BY
XXX
DATE
XXX
DRAWING TITLE
LOWER COOLING DIE
SIZE
B
DRAWING NUMBER
101-002
REV
2
SCALE 1:1
WEIGHT(kg) XXX
SHEET 4/6



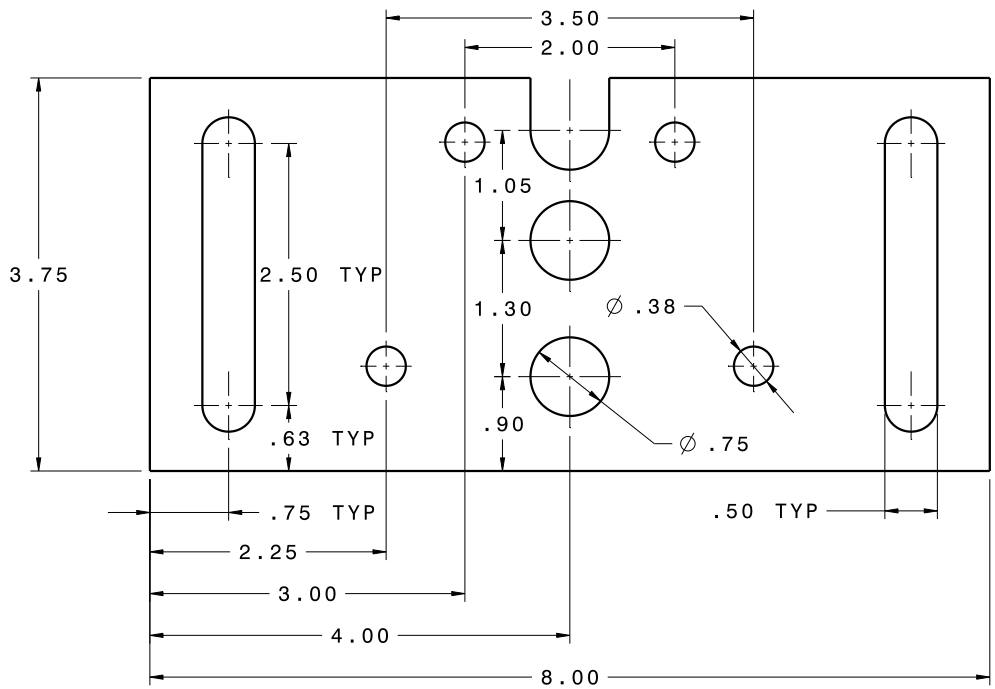
NOTES:

- UOS, ALL DIMENSIONS ARE IN INCHES
- INTERPRETATION PER ASME Y14.5-2009
- UOS, ALL TOLENRANCES ARE ± .010
- MATERIAL: P20 STEEL

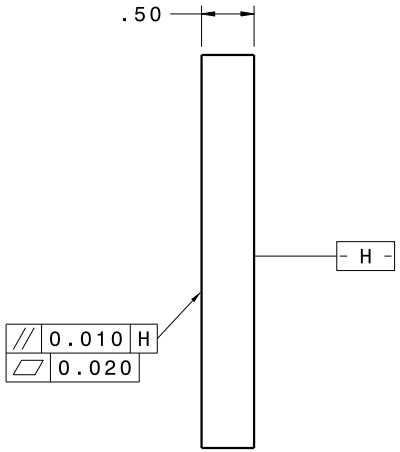
This drawing is our property. It can't be reproduced or communicated without our written agreement.

LABSFCA ACFSLAB

DRAWN BY: F. LESSARD	DATE: 2019-05-03	DRAWING TITLE: LOWER COOLING DIE	
CHECKED BY: XXX	DATE: XXX	SIZE: B	DRAWING NUMBER: 101-002 / REV: 2
DESIGNED BY: XXX	DATE: XXX	SCALE: 1:1 / WEIGHT(kg): XXX	SHEET: 5/6



Front view
Scale: 1:1



Right view
Scale: 1:1

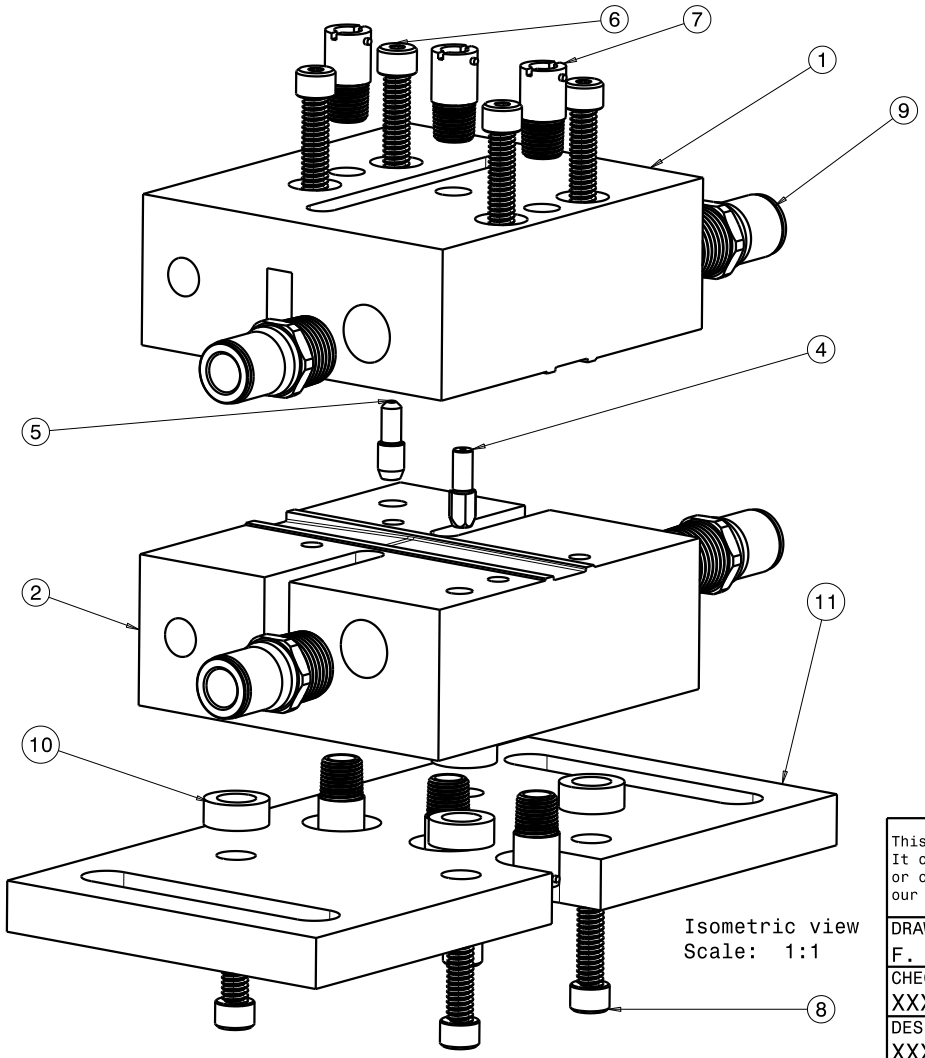
NOTES:

- UOS, ALL DIMENSIONS ARE IN INCHES
- INTERPRETATION PER ASME Y14.5-2009
- UOS, ALL TOLENRANCES ARE ± .010
- MATERIAL: 1018 STEEL

This drawing is our property.
It can't be reproduced
or communicated without
our written agreement.

LABSFCA
ACFSLAB

DRAWN BY F. LESSARD	DATE 2019-06-20	DRAWING TITLE COOLING DIE BASE PLATE	
CHECKED BY XXX	DATE XXX	SIZE B	DRAWING NUMBER 001-003	REV 2
DESIGNED BY XXX	DATE XXX	SCALE 1:1	WEIGHT(kg) XXX	SHEET 6/6



Isometric view
Scale: 1:1

NO	DESCRIPTION	DRAWING NO	MATERIAL
1	UPPER COOLING DIE	001-001	P20 STEEL
2	LOWER COOLING DIE	001-002	P20 STEEL
3	SPACER	-	-
4	DIAMOND LOCATING PIN	-	-
5	ROUND LOCATIING PIN	-	-
6	1/4"-20 SCREW	-	-
7	THERMOCOUPLE ADAPTER	-	-
8	1/4-20 SCREW	-	-
9	TUBE ADAPTER	-	-
10	SPACER	-	304 SS
11	BASE PLATE	001-003	1018 STEEL

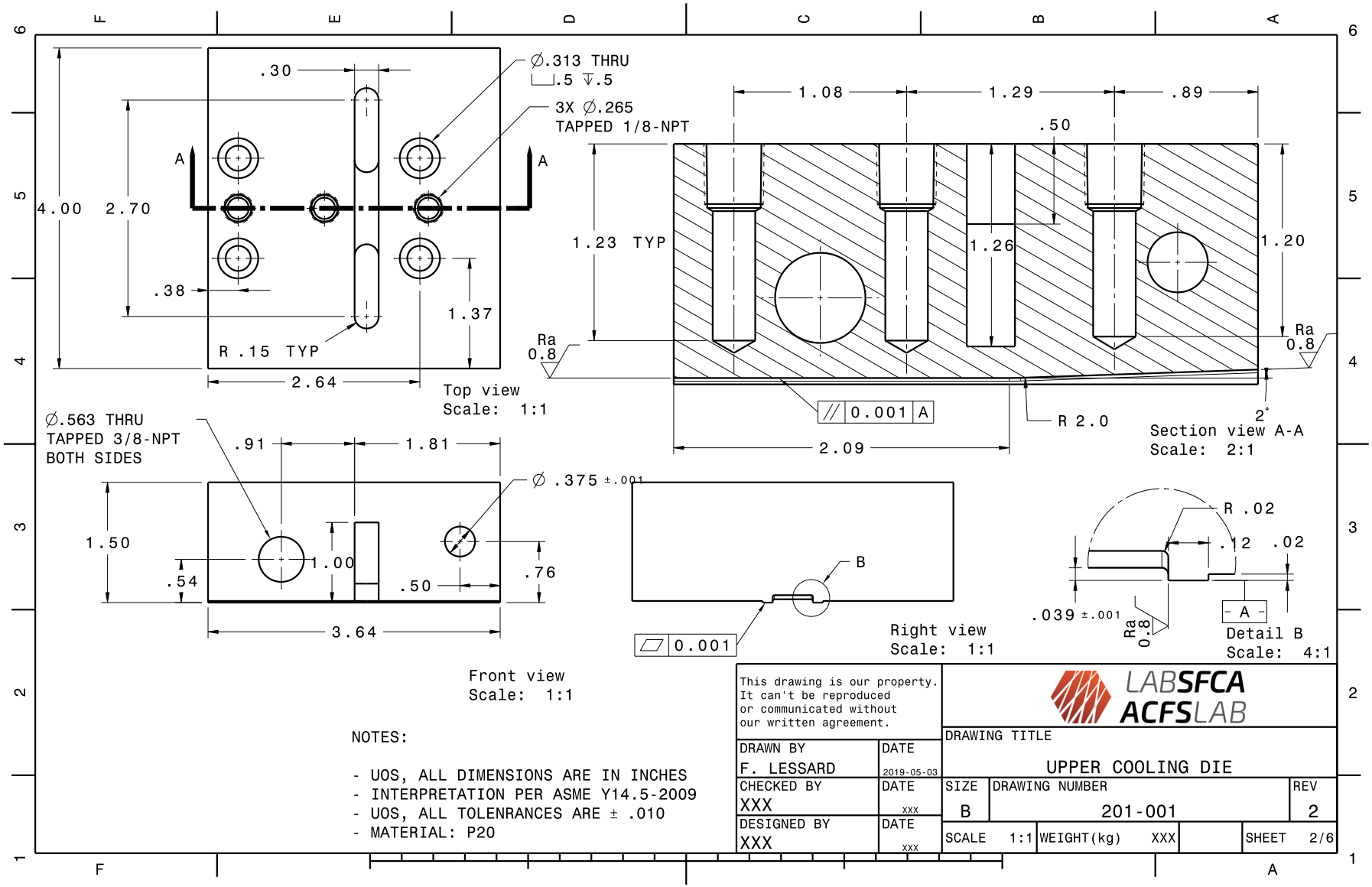
NOTES:

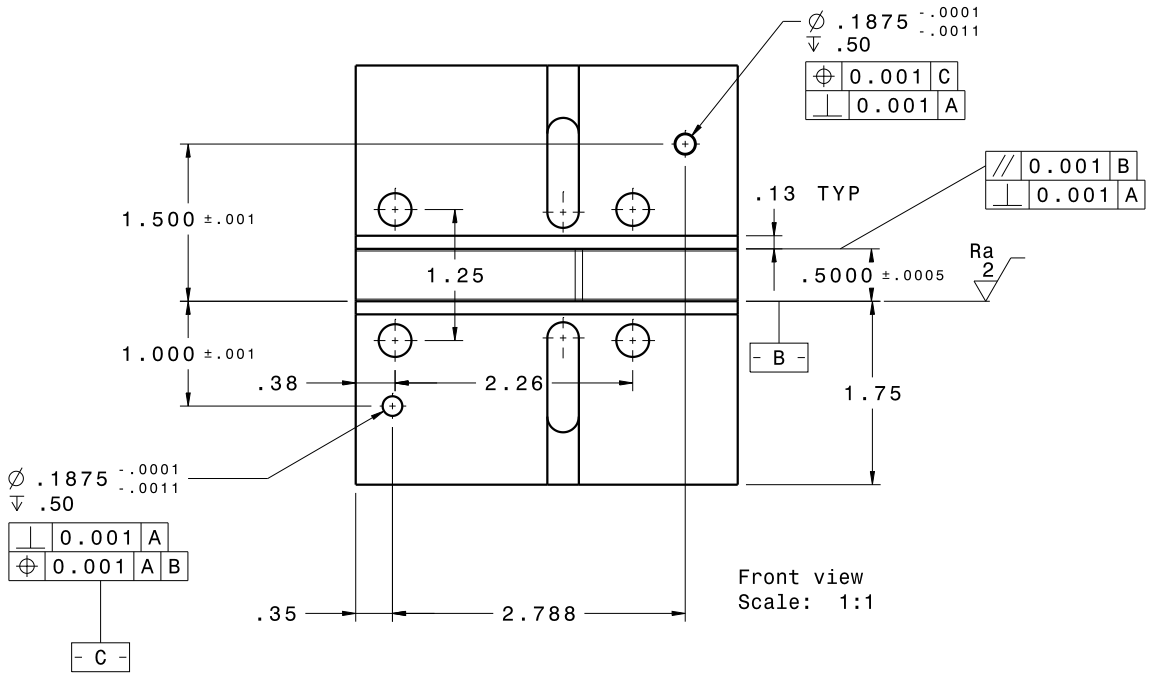
- UOS, ALL DIMENSIONS ARE IN INCHES
- INTERPRETATION PER ASME Y14.5-2009
- UOS, ALL TOLENRANCES ARE ± .010
- MATERIAL: P20 STEEL

This drawing is our property.
It can't be reproduced
or communicated without
our written agreement.

LABSFCA
ACFSLAB

DRAWN BY F. LESSARD	DATE 2019-05-03	DRAWING TITLE COOLING DIE ASSEMBLY			
CHECKED BY XXX	DATE XXX	SIZE B	DRAWING NUMBER 201		REV 2
DESIGNED BY XXX	DATE XXX	SCALE 1:1	WEIGHT(kg) XXX		SHEET 1/6


Top view
Scale: 1:1
Section view A-A
Scale: 2:1
Front view
Scale: 1:1
Right view
Scale: 1:1
Detail B
Scale: 4:1
∅.313 THRU
.5 ↧.5
3X ∅.265
TAPPED 1/8-NPT
∅.563 THRU
TAPPED 3/8-NPT
BOTH SIDES
∅ .375 ±.001
R .15 TYP
R 2.0
R .02
Ra 0.8
0.001 A
0.001
2°
NOTES:
- UOS, ALL DIMENSIONS ARE IN INCHES
- INTERPRETATION PER ASME Y14.5-2009
- UOS, ALL TOLENRANCES ARE ± .010
- MATERIAL: P20
This drawing is our property.
It can't be reproduced
or communicated without
our written agreement.
DRAWN BY F. LESSARD
DATE 2019-05-03
CHECKED BY XXX
DATE XXX
DESIGNED BY XXX
DATE XXX
LABSFCA
ACFSLAB
DRAWING TITLE
UPPER COOLING DIE
SIZE B
DRAWING NUMBER 201-001
REV 2
SCALE 1:1
WEIGHT(kg) XXX
SHEET 2/6

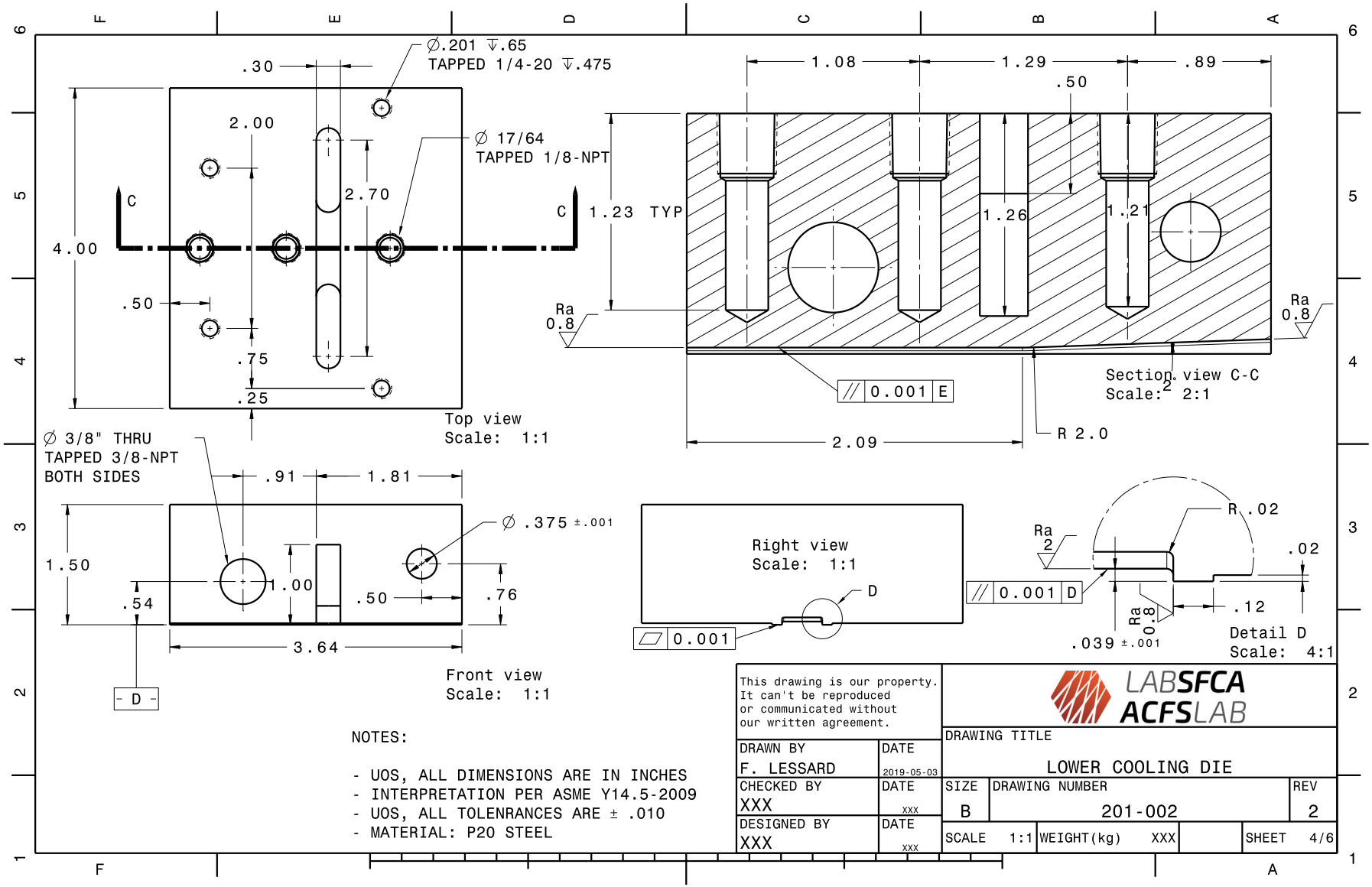


NOTES:

- UOS, ALL DIMENSIONS ARE IN INCHES
- INTERPRETATION PER ASME Y14.5-2009
- UOS, ALL TOLENRANCES ARE ± .010
- MATERIAL: P20 STEEL

This drawing is our property. It can't be reproduced or communicated without our written agreement.

DRAWN BY F. LESSARD	DATE 2019-05-03	LABSFCA ACFSLAB			
CHECKED BY XXX	DATE XXX	DRAWING TITLE UPPER COOLING DIE			
DESIGNED BY XXX	DATE XXX	SIZE B	DRAWING NUMBER 201-001		REV 2
		SCALE 1:1	WEIGHT(kg) XXX		SHEET 3/6



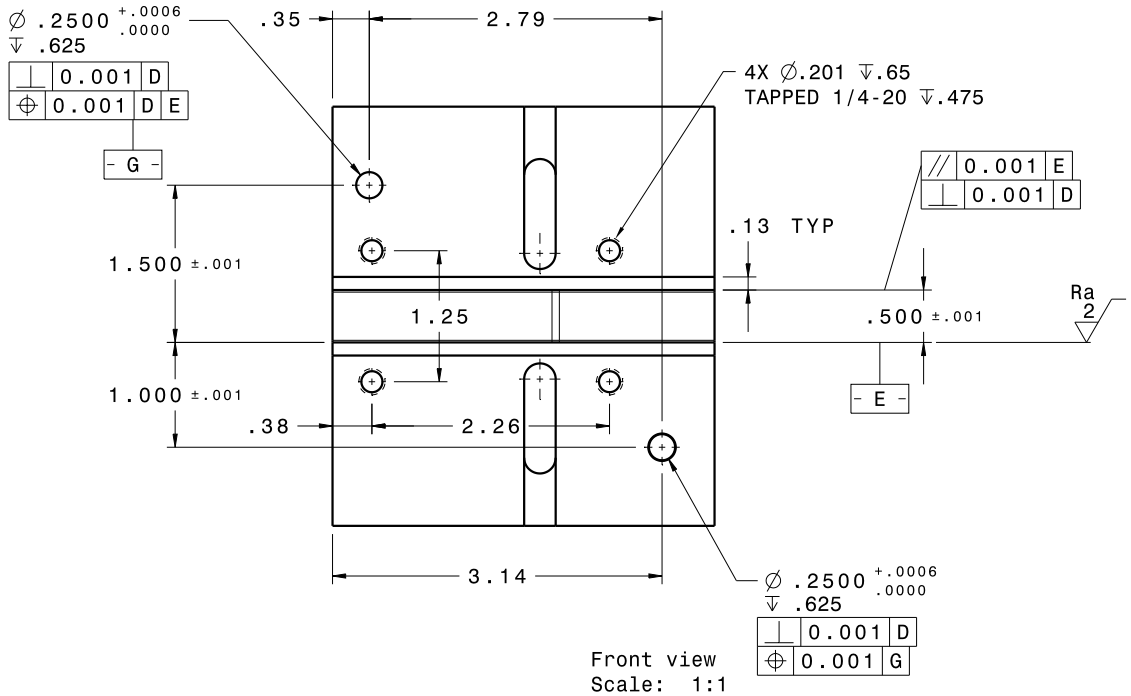
NOTES:

- UOS, ALL DIMENSIONS ARE IN INCHES
- INTERPRETATION PER ASME Y14.5-2009
- UOS, ALL TOLENRANCES ARE ± .010
- MATERIAL: P20 STEEL

This drawing is our property. It can't be reproduced or communicated without our written agreement.

LABSFCA ACFSLAB

DRAWN BY F. LESSARD	DATE 2019-05-03	DRAWING TITLE LOWER COOLING DIE		
CHECKED BY XXX	DATE XXX	SIZE B	DRAWING NUMBER 201-002	REV 2
DESIGNED BY XXX	DATE XXX	SCALE 1:1	WEIGHT(kg) XXX	SHEET 4/6



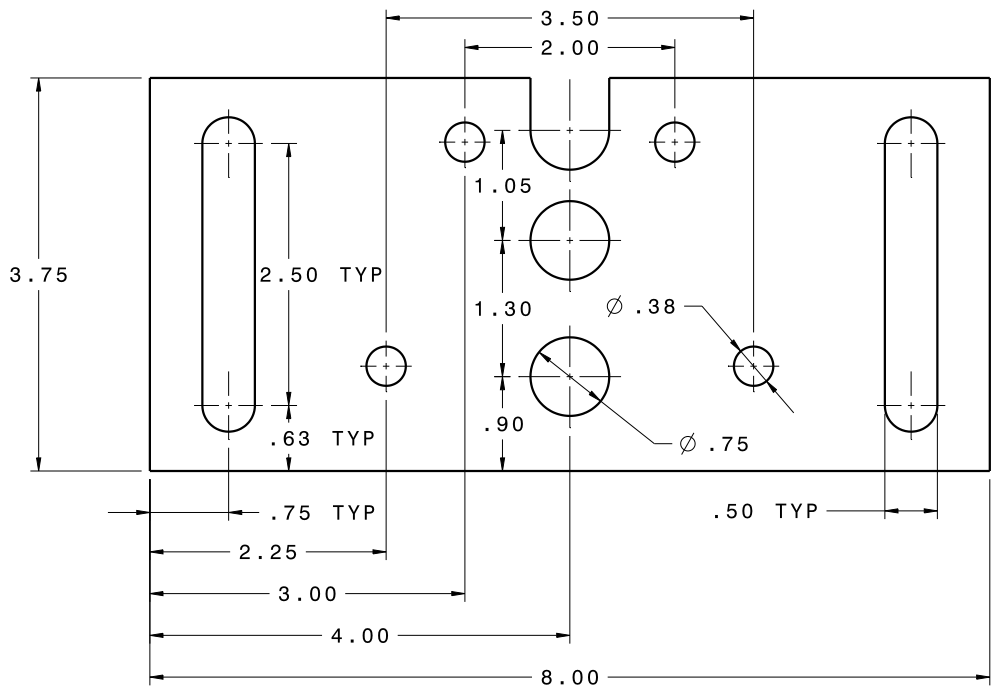
NOTES:

- UOS, ALL DIMENSIONS ARE IN INCHES
- INTERPRETATION PER ASME Y14.5-2009
- UOS, ALL TOLENRANCES ARE ± .010
- MATERIAL: P20 STEEL

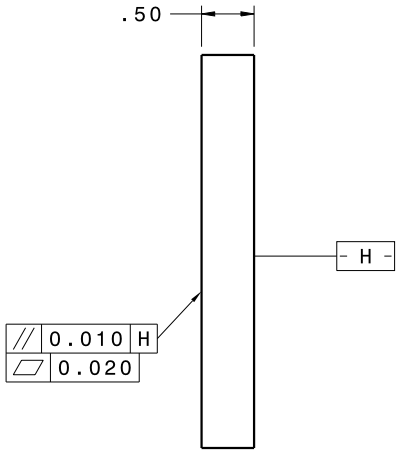
This drawing is our property. It can't be reproduced or communicated without our written agreement.

LABSFCA ACFSLAB

DRAWN BY: F. LESSARD	DATE: 2019-05-03	DRAWING TITLE: LOWER COOLING DIE	
CHECKED BY: XXX	DATE: XXX	SIZE: B	DRAWING NUMBER: 201-002 / REV: 2
DESIGNED BY: XXX	DATE: XXX	SCALE: 1:1 / WEIGHT(kg): XXX	SHEET: 5/6



Front view
Scale: 1:1



Right view
Scale: 1:1

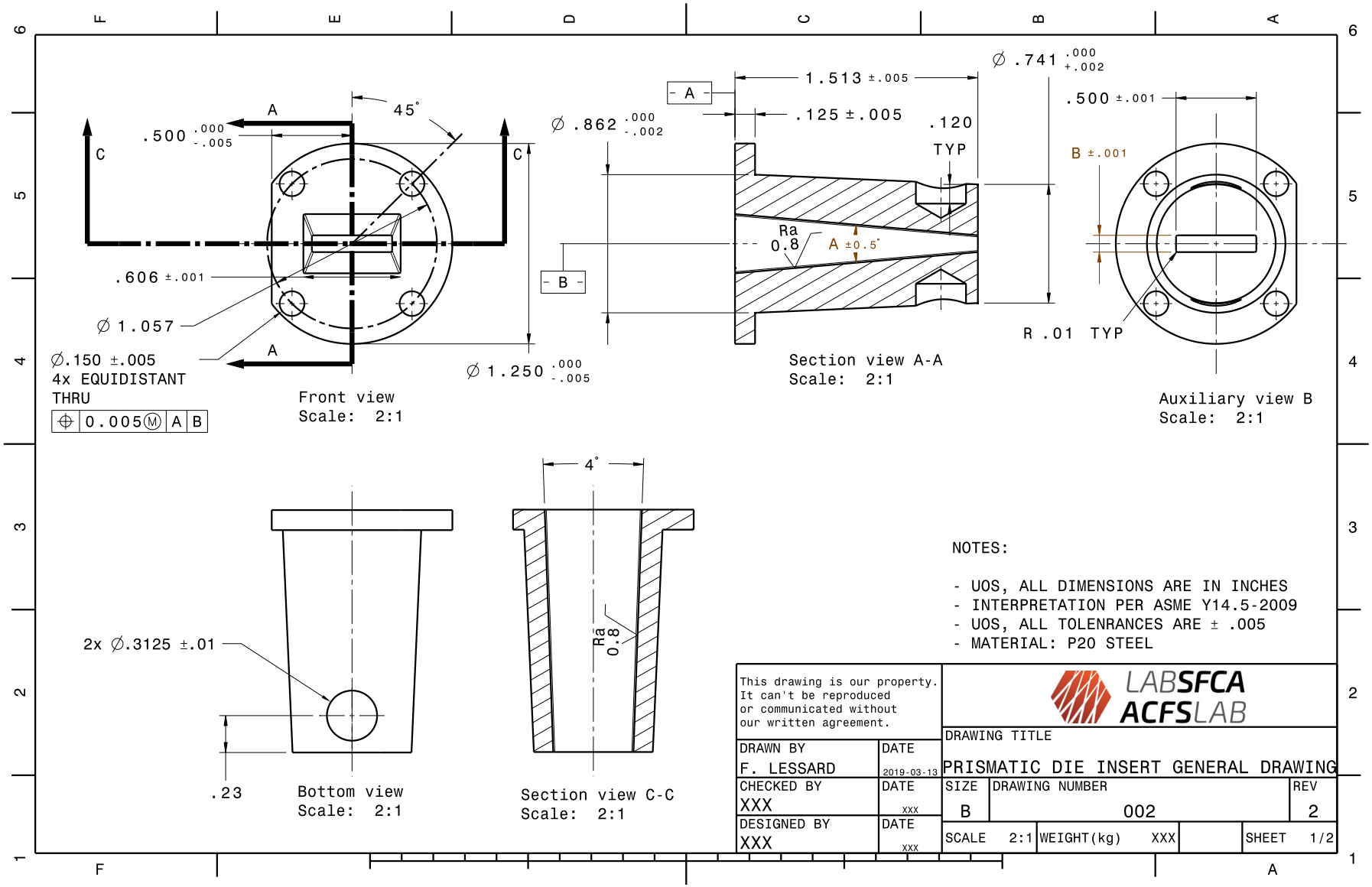
NOTES:

- UOS, ALL DIMENSIONS ARE IN INCHES
- INTERPRETATION PER ASME Y14.5-2009
- UOS, ALL TOLENRANCES ARE ± .010
- MATERIAL: 1018 STEEL

This drawing is our property.
It can't be reproduced
or communicated without
our written agreement.

LABSFCA
ACFSLAB

DRAWN BY F. LESSARD	DATE 2019-06-20	DRAWING TITLE COOLING DIE BASE PLATE	
CHECKED BY XXX	DATE XXX	SIZE B	DRAWING NUMBER 001-003	REV 2
DESIGNED BY XXX	DATE XXX	SCALE 1:1	WEIGHT(kg) XXX	SHEET 6/6


.500 .000 -.005
A
45°
C
C
.606 ±.001
∅ 1.057
∅.150 ±.005
4x EQUIDISTANT
THRU
0.005 M A B
A
Front view
Scale: 2:1
∅ 1.250 .000 -.005
∅ .862 .000 -.002
A
B
1.513 ±.005
.125 ±.005
.120
TYP
Ra
0.8
A ±0.5°
∅ .741 .000 +.002
R .01 TYP
Section view A-A
Scale: 2:1
.500 ±.001
B ±.001
Auxiliary view B
Scale: 2:1
2x ∅.3125 ±.01
.23
Bottom view
Scale: 2:1
4°
Ra
0.8
Section view C-C
Scale: 2:1
NOTES:
- UOS, ALL DIMENSIONS ARE IN INCHES
- INTERPRETATION PER ASME Y14.5-2009
- UOS, ALL TOLENRANCES ARE ± .005
- MATERIAL: P20 STEEL
This drawing is our property.
It can't be reproduced
or communicated without
our written agreement.
LABSFCA
ACFSLAB
DRAWN BY
F. LESSARD
DATE
2019-03-13
CHECKED BY
XXX
DATE
XXX
DESIGNED BY
XXX
DATE
XXX
DRAWING TITLE
PRISMATIC DIE INSERT GENERAL DRAWING
SIZE
B
DRAWING NUMBER
002
REV
2
SCALE 2:1
WEIGHT(kg) XXX
SHEET 1/2

P/N	A	B
002-001	2	0.080
002-002	2	0.082
002-003	2	0.084
002-004	2	0.087
002-005	2	0.095
002-006	2	0.105
002-007	5	0.080
002-008	5	0.083
002-009	5	0.087
002-010	5	0.091
002-011	5	0.095
002-012	5	0.105
002-013	8	0.080
002-014	8	0.082
002-015	8	0.084
002-016	8	0.087
002-017	8	0.091
002-018	8	0.095
002-019	8	0.105
002-020	8	0.110

This drawing is our property.
It can't be reproduced
or communicated without
our written agreement.

LABSFCA
ACFSLAB

DRAWN BY F. LESSARD	DATE 2019-03-13	DRAWING TITLE PRISMATIC DIE INSERT GENERAL DRAWING	
CHECKED BY XXX	DATE XXX	SIZE B	DRAWING NUMBER 002 / REV 2
DESIGNED BY XXX	DATE XXX	SCALE 2:1	WEIGHT(kg) XXX / SHEET 2/2

ANNEXE E LIGNE DE PULTRUSION RÉALISÉE POUR LA PRODUCTION DE TUBE

Résultats du modèle de simulation de pultrusion multi-filière

Tableau E.1 *

Valeurs des différentes propriétés matériaux utilisé dans le modèle de pultrusion thermoplastique multi-filière utilisé pour simuler l'outillage développé pour la production de

	Variable	**Valeur**	**Unité**
	v_f	68	%
	$v_{f,\infty}$	65	%
	$\bar{v_{f,0}}$	52	%
tube	R_f	0.0035	mm
	R_0	[50 300]	µm
	$\bar{N}$	[50% 50%]	
	η	500	Pas
	U	100	mm/min

Tableau E.2 Dimensions des filières tel que définis dans le modèle de pultrusion pour l'outillage de tube

Dimension	Unité	Filière			
		1	2	3	4
α	°	5	5	5	5
L	mm	77	77	77	77
D_o	mm	30	29	28	27
D_i	mm	24	24	24	24
$v_{f,f}$	%	26	32	41	55

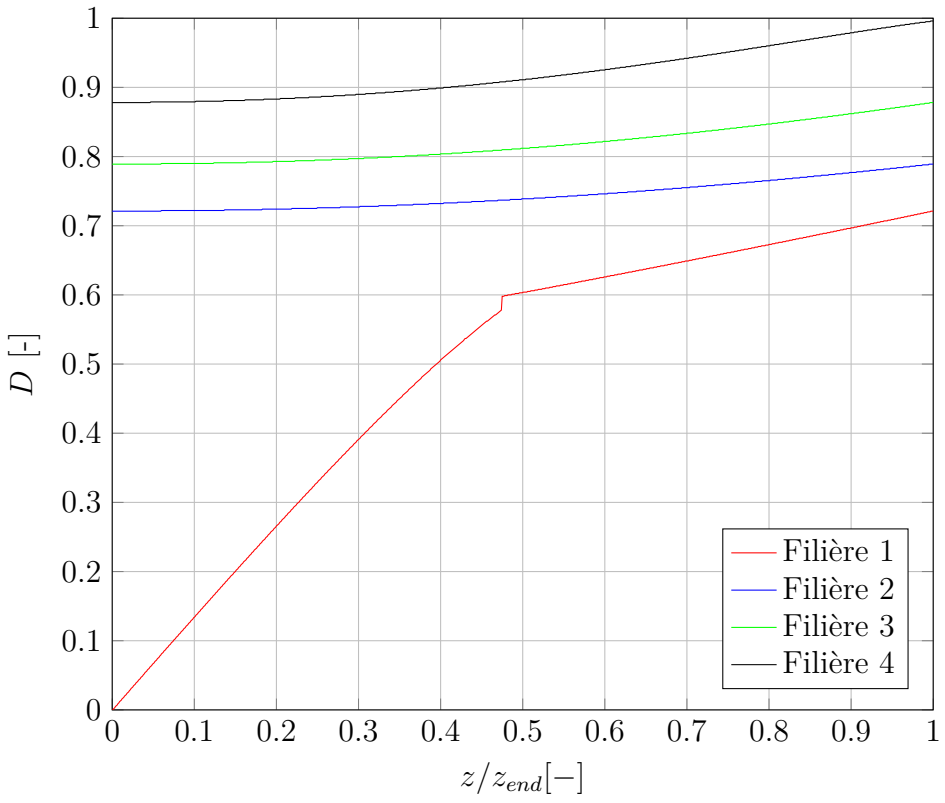


Figure E.1 Résultats de simulation du taux d'imprégnation (D) en fonction de la position normalisée (z/z_{end}) dans chacune des filière de l'outillage de pultrusion de tube

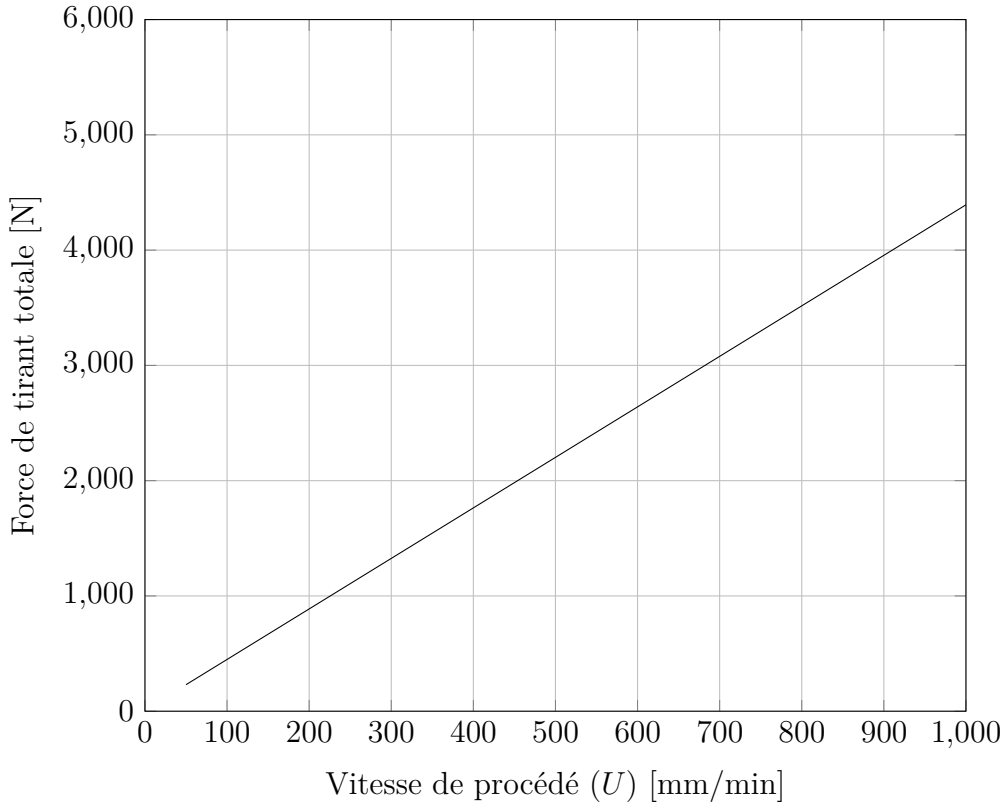
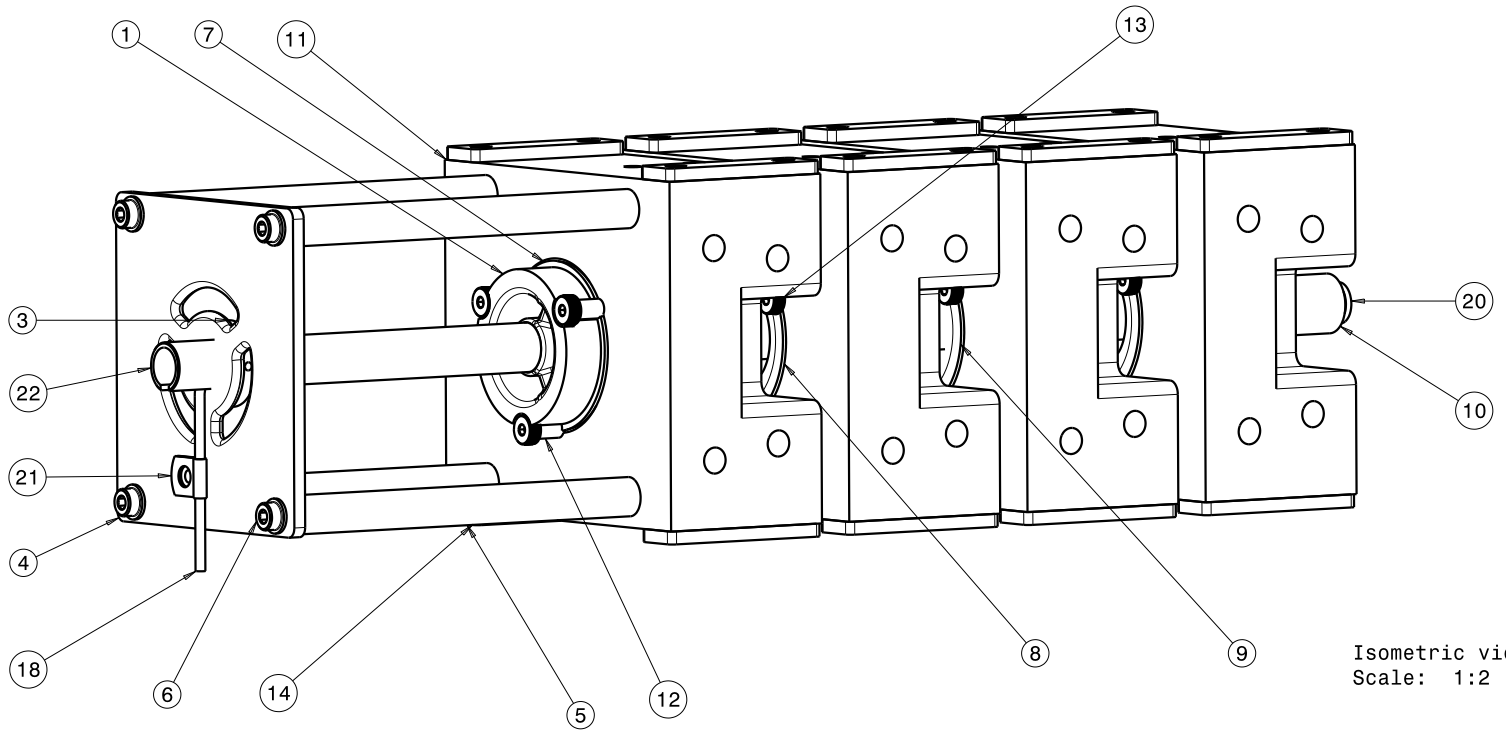


Figure E.2 Résultats de la simulation de la force de tirant totale du système pour différentes vitesses de procédé

Clichés et plans

Figure E.3 Vue d'ensemble des installations de la ligne de pultrusion thermoplastique présentée au chapitre 6

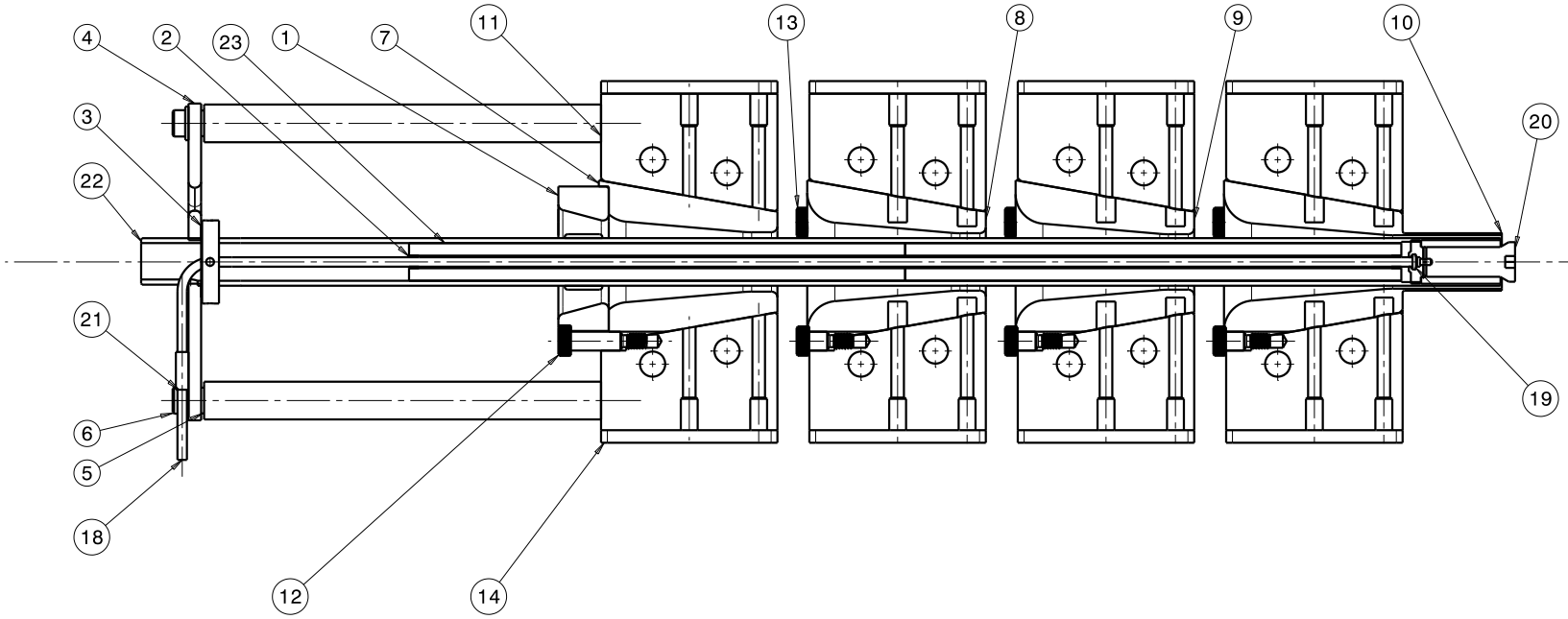


Isometric view
Scale: 1:2

This drawing is our property.
It can't be reproduced
or communicated without
our written agreement.

LABSFCA
ACFSLAB

DRAWN BY F. LESSARD	DATE 2021-02-12	DRAWING TITLE COMP-1633 TOOL ISO VIEW			
CHECKED BY XXX	DATE XXX	SIZE B	DRAWING NUMBER XXX		REV NC
DESIGNED BY XXX	DATE XXX	SCALE 1:1	WEIGHT(kg) XXX		SHEET 1/15



This drawing is our property.
It can't be reproduced
or communicated without
our written agreement.

LABSFCA
ACFSLAB

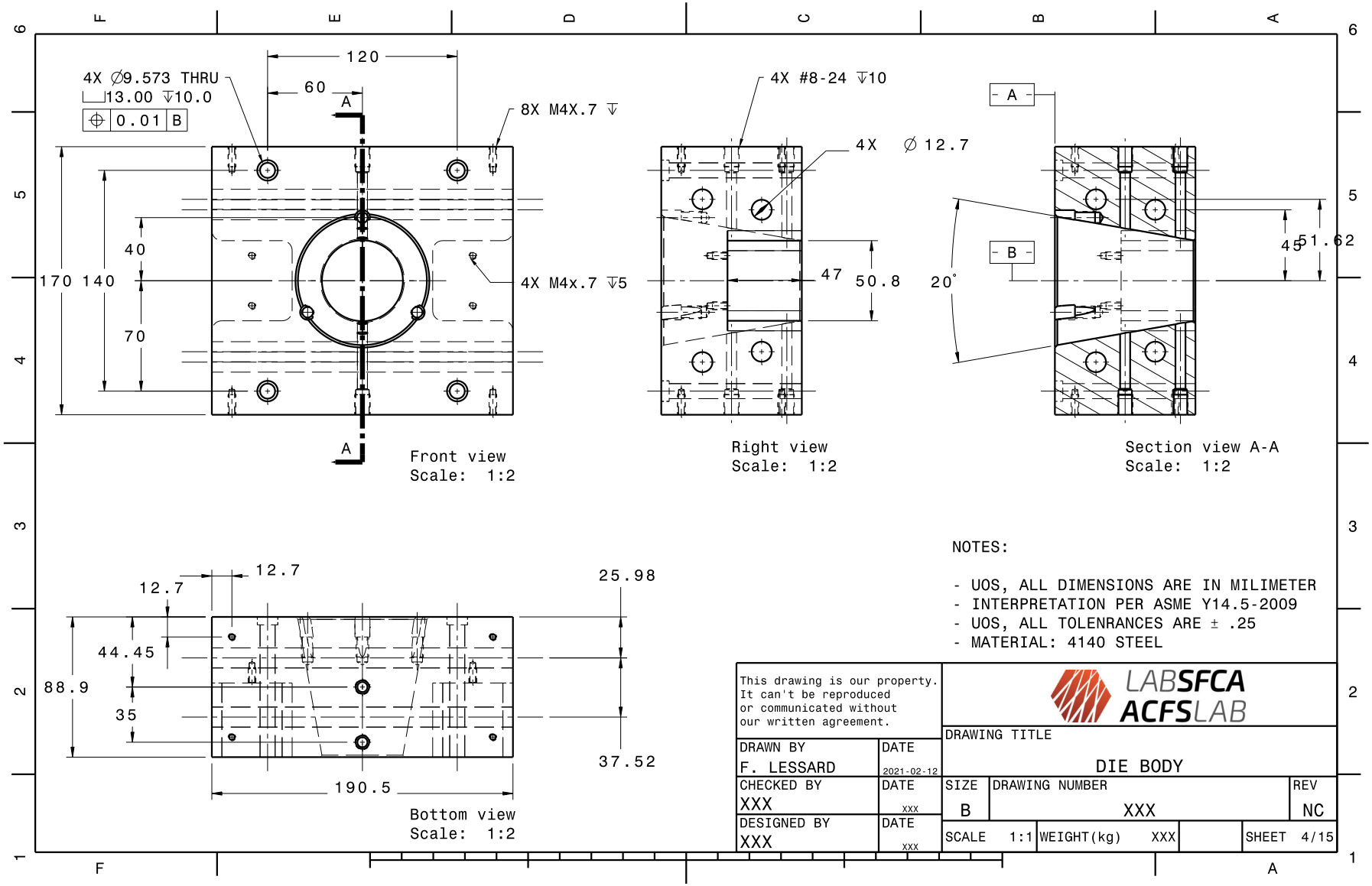
DRAWN BY F. LESSARD	DATE 2021-02-12	DRAWING TITLE COMP-1633 TOOL CUTAWAY VIEW			
CHECKED BY XXX	DATE XXX	SIZE B	DRAWING NUMBER XXX		REV NC
DESIGNED BY XXX	DATE XXX	SCALE 1:1	WEIGHT(kg) XXX		SHEET 2/15

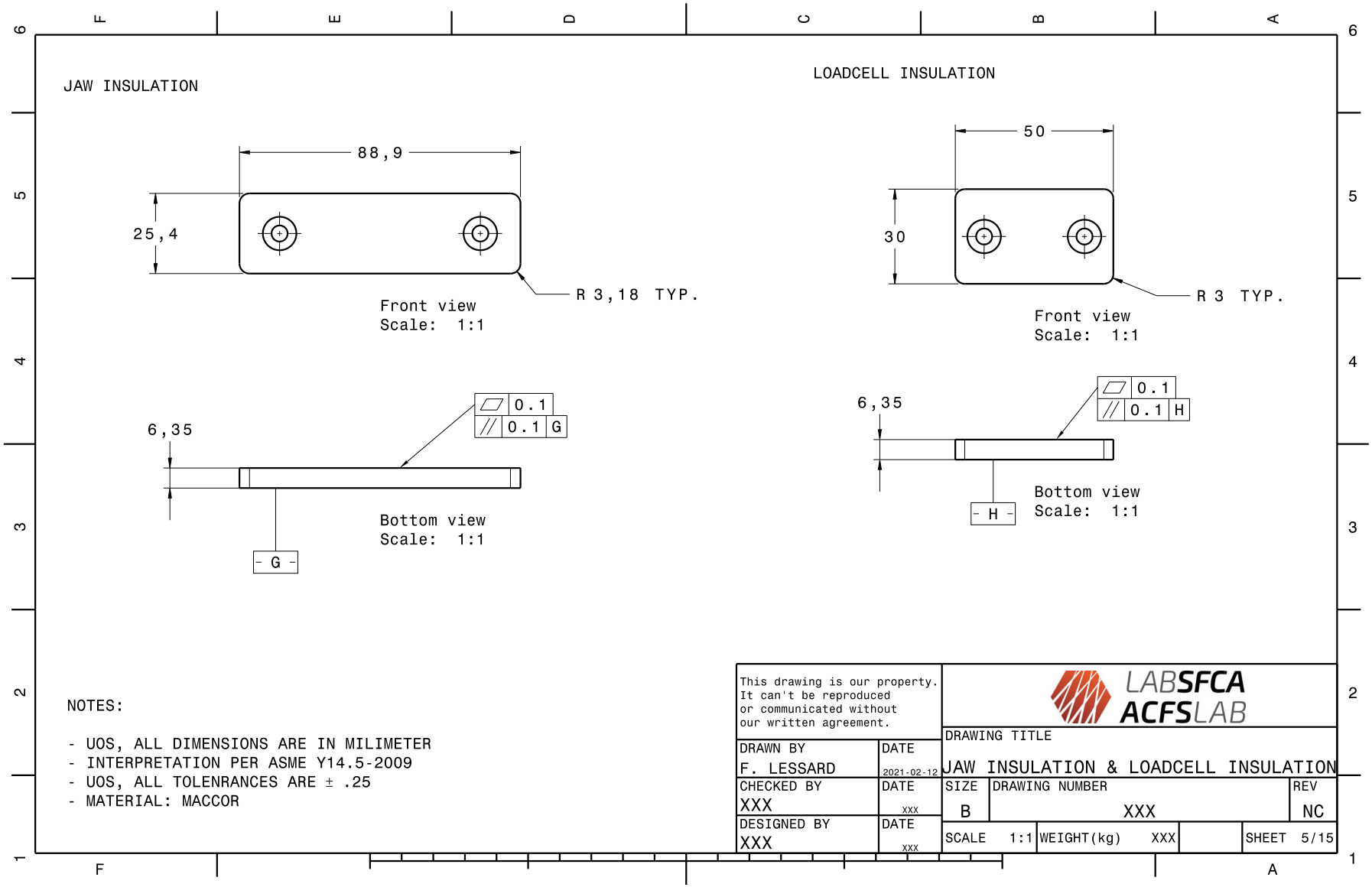
Item No.	Quantity	Name	Supplier P/N	Material
1	1	Spider_Coupler	-	P20 STEEL
2	2	Tube Insulator Bushing	-	304 STAINLESS STEEL
3	1	Jam Retaining Nut M24x1.5	3549N18	-
4	4	DieBody	-	-
5	12	Shoulder Screw 3/8"-1" 5/16"-18	91259A624	-
6	16	Jaw Insulation	-	MACOR
7	32	91253A242	91253A242	-
8	8	Loadcell Insulation	-	MACOR
9	16	Flat Head Screw #10-24 x5/16"	91253A239	-
10	12	Shoulder Screw 3/8"-3/8" 5/16"-18	91259A617	-
11	1	89895K117	89895K117	-
12	1	9452K16	9452K16	-
13	1	AirPlug	-	4140 STEEL
14	1	8863T32	8863T32	-
15	1	Strangler Plate	-	P20 STEEL
16	4	StranglerPlatePillar	-	4140 STEEL
17	4	Socket Screw M8x1.25 - 20mm	92235A284	-
18	1	Round Insert 1	-	P20 STEEL
19	1	Round Insert 2	-	P20 STEEL
20	1	Round Insert 3	-	P20 STEEL
21	1	Round Insert Cooling 27mm	-	P20 STEEL
22	1	Mandrel Outter	-	P20 STEEL
23	2	Mandrel Core	-	6061-T6 ALUMINIUM

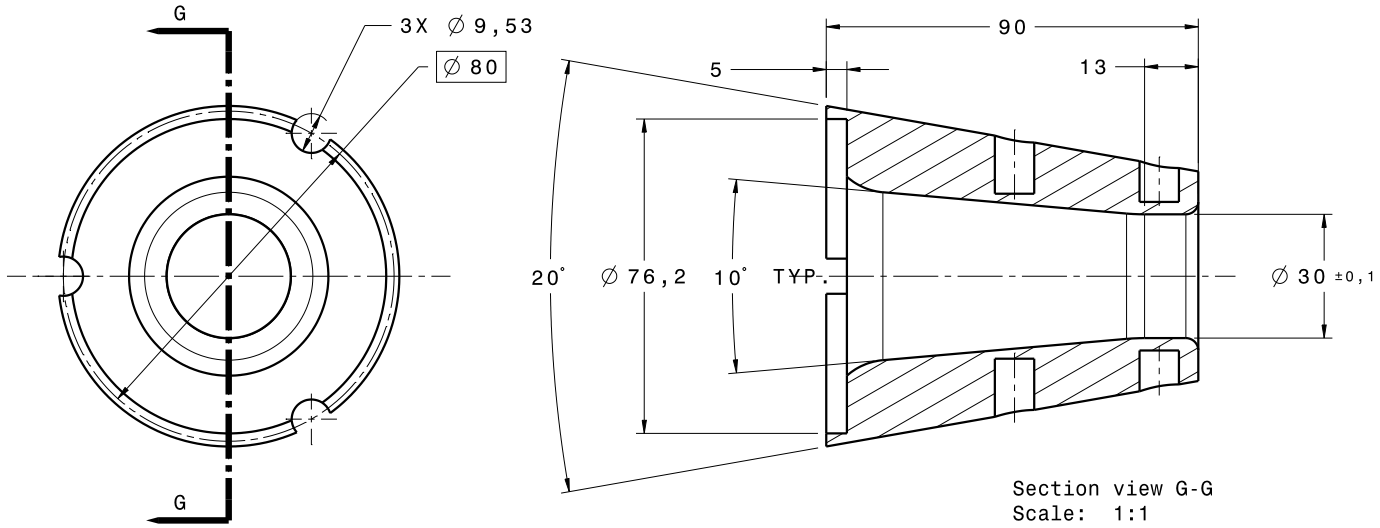
This drawing is our property.
It can't be reproduced
or communicated without
our written agreement.

LABSFCA
ACFSLAB

DRAWN BY F. LESSARD	DATE 2021-02-12	DRAWING TITLE BILL OF MATERIAL	
CHECKED BY XXX	DATE XXX	SIZE B	DRAWING NUMBER XXX	REV NC
DESIGNED BY XXX	DATE XXX	SCALE 1:1	WEIGHT(kg) XXX	SHEET 3/15


4X ∅9.573 THRU
⌴13.00 ↧10.0
⌖ 0.01 B
120
60
A
8X M4X.7 ↧
170 140
40
70
4X M4x.7 ↧5
A
Front view
Scale: 1:2
4X #8-24 ↧10
4X ∅ 12.7
47
50.8
Right view
Scale: 1:2
A
B
20°
45
51.62
Section view A-A
Scale: 1:2
12.7
12.7
44.45
88.9
35
190.5
25.98
37.52
Bottom view
Scale: 1:2
NOTES:
- UOS, ALL DIMENSIONS ARE IN MILIMETER
- INTERPRETATION PER ASME Y14.5-2009
- UOS, ALL TOLENRANCES ARE ± .25
- MATERIAL: 4140 STEEL
This drawing is our property.
It can't be reproduced
or communicated without
our written agreement.
LABSFCA
ACFSLAB
DRAWN BY
F. LESSARD
DATE
2021-02-12
DRAWING TITLE
DIE BODY
CHECKED BY
XXX
DATE
XXX
SIZE
B
DRAWING NUMBER
XXX
REV
NC
DESIGNED BY
XXX
DATE
XXX
SCALE 1:1
WEIGHT(kg) XXX
SHEET 4/15


JAW INSULATION
88,9
25,4
R 3,18 TYP.
Front view
Scale: 1:1
6,35
0.1
0.1 G
G
Bottom view
Scale: 1:1
LOADCELL INSULATION
50
30
R 3 TYP.
Front view
Scale: 1:1
6,35
0.1
0.1 H
H
Bottom view
Scale: 1:1
NOTES:
- UOS, ALL DIMENSIONS ARE IN MILIMETER
- INTERPRETATION PER ASME Y14.5-2009
- UOS, ALL TOLENRANCES ARE ± .25
- MATERIAL: MACCOR
This drawing is our property.
It can't be reproduced
or communicated without
our written agreement.
DRAWN BY
F. LESSARD
DATE
2021-02-12
CHECKED BY
XXX
DATE
XXX
DESIGNED BY
XXX
DATE
XXX
LABSFCA
ACFSLAB
DRAWING TITLE
JAW INSULATION & LOADCELL INSULATION
SIZE
B
DRAWING NUMBER
XXX
REV
NC
SCALE 1:1
WEIGHT(kg) XXX
SHEET 5/15



Front view
Scale: 1:1

Section view G-G
Scale: 1:1

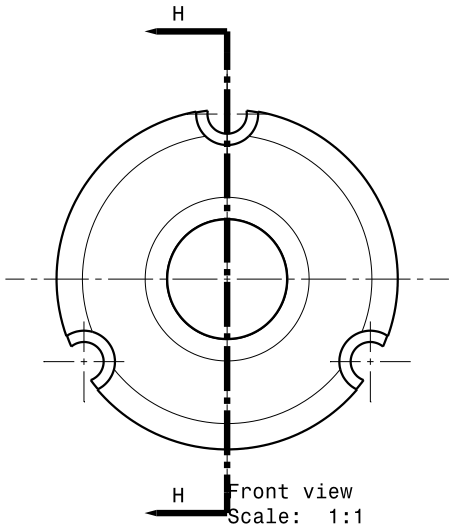
NOTES:

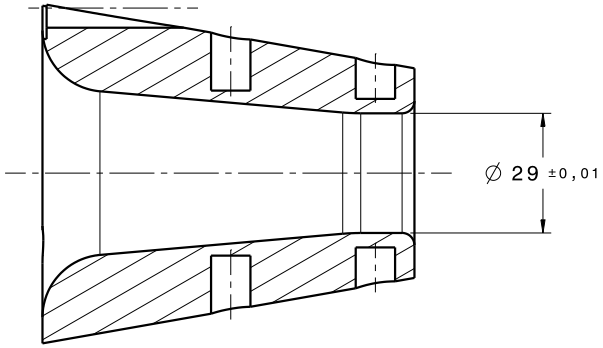
- UOS, ALL DIMENSIONS ARE IN MILIMETER
- INTERPRETATION PER ASME Y14.5-2009
- UOS, ALL TOLENRANCES ARE ± .25
- MATERIAL: P20 STEEL

This drawing is our property.
It can't be reproduced
or communicated without
our written agreement.

LABSFCA
ACFSLAB

DRAWN BY F. LESSARD	DATE 2021-02-12	DRAWING TITLE ROUND INSERT 1			
CHECKED BY XXX	DATE XXX	SIZE B	DRAWING NUMBER XXX		REV NC
DESIGNED BY XXX	DATE XXX	SCALE 1:1	WEIGHT(kg) XXX		SHEET 6/15





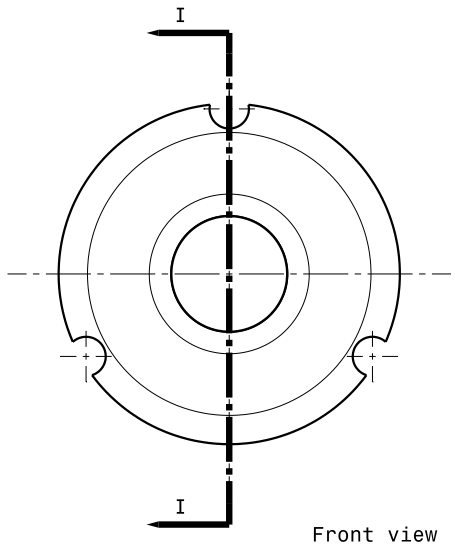
NOTES:

- UOS, ALL DIMENSIONS ARE IN MILIMETER
- INTERPRETATION PER ASME Y14.5-2009
- UOS, ALL TOLENRANCES ARE ± .25
- MATERIAL: P20 STEEL

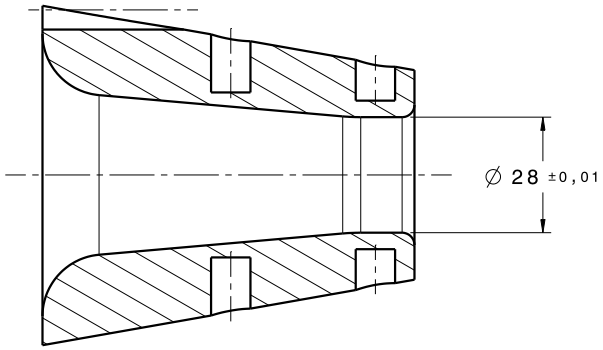
This drawing is our property.
It can't be reproduced
or communicated without
our written agreement.

LABSFCA
ACFSLAB

DRAWN BY F. LESSARD	DATE 2021-02-12	DRAWING TITLE ROUND INSERT 2			
CHECKED BY XXX	DATE XXX	SIZE B	DRAWING NUMBER XXX		REV NC
DESIGNED BY XXX	DATE XXX	SCALE 1:1	WEIGHT(kg) XXX		SHEET 7/15



Front view
Scale: 1:1



Section view I-I
Scale: 1:1

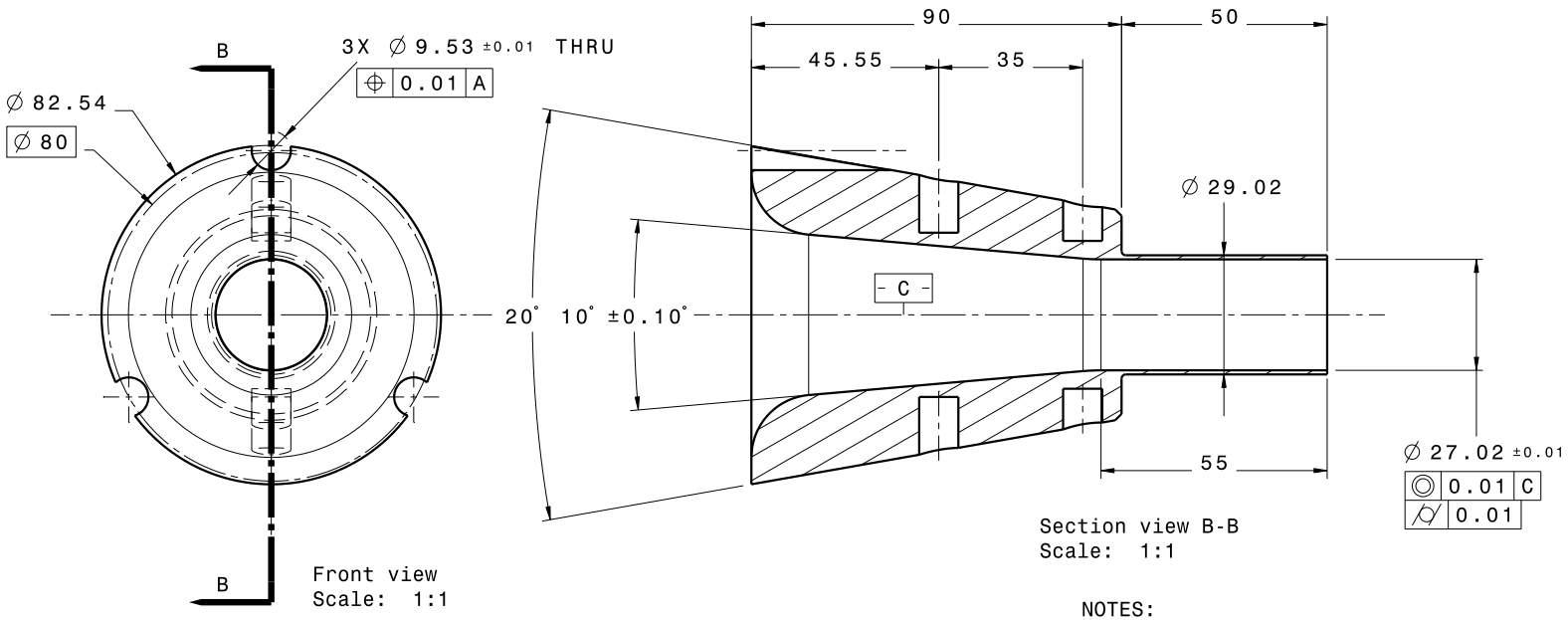
NOTES:

- UOS, ALL DIMENSIONS ARE IN MILIMETER
- INTERPRETATION PER ASME Y14.5-2009
- UOS, ALL TOLENRANCES ARE ± .25
- MATERIAL: P20 STEEL

This drawing is our property.
It can't be reproduced
or communicated without
our written agreement.

LABSFCA
ACFSLAB

DRAWN BY F. LESSARD	DATE 2021-02-12	DRAWING TITLE ROUND INSERT 3			
CHECKED BY XXX	DATE XXX	SIZE B	DRAWING NUMBER XXX		REV NC
DESIGNED BY XXX	DATE XXX	SCALE 1:1	WEIGHT(kg) XXX		SHEET 8/15



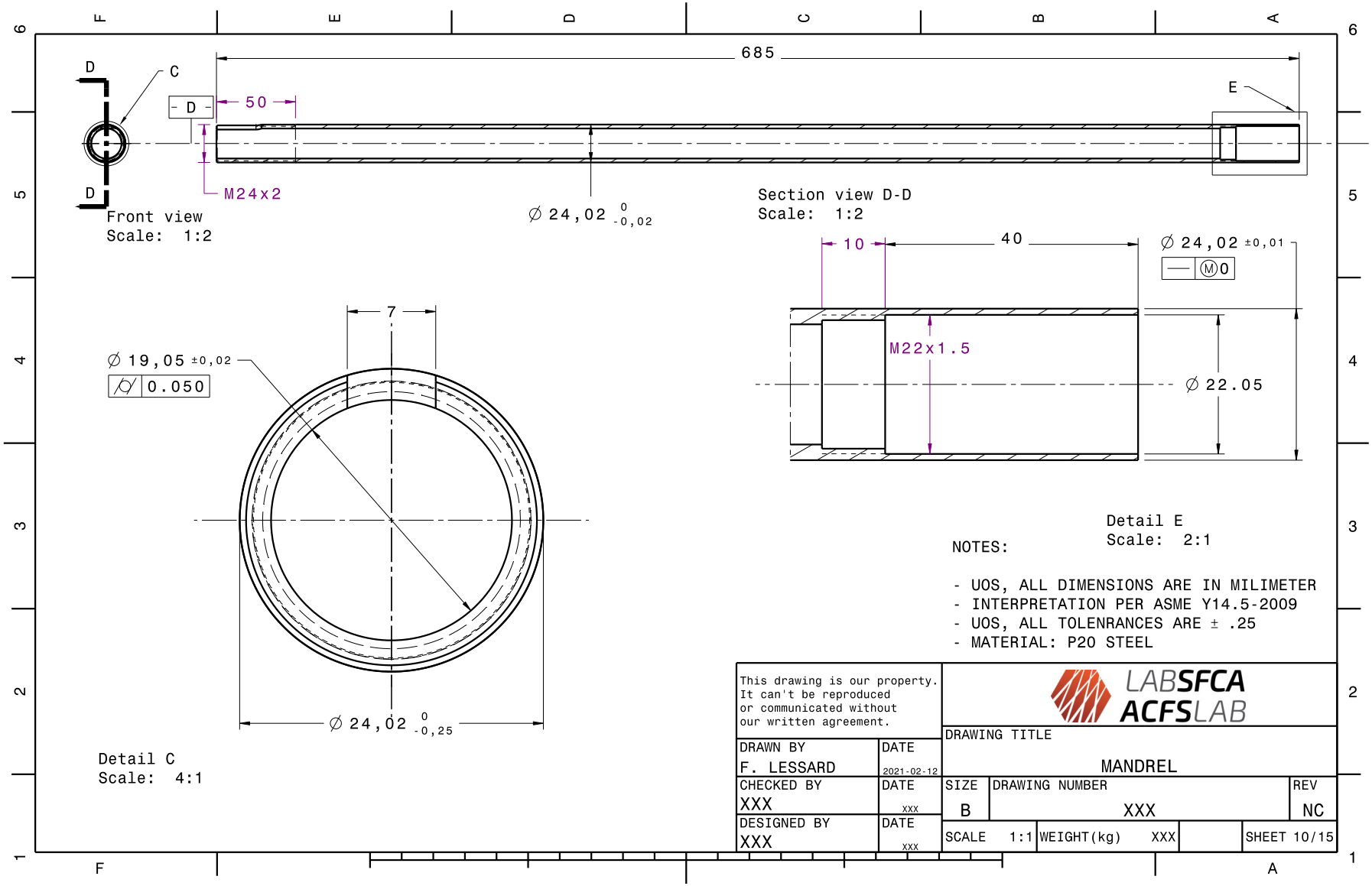
NOTES:

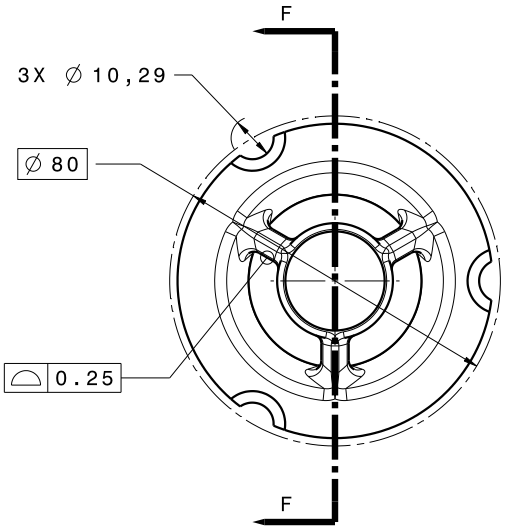
- UOS, ALL DIMENSIONS ARE IN MILIMETER
- INTERPRETATION PER ASME Y14.5-2009
- UOS, ALL TOLENRANCES ARE ± .25
- MATERIAL: P20 STEEL

This drawing is our property. It can't be reproduced or communicated without our written agreement.

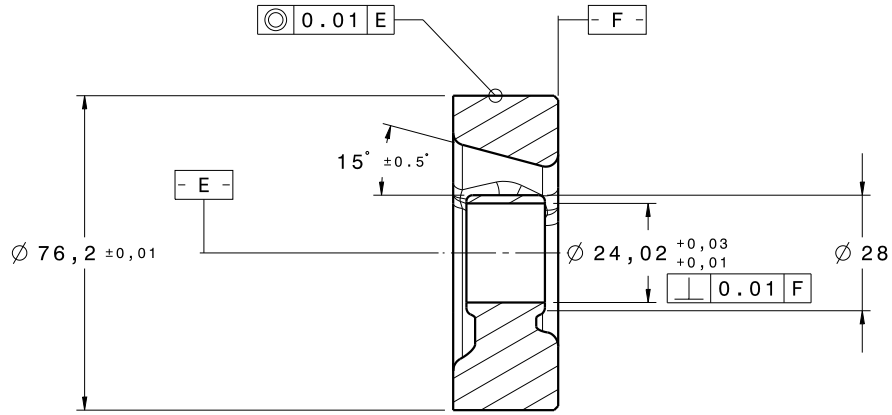
LABSFCA ACFSLAB

DRAWN BY F. LESSARD	DATE 2021-02-12	DRAWING TITLE ROUND INSERT COOLING			
CHECKED BY XXX	DATE XXX	SIZE B	DRAWING NUMBER XXX		REV NC
DESIGNED BY XXX	DATE XXX	SCALE 1:1	WEIGHT(kg) XXX		SHEET 9/15


685
50
D
C
E
M24x2
Front view
Scale: 1:2
∅ 24,02 0 -0,02
Section view D-D
Scale: 1:2
10
40
∅ 24,02 ±0,01
0
M22x1.5
∅ 22.05
Detail E
Scale: 2:1
7
∅ 19,05 ±0,02
0.050
∅ 24,02 0 -0,25
Detail C
Scale: 4:1
NOTES:
- UOS, ALL DIMENSIONS ARE IN MILIMETER
- INTERPRETATION PER ASME Y14.5-2009
- UOS, ALL TOLENRANCES ARE ± .25
- MATERIAL: P20 STEEL
This drawing is our property. It can't be reproduced or communicated without our written agreement.
LABSFCA
ACFSLAB
DRAWN BY F. LESSARD
DATE 2021-02-12
CHECKED BY XXX
DATE XXX
DESIGNED BY XXX
DATE XXX
DRAWING TITLE
MANDREL
SIZE B
DRAWING NUMBER XXX
REV NC
SCALE 1:1
WEIGHT(kg) XXX
SHEET 10/15



Front view
Scale: 1:1



Section view F-F
Scale: 1:1

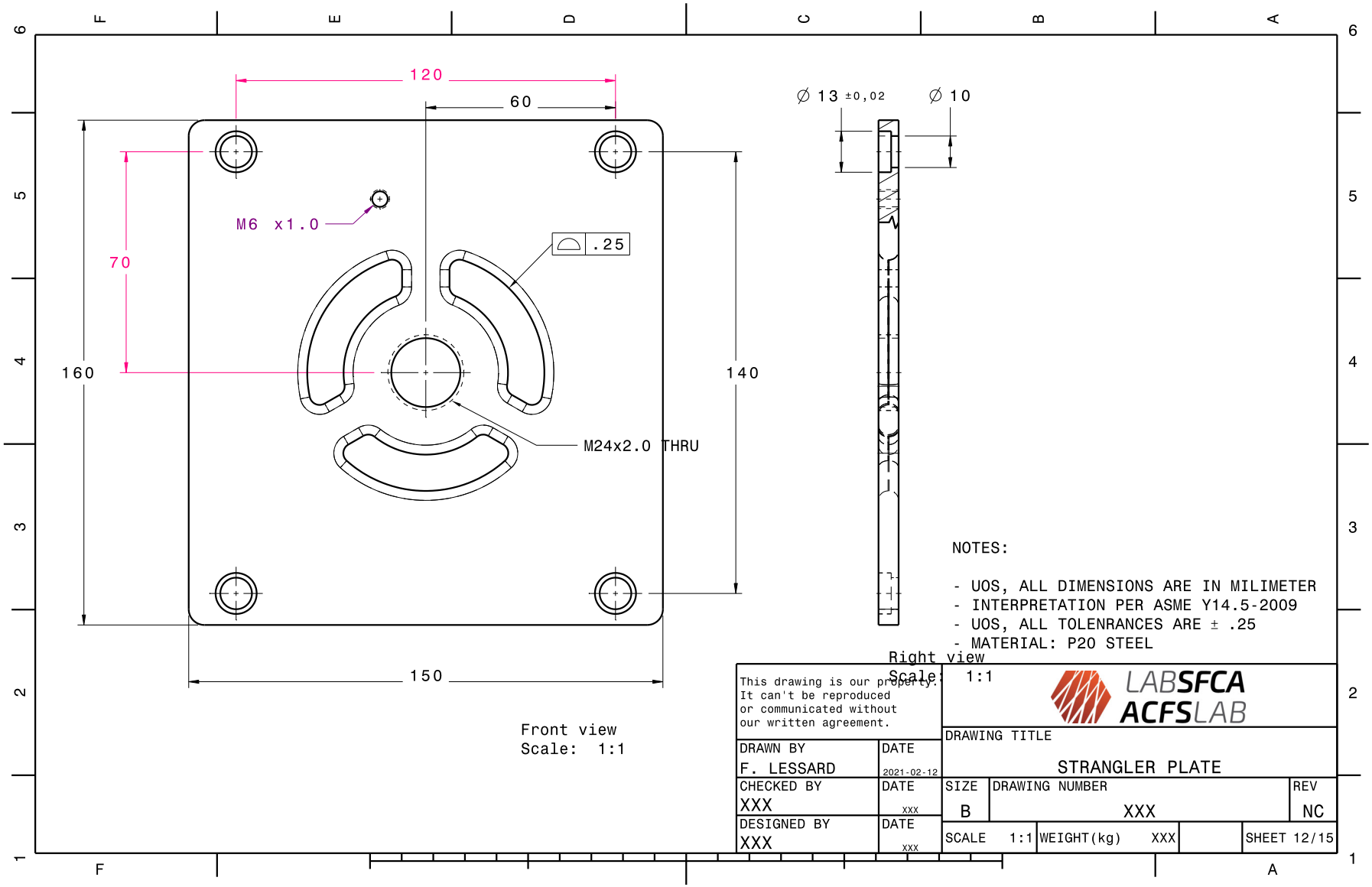
NOTES:

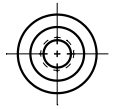
- UOS, ALL DIMENSIONS ARE IN MILIMETER
- INTERPRETATION PER ASME Y14.5-2009
- UOS, ALL TOLENRANCES ARE ± .25
- MATERIAL: P20 STEEL

This drawing is our property.
It can't be reproduced
or communicated without
our written agreement.

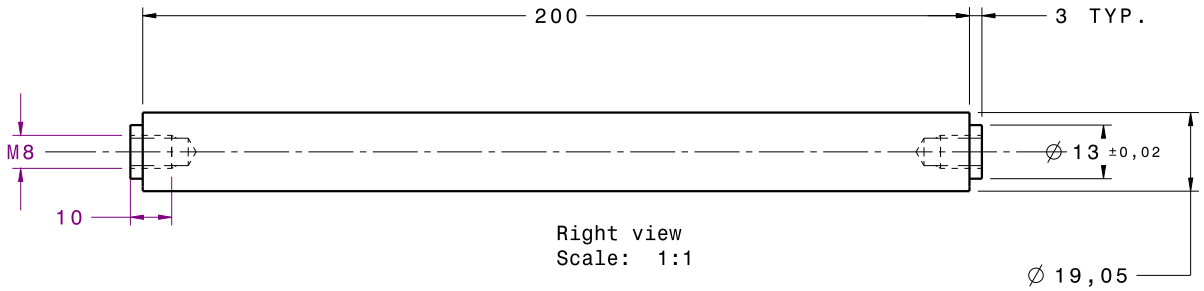
LABSFCA
ACFSLAB

DRAWN BY F. LESSARD	DATE 2021-02-12	DRAWING TITLE SPIDER BUSHING			
CHECKED BY XXX	DATE XXX	SIZE B	DRAWING NUMBER XXX		REV NC
DESIGNED BY XXX	DATE XXX	SCALE 1:1	WEIGHT(kg) XXX		SHEET 11/15


120
60
70
160
140
150
M6 x1.0
.25
M24x2.0 THRU
Front view
Scale: 1:1
∅ 13 ±0,02
∅ 10
Right view
Scale: 1:1
NOTES:
- UOS, ALL DIMENSIONS ARE IN MILIMETER
- INTERPRETATION PER ASME Y14.5-2009
- UOS, ALL TOLENRANCES ARE ± .25
- MATERIAL: P20 STEEL
This drawing is our property.
It can't be reproduced
or communicated without
our written agreement.
LABSFCA
ACFSLAB
DRAWN BY
F. LESSARD
DATE
2021-02-12
CHECKED BY
XXX
DATE
XXX
DESIGNED BY
XXX
DATE
XXX
DRAWING TITLE
STRANGLER PLATE
SIZE
B
DRAWING NUMBER
XXX
REV
NC
SCALE 1:1
WEIGHT(kg) XXX
SHEET 12/15



Front view
Scale: 1:1



Right view
Scale: 1:1

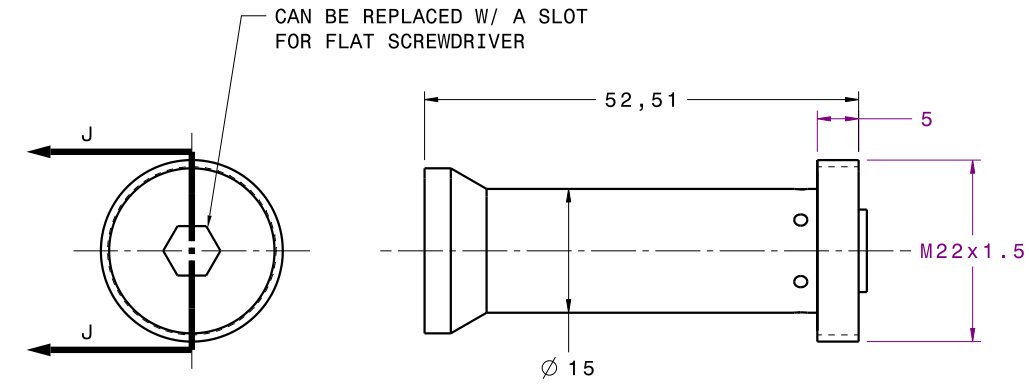
NOTES:

- UOS, ALL DIMENSIONS ARE IN MILIMETER
- INTERPRETATION PER ASME Y14.5-2009
- UOS, ALL TOLENRANCES ARE ± .25
- MATERIAL: 4140 STEEL

This drawing is our property.
It can't be reproduced
or communicated without
our written agreement.

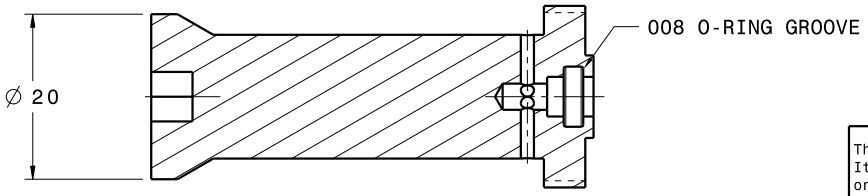
LABSFCA
ACFSLAB

DRAWN BY F. LESSARD	DATE 2021-02-12	DRAWING TITLE STRANGLER PILLAR			
CHECKED BY XXX	DATE XXX	SIZE B	DRAWING NUMBER XXX		REV NC
DESIGNED BY XXX	DATE XXX	SCALE 1:1	WEIGHT(kg) XXX		SHEET 13/15



Front view
Scale: 2:1

Right view
Scale: 2:1



Section view J-J
Scale: 2:1

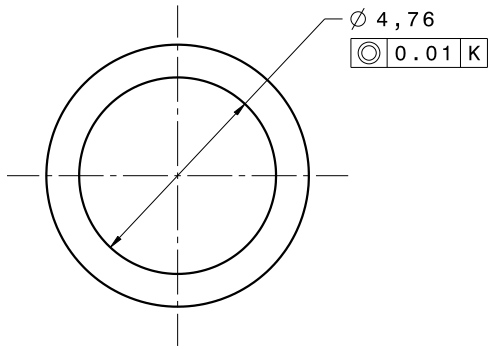
NOTES:

- UOS, ALL DIMENSIONS ARE IN MILIMETER
- INTERPRETATION PER ASME Y14.5-2009
- UOS, ALL TOLENRANCES ARE ± .25
- MATERIAL: 4140 STEEL

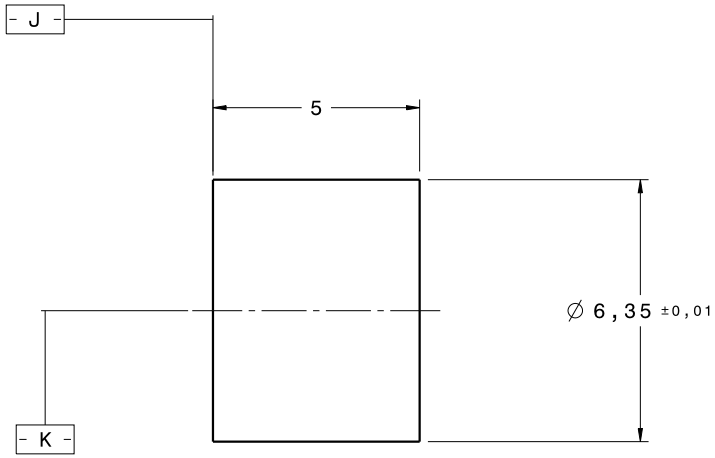
This drawing is our property.
It can't be reproduced
or communicated without
our written agreement.

LABSFCA
ACFSLAB

DRAWN BY F. LESSARD	DATE 2021-02-12	DRAWING TITLE AIR PLUG			
CHECKED BY XXX	DATE XXX	SIZE B	DRAWING NUMBER XXX		REV NC
DESIGNED BY XXX	DATE XXX	SCALE 1:1	WEIGHT(kg) XXX		SHEET 14/15



Front view
Scale: 10:1



Right view
Scale: 10:1

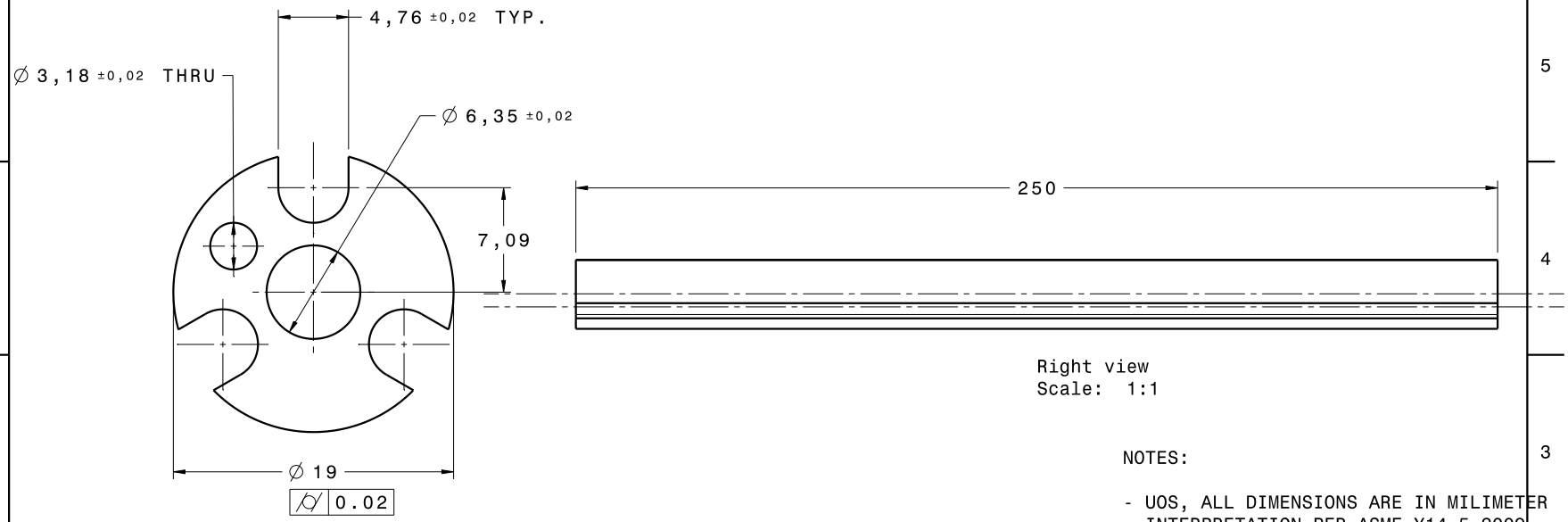
NOTES:

- UOS, ALL DIMENSIONS ARE IN MILIMETER
- INTERPRETATION PER ASME Y14.5-2009
- UOS, ALL TOLENRANCES ARE ± .25
- MATERIAL: 304 STAINLESS STEEL

This drawing is our property.
It can't be reproduced
or communicated without
our written agreement.

LABSFCA
ACFSLAB

DRAWN BY F. LESSARD	DATE 2021-02-12	DRAWING TITLE MANDREL INTERNAL BUSHING			
CHECKED BY XXX	DATE XXX	SIZE B	DRAWING NUMBER XXX		REV NC
DESIGNED BY XXX	DATE XXX	SCALE 1:1	WEIGHT(kg) XXX		SHEET 15/15



NOTES:

- UOS, ALL DIMENSIONS ARE IN MILIMETER
- INTERPRETATION PER ASME Y14.5-2009
- UOS, ALL TOLENRANCES ARE ± .25
- MATERIAL: 6061-T6 ALUMINIUM

This drawing is our property. It can't be reproduced or communicated without our written agreement.

LABSFCA ACFSLAB

DRAWN BY F. LESSARD	DATE 2021-02-12	DRAWING TITLE COMP-1633 TOOL ISO VIEW			
CHECKED BY XXX	DATE XXX	SIZE B	DRAWING NUMBER XXX		REV NC
DESIGNED BY XXX	DATE XXX	SCALE 1:1	WEIGHT(kg) XXX		SHEET 1/15