



<b>Titre:</b> Title:	Préformage de tissus 3D interlock de carbone pour la fabrication de composites en injection flexible
Auteur: Author:	Joffrey Renaud
Date:	2016
Туре:	Mémoire ou thèse / Dissertation or Thesis
Référence: Citation:	Renaud, J. (2016). Préformage de tissus 3D interlock de carbone pour la fabrication de composites en injection flexible [Thèse de doctorat, École Polytechnique de Montréal]. PolyPublie. <u>https://publications.polymtl.ca/2197/</u>

# **Document en libre accès dans PolyPublie** Open Access document in PolyPublie

URL de PolyPublie: PolyPublie URL:	https://publications.polymtl.ca/2197/
Directeurs de recherche: Advisors:	Louis Laberge Lebel, & Edu Ruiz
Programme: Program:	Génie mécanique

UNIVERSITÉ DE MONTRÉAL

## PRÉFORMAGE DE TISSUS 3D INTERLOCK DE CARBONE POUR LA FABRICATION DE COMPOSITES EN INJECTION FLEXIBLE

JOFFREY RENAUD DÉPARTEMENT DE GÉNIE MÉCANIQUE ÉCOLE POLYTECHNIQUE DE MONTRÉAL

THÈSE PRÉSENTÉE EN VUE DE L'OBTENTION DU DIPLÔME DE PHILOSOPHIAE DOCTOR (GÉNIE MÉCANIQUE) AOÛT 2016

© Joffrey Renaud, 2016.

### UNIVERSITÉ DE MONTRÉAL

#### ÉCOLE POLYTECHNIQUE DE MONTRÉAL

Cette thèse intitulée :

### PRÉFORMAGE DE TISSUS 3D INTERLOCK DE CARBONE POUR LA FABRICATION DE COMPOSITES EN INJECTION FLEXIBLE

#### présentée par : <u>RENAUD Joffrey</u>

en vue de l'obtention du diplôme de : <u>Philosophiae Doctor</u>

a été dûment acceptée par le jury d'examen constitué de :

M. ACHICHE Sofiane, Ph. D., président

- M. LABERGE LEBEL Louis, Ph. D., membre et directeur de recherche
- M. <u>RUIZ Eduardo Antonio Julian</u>, Ph. D., membre et codirecteur de recherche
- M. VADEAN Aurelian, Doctorat, membre
- M. ROBITAILLE François, Ph. D., membre externe

#### REMERCIEMENTS

Je tiens tout d'abord à remercier le professeur Louis Laberge Lebel d'avoir encadré la dernière partie de mon projet doctoral en étant très disponible, engagé et dynamique. Je m'étonne encore de la quantité de travail qui a été réalisée pendant notre collaboration. Merci au professeur Edu Ruiz de m'avoir proposé ce projet de doctorat riche en défis et en apprentissages. Travailler ensemble m'a permis de mieux comprendre comment initier des idées, les faire grandir et les présenter correctement. Je remercie finalement le professeur François Trochu de m'avoir recruté et encadré au début de ce projet, quand mes connaissances dans le domaine des composites étaient encore minces.

Je voudrais remercier les membres de la chaire que j'ai eu la chance de côtoyer. Laura Mouret, Amir Ershad Fanaei, Julian Gutiérrez, François LeBel, Émilie Charrette, Audrey Favre, Vincent Shebib Loiselle, Christophe Ravey, Roland Fotsing, Catherine Billotte, Christian-Charles Martel, Cédric Pupin, Hubert Courteau-Godmaire, Zishaan Moledina, Maria Benavente, Alice Courtois, Alessandro Scola, Grégory Martinez, Béliny Bonnard et Sahar Nouri. Je remercie particulièrement Philippe Causse qui m'a beaucoup appris au début de ce projet et m'a donné goût à la recherche.

J'ai aussi eu la chance de collaborer avec plusieurs stagiaires. Merci à Pierre Savoyat, Julie Hemmer, Aurélie Hernandez, Quentin Vialle, Rolland Delorme, Alexandre Hautefeuille et Crystale Vélain.

Je remercie aussi le personnel du partenaire industriel et de ses sous-traitants avec qui j'ai interagi. Bruno Dambrine, Patrick Henrat, Christian Budnik, Nicolas Vernet, Erwan Camus et Lionel Courrapied du groupe Safran. Alexandre Ferreira Benevides, Hugo Delage et Marie-Christine Dion d'ERFT Composites. Micah Gummel d'Albany Engineered Composites.

Je remercie enfin ma famille et mes proches pour leur support au quotidien.

### RÉSUMÉ

Les matériaux composites sont de plus en plus utilisés dans l'industrie aérospatiale pour faire des pièces structurales. Les procédés de fabrication par moulage liquide (LCM), qui consistent à imprégner une résine liquide dans un renfort sec, permettent par exemple de diminuer les coûts de fabrication. Les procédés LCM existants, comme le moulage par transfert de résine (RTM) et l'infusion, présentent toutefois des limitations qui restreignent encore leur champ d'application. Le RTM est par exemple limité par la création de porosités et des vitesses d'imprégnation lentes. L'infusion est encore plus lent que le RTM à cause des faibles pressions d'injection utilisées et peut engendrer des variations d'épaisseur dans les pièces. Le procédé d'Injection Flexible (IF) a été développé pour répondre à ces limitations. Il permet de fabriquer des pièces plus rapidement que le RTM en accélérant notamment l'étape d'injection de résine. Ce procédé permet de plus d'appliquer une pression uniforme sur le composite pendant la polymérisation de la résine, ce qui permet en théorie d'assurer des bas taux de vides dans la pièce finale et donc de bonnes propriétés mécaniques. Pour ce faire, un moule et un contre-moule rigide sont séparés par une membrane flexible, donnant deux cavités. La cavité d'injection contient initialement le renfort sec puis la résine injectée, un fluide incompressible est injecté dans la cavité de compaction pour terminer l'imprégnation.

Le préformage est une étape préliminaire à la fabrication avec les procédés LCM qui consiste à donner au renfort sec la forme et l'épaisseur proche de la pièce finale en créant des liens entre les fibres à l'aide d'un tackifiant à base de résine. Le terme « renfort » fait d'ailleurs référence au tissu avant préformage tandis qu'une « préforme » représente son état après cette étape. Il a été montré dans plusieurs études que cette est était nécessaire au procédé IF afin d'assurer la qualité et la répétabilité des fabrications. La compréhension des phénomènes intervenant lors du préformage et de la fabrication était toutefois insuffisante, ce qui ne permettait pas d'ajuster finement une stratégie de préformage à un cas donné. Ce projet de thèse vise donc à améliorer cette compréhension puis définir une stratégie de préformage pour un cas de fabrication réel qui est le carter de soufflante du moteur d'avion LEAP. Cette pièce, développée par le partenaire industriel du projet, est constituée d'une résine aéronautique et d'un renfort 3D interlock de carbone (tissu composé de plusieurs couches assemblées en un seul pli par des fils tissés en direction transverse). Le projet de recherche a été divisé en trois parties. Une première rassemble de travaux préliminaires qui visaient à identifier l'impact du préformage sur la qualité d'imprégnation en IF ainsi que la sélection d'un

tackifiant adapté aux matériaux Safran. Une deuxième partie, divisée en deux articles faisant chacun un chapitre, est consacrée à la compréhension du préformage dans son ensemble. La troisième partie visait enfin à développer une stratégie de préformage pour la fabrication du carter.

L'impact du préformage sur la qualité d'imprégnation avec le procédé IF a été investigué dans la première partie. Des fabrications de plaques ont été réalisées avec des matériaux simples dans un premier temps, soit une résine époxy et un renfort de fibres de verre. Les fabrications sans préformage ont d'abord permis de montrer que le taux de vides dans la pièce est directement dépendant de la pression dans la résine. Ces plaques présentaient toutefois un défaut important sous forme de zone sèche proche du port d'évent. L'analyse des phénomènes menant à la création de ce défaut a permis d'identifier le préformage comme la meilleure solution pour l'éviter. Cet effet a été confirmé lors de fabrications de pièces sans défaut avec préformage. Il a de plus été montré que le préformage modifie le comportement en compaction du renfort, ce qui a un effet sur la répartition des pressions lors de l'étape de consolidation du composite. La suite de cette partie concerne la sélection d'un tackifiant composée principalement de la résine utilisée dans la fabrication du carter. Différents diluants ont été testés afin de rendre la résine pulvérisable au pistolet à peinture. Il a finalement été montré que la dilution choisie n'impacte pas significativement le comportement en flexion à la rupture de la résine polymérisée.

La deuxième partie concernait la compréhension des phénomènes intervenant lors du préformage. Pour cette étape, le tackifiant est pulvérisé sur le renfort, ce dernier est ensuite saturé d'eau afin de le lubrifier puis il est inséré dans le moule. Dans le cas présent, le tissu est compacté avec la membrane de fabrication à pression fixée, si bien que son épaisseur diminue dans le temps suivant un comportement viscoélastique appelé fluage. Il est en même temps chauffé à haute température pour le sécher et polymériser le tackifiant. Une première étude, détaillée dans le premier article, a permis de caractériser l'influence de la température et de la lubrification à l'eau sur le comportement en fluage du renfort. Cette étude a principalement montré qu'il est possible de maximiser la compaction du renfort en le lubrifiant à l'eau, en le chauffant à haute température et en combinant ces deux effets.

Une fois compacté, le préformage intervient pour empêcher que le renfort ne se décompacte à son épaisseur initiale pendant la fabrication en IF, évitant ainsi l'apparition des défauts précédemment mis en évidence. En effet, il existe des moments pendant lesquels aucune contrainte n'est appliquée

sur le renfort pour empêcher sa décompaction. Une première décompaction de la préforme sèche peut intervenir juste avant l'étape d'injection de résine, car la pression de compaction appliquée par la membrane sur le renfort doit être retirée pour permettre l'injection. Une deuxième décompaction, cette fois lubrifiée, peut apparaitre à cause de la lubrification de la préforme par la résine qui l'imprègne. L'étude présentée dans l'article 2 détaille l'influence de différents paramètres de préformage (pression de compaction du renfort pendant le préformage, quantité de résine de préformage appliquée, taux de dilution du tackifiant à l'acétone) sur les décompactions à sec et lubrifiée de la préforme en injection flexible. L'étude a été réalisée en reproduisant des fabrications dans une machine d'essai et a permis de montrer qu'augmenter la valeur des trois paramètres de préformage a pour effet de diminuer les deux décompactions. Toutefois, même en maximisant les trois paramètres de préformage en même temps, la préforme se décompactait toujours fortement. Un calcul analytique a donc été réalisée pour estimer la décompaction de la préforme lors de l'étape d'injection de résine dans un cas rectangulaire plan en se basant sur les lois de décompaction précédemment caractérisées. Cette approche a permis de juger quels couples de paramètres permettent une fabrication sans défaut.

Le développement d'une stratégie de préformage pour la fabrication du carter est détaillé dans la dernière partie. Ce cas d'étude a été choisi car la fabrication du carter avec le procédé IF est envisagée par Safran. L'étude a été réalisée sur la pièce à échelle ½ et simplifiée. La pièce fabriquée était donc un cylindre creux d'environ 1 mètre de diamètre par 0.2 mètre de large. Neuf préformes ont été fabriquées et caractérisées au cours de cette étude en faisant varier la pression de préformage, la quantité de tackifiant, la répartition du tackifiant et le cycle de chauffage. L'impact de ces paramètres de préformage sur le taux de fibres en fin d'étape de préformage et celui après décompaction à 160 °C sans contraintes (correspondant à la décompaction à sec) a été caractérisé. La décompaction lubrifiée n'a pas été caractérisée dans cette étude. Certains résultats obtenus précédemment ont été confirmés, comme la réduction de la décompaction à sec grâce à l'ajout de tackifiant. Une stratégie de préformage a pu être définie pour respecter le critère énoncé par le partenaire industriel, à savoir un taux de fibres compris entre 56 et 60 % en fin d'étape de préformage. Cette étude a servi à définir la stratégie de préformage utilisée pour la fabrication de trois pièces à échelle réelle par le partenaire industriel.

Pour finir, cette étude a permis d'identifier le rôle de l'ensimage fibreux lors du préformage à haute température de tissus de carbone. Ce matériau solide recouvre uniformément chaque fibre

vii

constituant chaque toron du renfort et a pour but de faciliter la manipulation et le tissage des fibres. Il a été montré grâce à des observations microscopiques que la répartition de l'ensimage sur la fibre change après l'étape de préformage. Ceci viendrait du fait que l'ensimage devient visqueux à haute température. Cette observation participe à justifier physiquement pourquoi le renfort est plus facile à compacter à haute température et pourquoi il est possible de préformer un renfort sans tackifiant.

#### ABSTRACT

Composite materials are more and more used to manufacture structural parts in the aerospace industry. For example, Liquid Composite Molding (LCM) processes, which consists in impregnating a liquid resin in a dry fabric, are low cost avenues to produce those parts. However, the field of application of existing LCM processes such as Resin Transfer Molding (RTM) and infusion is still restricted by their inherent limitations. For instance, RTM is limited by slow impregnation speeds and creation of porosities. Infusion is slower than RTM because of the low impregnation pressure used in this process and is prone to create thickness variations in parts. Flexible Injection (FI) process has been created to overcome these limitations. It allows producing parts faster than RTM by reducing the resin injection time. Moreover, this process allows applying a uniform pressure on the surface of the composite during resin polymerisation, which tends to reduce void content in the final part and thus improves its mechanical properties. A FI manufacturing system is composed of a rigid mold and countermold that are separated with a flexible membrane, thus creating two cavities. The injection cavity initially contains the dry fabric before resin is injected inside of it, then an incompressible fluid is injected in the compaction cavity to finalise fabric impregnation by resin.

Preforming is a manufacturing step preliminary to the manufacturing with LCM processes. It consists in giving to the fabric the shape and thickness as close as possible to the final part. To do this, mechanical links between fibers are created inside the fabric with a resin based tackifier. Thus, the fabric is called a preform after the preforming step. It has been shown in previous studies that this step is necessary to ensure part quality and manufacturing repeatability in FI. However, it was not possible to adjust finely a preforming strategy to a fabrication case because the understanding of the phenomena that occur during preforming and manufacturing were not sufficient. The aim of this doctoral project is then to improve the understanding of those phenomena in order to be able to define a preforming strategy for a real manufacturing case. More particularly, the fabrication of the LEAP aircraft engine fan case is studied. This part has been developed by Safran, the industrial partner of this project, and is constituted of an aeronautical resin and a 3D carbon interlock fabric (which is a woven material composed of several layers assembled together with out-of-plane tows). This research project is divided into three main sections. A preliminary study is described in the first one which consists in identifying the effect of preforming on impregnation quality of FI fabrications and selecting a tackifier adapted to Safran's materials. The second section is divided

into two chapters, each one containing a scientific article. It consists in improving the overall understanding of the preforming step. Finally, the development of the preforming strategy for the fan case manufacturing is explained in the third section.

The effect of preforming on the quality of impregnation in FI was investigated in the first section by manufacturing parts with simple materials, an epoxy resin and a glass fiber 2D fabric. First, fabrications without preforming allowed to show that void content in the part is related to resin pressure during composite consolidation. However, a dry spot was created in some of those parts close to vent gate. After analysing the phenomena that lead to the creation of this defect, preforming has been identified as the best solution to avoid it. It has been experimentally confirmed by manufacturing the same parts without defect by using a preforming step. Moreover, it has been shown that this step influences the compaction behavior of the fabric, which changes the repartition of the compaction pressure (applied on the composite) on the fabric and the resin. Then, a tackifier adapted to the materials used for the fan case was selected. It is mainly constituted of the resin used in this part. Several diluents were tested in order to make this resin sprayable with a paint gun. It was finally shown that the dilution of the resin did not significantly affect its flexural stress to failure when fully polymerised.

The second section consisted in improving the understanding of the phenomena that occur during preforming. In this step, the tackifier is first sprayed on the sample, then it is saturated with water in order to lubricate it and it is inserted inside the preforming mold. In this study, it was chosen to preform inside the fabrication mold and to compact the fabric during preforming with the flexible membrane. The fabric is then compacted with a constant pressure, which means that its thickness reduces with time because of a viscoelastic behavior called creep. Fabric is also heated during compaction in order to dry it and polymerise the tackifier. The first part of this section is detailed in the first scientific article of this thesis and describes the influence of high temperature and water lubrication on the creep compaction behavior of the fabric. It was mainly showed that it is possible to maximise the compaction of the fabric by lubricating it, heating it and combining those two effects.

Once the fabric is compacted, tackifier-based preforming is used to prevent the fabric from decompacting to its initial thickness during manufacturing so that previously highlighted defects are not created during manufacturing. During manufacturing, there are moments where the fabric

is not compacted to retain its decompaction. A first dry decompaction can then occur just before resin injection step, because the compaction pressure applied on the fabric has to be removed to allow the injection. A second lubricated decompaction can occur during resin injection because of the lubrication of the fabric by resin. The effect of preforming parameters (compaction pressure during preforming, amount of preforming resin applied on the fabric, dilution ratio of preforming resin with acetone) on the dry and lubricated decompaction of the preform is then presented in the second scientific article of this thesis. The study was realised by reproducing FI fabrications in a testing machine. It allowed to show that increasing the value of the three preforming strategy. An analytical calculation was then carried out to estimate how this decompaction can influence typical laboratory fabrications. This calculation, based on the decompaction strategy theoretically allow FI fabrications without defect.

The development of the preforming strategy adapted to the manufacturing of the fan case in FI is detailed in the third section. This part was chosen as a case-study because its manufacturing with FI is considered by Safran. The study was realized on a half scale and simplified version of the real part. More precisely, the part was a hollow cylinder with a diameter of about 1 meter and a width of 0.2 meter. Nine preforms were produced and characterized in this study with varying preforming pressure, tackifier quantity, tackifier repartition and heating rate. The effect of those parameters on the fiber volume content after preforming and after dry decompaction at 160 °C was characterized. Some of the previous results were confirmed by these experiments, such as the reduction of dry decompaction by increasing tackifier quantity. A preforming strategy allowing to respect a criteria enounced by Safran (the fiber volume content after preforming had to be between 56 % and 60 %) has been developed. Some recommendations were enounced to guide the development of the preforming strategy used for manufacturing full scale parts. Three of them were made with success by the industrial partner.

Finally, this thesis allowed to identify the role of fiber sizing during high temperature preforming of carbon fabrics. This solid material covers each fiber of each tow and aims at facilitating fiber handling and weaving. Microscopic observations allowed to show that the sizing repartition on fibers changed after the preforming step. This can be caused by the fact that sizing becomes viscous

at high temperature. This observation helps to physically justify why a fabric is easier to compact at high temperature and why it is possible to preform a fabric without tackifier.

# TABLE DES MATIÈRES

REMERCIEMENTS III
RÉSUMÉIV
ABSTRACT VIII
TABLE DES MATIÈRESXII
LISTE DES TABLEAUX XVIII
LISTE DES FIGURESXIX
LISTE DES SIGLES ET ABRÉVIATIONS XXV
LISTE DES ANNEXESXXX
INTRODUCTION1
CHAPITRE 1 REVUE DE LITTÉRATURE
1.1 Les procédés d'injection sur renfort8
1.1.1 Le RTM
1.1.2 Le moulage par transfert de résine comprimé (C-RTM)12
1.1.3 L'infusion13
1.2 Le procédé d'injection flexible15
1.2.1 Principe de fonctionnement15
1.2.2 Développements passés16
1.2.3 L'équilibre de consolidation24
1.3 Le préformage
1.3.1 Description
1.3.2 Performances du préformage
1.3.3 Effet du préformage sur les procédés LCM27
1.3.4 Effets sur les propriétés mécaniques du composite

1.4 L	les renforts 3D	
1.4.1	Principales techniques de fabrication des renforts 3D	31
1.4.2	Principaux types de renforts tissés 3D	32
1.4.3	Comparaison aux renforts 2D	33
1.5 C	Comportement en compaction des renforts fibreux	36
1.5.1	Comportement viscoélastique des renforts en compaction	36
1.5.2	Phénomènes physiques intervenants lors de la compaction des renforts	37
1.5.3	Modélisation de la compaction des renforts	40
1.5.4	Techniques existantes pour faciliter la compaction des renforts	48
1.5.5	Utilisation des résultats de compaction pour modéliser les procédés LCM	49
1.6 L	l'ensimage des fibres	50
1.6.1	Description	50
1.6.2	Rôle lors du préformage	51
1.7 S	Synthèse	53
CHAPITRI	E 2 TRAVAUX PRÉLIMINAIRES	56
2.1 P	Problématique et objectifs	56
2.2 N	Matériaux et système expérimental	56
2.2.1	Matériaux	56
2.2.2	Système expérimental	57
2.3 F	Fabrications sans préformage	59
2.3.1	Description du plan expérimental	59
2.3.2	Résultats	59
2.3.3	Étude du taux de vides	62
2.3.4	Étude de la zone sèche	62

2.4 Fabrications avec préformage67
2.4.1 Technique de préformage67
2.4.2 Caractérisation de l'effet du préformage sur la courbe de compaction
2.4.3 Caractérisation dans le moule de fabrication70
2.5 Caractérisation de l'effet du préformage sur le schéma de remplissage
2.6 Sélection d'un tackifiant compatible avec les matériaux Safran73
2.6.1 Mise en contexte
2.6.2 Matériaux utilisés74
2.6.3 Caractérisation rhéologique74
CHAPITRE 3 PRÉSENTATION DES ARTICLES ET COHÉRENCE AVEC LES OBJECTIFS
3.1 Article 1 : Creep compaction behavior of 3D carbon interlock fabrics with lubrication
and temperature77
3.2 Article 2 : Decompaction of preformed 3D carbon interlock fabric during the
manufacturing with the flexible injection process79
CHAPITRE 4 ARTICLE 1: CREEP COMPACTION BEHAVIOR OF 3D CARBON
INTERLOCK FABRICS WITH LUBRICATION AND TEMPERATURE
4.1 Introduction
4.2 Materials and experimental setup
4.2.1 Description of the 3D interlock fabrics
4.2.2 Creep behavior testing
4.2.3 Testing equipment
4.2.4 Fabric desizing
4.3 Results and discussion
4.3.1 Impact of lubrication at ambient temperature

4.3.2 Impact of temperature on dry fabrics	93
4.3.3 Combined effects	
4.3.4 Impact of fiber sizing	
4.4 Conclusion	103
CHAPITRE 5 ARTICLE 2 : DECOMPACTION OF PREFORMED 3D C	ARBON
INTERLOCK FABRIC DURING THE MANUFACTURING WITH THE FL	EXIBLE
INJECTION PROCESS	108
5.1 Introduction	
5.2 Materials and experimental setup	114
5.2.1 Materials	114
5.2.2 Experimental setup and procedures	115
5.3 Results and discussion	117
5.3.1 Non-tackified fabric behavior	117
5.3.2 Effect of preforming resin content	118
5.3.3 Effect of dilution ratio	119
5.3.4 Effect of preforming pressure	120
5.3.5 Combined case	
5.3.6 Through thickness impregnation of the tackifier	121
5.4 Analytical calculation of preform decompaction during resin infiltration	122
5.4.1 Description of the calculation	122
5.4.2 Results and discussion	
5.5 Conclusion	127
CHAPITRE 6 ADAPTATION DE LA STRATÉGIE DE PRÉFORMAGE	à la
FABRICATION DU CARTER LEAP	133
6.1 Problématique et objectifs	

6.1.1	Problématique	133
6.1.2	Objectifs	134
6.2 D	escription du système expérimental	134
6.2.1	Moule de fabrication	134
6.2.2	Système d'enroulement	136
6.2.3	Système de chauffage	138
6.2.4	Système d'acquisition des données	139
6.2.5	Système de préformage local	140
6.3 M	lesure d'épaisseur	141
6.4 D	escription des étapes de la fabrication et de la caractérisation d'une préforme.	146
6.5 D	escription du plan d'expériences	151
6.5.1	Matériaux utilisés	151
6.5.2	Plan d'expériences	152
6.6 R	ésultats de l'étude	153
6.6.1	Résultats sur les préformes à épaisseur constante	153
6.6.2	Résultats sur les préformes à épaisseur variable	157
6.6.3	Impact du type de pulvérisation sur l'aspect de surface de la préforme	160
6.7 Pi	réformage du carter échelle 1	162
6.7.1	Recommandations faites à la suite de l'étude sur l'échelle <sup>1</sup> / <sub>2</sub>	162
6.7.2	Stratégie de préformage utilisée	163
6.8 Li	ien avec les résultats du cas plan	164
CHAPITRE	E 7 DISCUSSION GÉNÉRALE ET RECOMMANDATIONS	166
7.1 D	éfinition de la stratégie de préformage	166
7.1.1	Sélection du tackifiant et de la stratégie d'application	166

7.1.2 Validation de la stratégie de préformage167
7.1.3 Effet de l'empilement de couches et de la tension d'enroulement sur le préformage
(cas du carter)169
7.1.4 Effet du préformage sur la qualité des composites170
7.2 Applications tirant profit de l'effet de la température sur le comportement en compaction
des renforts171
7.3 Mise en évidence du mouvement de l'ensimage lors de la compaction de renforts à haute
température171
CONCLUSION
BIBLIOGRAPHIE
ANNEXES

# LISTE DES TABLEAUX

Tableau 2-1 : Résultats des mesures du taux de fibres ( $V_f$ ), du taux de vides et du volume de la zone
sèche pour ce plan d'expériences61
Tableau 2-2 : Comparaison des plaques avec la résine originale et la résine reformulée (*).         66
Tableau 2-3 : Fabrications réalisées pour la comparaison du comportement en compaction avec et
sans préformage dans le moule71
Tableau 2-4 : Mélanges testés en rhéologie.    75
Tableau 6-1 : Résumé des $V_f$ moyens mesurés lors des différentes étapes de fabrication pour chaque
préforme à épaisseur constante154
Tableau 6-2 : Résumé des $V_f$ moyens mesurés lors des différentes étapes de fabrication pour chaque
préforme à épaisseur variable158

# LISTE DES FIGURES

Figure I-1 : Le moteur LEAP développé par CFM International1
Figure I-2 : Division du projet de recherche en trois étapes principales
Figure 1-1 : Étapes de fabrication avec le procédé RTM9
Figure 1-2 : Mécanisme de formation des porosités par emprisonnement mécanique à basse (a) et haute (b) vitesse d'imprégnation dans un renfort à double échelle de porosité (Ruiz et al., 2006)
Figure 1-3 : Étapes de la fabrication avec le procédé C-RTM (Simacek & Advani, 2005)12
Figure 1-4 : Étapes de fabrication avec le procédé d'infusion (Yang et al., 2011)14
Figure 1-5 : Étapes de fabrication du procédé IF16
Figure 1-6 : Premier moule d'injection flexible17
Figure 1-7 : Illustration du croisement des fluides (Briones, 2005)18
Figure 1-8 : Défaut obtenu lors de travaux de Daqoune (2007) avec des renforts tissés. L'écoulement va de la gauche vers la droite
Figure 1-9 : Système expérimental utilisé par Abdellaoui (2008), comprenant le moule de fabrication (a) et la machine de compaction (b)20
Figure 1-10 : Toit de Chevrolet Corvette à échelle réduite fabriqué en injection flexible (Abdellaoui, 2008)
Figure 1-11 : Plaque avec raidisseurs fabriquée en injection flexible (Rifay, 2010)21
Figure 1-12 : Carter de moteur d'avion à l'échelle ½ fabriqué en injection flexible (Ferreira Benevides, 2011)
Figure 1-13 : Plaque en marche d'escalier fabriquée en injection flexible (Causse, 2011)22
Figure 1-14 : Comparaison du comportement en compaction d'un renfort non préformé (en noir discontinu) avec celui d'un renfort préformé sous vide à -30 kPa (gris continu) et à -100 kPa (noir continu) (Causse, 2011)
Figure 1-15 : Tuyère de fusée fabriquée avec le procédé IF par Shebib Loiselle (2013)24

Figure 1-16 : Illustration de l'équilibre de Terzaghi sur une courbe de compaction typique de renfort fibreux
Figure 1-17 : Effet de la modification de la courbe de compaction dû au préformage sur l'équilibre de Terzaghi
Figure 1-18 : Porosités observées (en noir) avec un préformage en-dehors des torons (a) et dans les torons (b) (Shih et al., 2001)
Figure 1-19 : Renforts 3D obtenus par tissage (Mouritz et al., 1999) (a), tressage (Sun & Sun, 2004) (b), couture (Nie et al., 2008) (c) et tricot (Liu, Y. et al., 2006) (d)31
Figure 1-20 : Différents types de renforts 3D utilisant trois fils : l'interlock à travers l'épaisseur à angle (a), couche-à-couche à angle (b), à travers l'épaisseur orthogonal (c) et couche-à-couche orthogonal (d) (Ansar et al., 2011)
Figure 1-21 : Exemple de renfort 3D interlock couche-à-couche orthogonal utilisant deux fils (Gu & Zhili, 2002)
Figure 1-22 : Courbe de traction d'un composite avec renfort 3D interlock (Cox et al., 1996)35
<ul> <li>Figure 1-23 : Conséquences du comportement viscoélastique des renforts (le déplacement imposé en fonction du temps est en haut, la réponse du renfort en contrainte est en bas) : a) relaxation,</li> <li>b) dépendance à la vitesse de chargement, c) hystérésis (Bickerton et al., 2003)37</li> </ul>
Figure 1-24 : Mécanismes de réorganisation à différentes échelles d'un renfort multicouches : écrasement des torons (a), déformation des torons (b), glissement entre les couches (c) (Kruckenberg et al., 2008)
Figure 1-25 : Évolution du coefficient de friction instantané entre deux couches de tissu 2D de fibres de verre avec le temps lors d'un essai et calcul du coefficient de friction moyen (a) et évolution du coefficient de friction moyen lors de la répétition du même essai de friction (b) (Hivet et al., 2012)
Figure 1-26 : Validation du modèle de Toll (1998) sur des données de compaction expérimentales de la littérature, pour des renforts de type mats et tissés
Figure 1-27 : Représentation de Maxwell utilisée par (Kelly et al., 2006) pour modéliser le comportement viscoélastique d'un renfort

Figure 1-28 : Modélisation du renfort avant compaction (a) et après (b) avec le modèle basé sur des particules sphériques de Samadi et Robitaille (2014)45
Figure 1-29 : Comparaison de la force de compaction mesurée et estimée par le modèle (avec le détail des composantes de flexion et d'écrasement des torons) pour compacter cinq renforts différents à un $V_f$ de 58 % (Vernet & Trochu, 2016)
Figure 1-30 : Exemple de plateaux de compression permettant l'injection de résine pendant l'essai
(Yenilmez & Sozer, 2009) (a) et résultat de Bickerton et al. (2003) montrant l'évolution de la
force de fermeture du moule dans un essai à sec et un essai simulant une injection RTM (b).
Figure 1-31 : Observations MEB à grossissement x2000 de l'ensimage après préformage du renfort
permettant un bon maintien (a) et un moins bon (b) (Shih & Lee, 2001)52
Figure 2-1 : Vue de dessus du renfort de verre utilisé avec les fibres à $0^{\circ}(a)$ et vue de dessous avec
les fibres à 90° (b)
Figure 2-2 : Moule de fabrication
Figure 2-3 : Évolution des pressions dans le moule pendant une fabrication : injection de résine (1);
circulation du fluide de compaction (2); début de la compaction avec le piston (3);
solidification de la résine au port d'évent (4) puis au port d'injection (5)58
Figure 2-4 : Pièce fabriquée avec les paramètres de fabrication ( $P_c = 600$ kPa, $P_v = -95$ kPa et $V_f = 58$ %) ayant un bel aspect
Figure 2-5 : Pièce fabriquée avec les paramètres de fabrication ( $P_c = 600$ kPa, $P_v = 0$ kPa et $V_f =$
62 %) ayant la plus grande zone sèche observée dans ce plan d'expériences60
Figure 2-6 : Détection de frontières permettant la mesure de la taille de la zone sèche61
Figure 2-7 : Taux de vides en fonction de $P_r$ pour les plaques fabriquées avec $P_v = -95$ kPa62
Figure 2-8 : Illustration des évènements amenant à la formation de la zone sèche63
Figure 2-9 : Évolution du volume de la zone sèche avec $V_f$ (pièces fabriquées avec $P_c = 600$ kPa et
$P_v = -95$ kPa) (a) et avec $P_v$ (pièces fabriquées avec $P_c = 600$ kPa et $V_f = 62$ %) (b)65

Figure 2-10 : Photos des plaques avec résine originale (a) et résine reformulée (b) avec les mêmes
paramètres de fabrication ( $P_c = 600$ kPa, $V_f = 62$ %, $P_v = 0$ kPa)66
Figure 2-11 : Courbe de compaction relaxée du renfort non préformé
Figure 2-12 : Courbes de compaction relaxées du renfort non préformé et préformé à différents <i>V</i> <sub><i>f</i>,<i>p</i></sub>
Figure 2-13 : Comparaison du comportement en compaction du renfort préformé et non préformé dans le moule
Figure 2-14 : Comparaison du temps de sortie de la résine pour des pièces avec et sans préformage. 
Figure 2-15 : Synthèse des résultats de rhéologie sur les mélanges résine/diluants à 25 PHR76
Figure 4-1 : Example of a 3D interlock fabric (from [34])84
Figure 4-2 : Illustration of tow flattening and tow bending during fabric compaction85
Figure 4-3 : Temperature measured in the center of the fabric sample in experiments at $T_{test} = 160$ °C and $lc = 96\%$ for two heating ramps (compaction stage of the test is not shown)
Figure 4-4 : Evolution of the mass loss with time during TGA tests at 300 °C on IM7 fibers (a) and SEM image of the fiber with sizing (b) and after desizing (c)91
Figure 4-5 : Impact of <i>lc</i> on creep compaction behavior of fabric A tested at 25 °C (a) and on creep stabilization time and on initial and final creep fiber content ( $V_{f,0}$ and $V_{f,210}$ ) (b)
Figure 4-6 : Impact of temperature on creep compaction behavior of dry fabric A (a) and on creep stabilization time and on initial and final creep fiber content ( $V_{f,0}$ and $V_{f,210}$ ) (b)95
Figure 4-7 : Creep compaction curves of dry fabrics B and C tested at 25 °C and 160 °C (a), impact of flattening ratio on $\Delta V fT$ at beginning and end of the creep (b)
Figure 4-8 : Evolution of creep compaction curves of fabric A (a), of creep stabilization time and of initial and final creep fiber content ( $V_{f,0}$ and $V_{f,210}$ ) (b) with various compaction conditions. 

Figure 4-9 : Impact of fiber sizing on creep compaction behavior of dry fabric A tested at 25 $^{\circ}\mathrm{C}$
and 160 °C (a) and on creep stabilization time and on initial and final creep fiber content ( $V_{f,0}$
and <i>V</i> <sub><i>f</i>,210</sub> )102
Figure 5-1 : Description of Flexible Injection main manufacturing steps
Figure 5-2 : Illustration of events occurring during FI fabrication with non-preformed fabrics. 113
Figure 5-3 : Example of a 3D interlock fabric (from [38])114
Figure 5-4 : Diagram of the experimental setup
Figure 5-5 : Evolution of $\sigma_f$ and $V_f$ with time during a typical test on samples without tackifier and identification of test characteristic values
Figure 5-6 : Comparison of the decompaction behavior for various preforming strategies121
Figure 5-7 : Optical microscopy and macro images showing the presence of tackifier on the top of the first layer (a - c, respectively) and its absence on the bottom (b - d)
Figure 5-8 : Description of the simulation case (a) and example of fit of lubricated decompaction data (evolution of thickness gain with time for tests at $P_p = 350$ kPa, $rc = 1.5\%$ and $dr = 20$ PHR) (b)
Figure 5-9 : Calculated preform decompaction at the end of resin injection step with $P_p = 350$ kPa, $rc = 3.0\%$ and $dr = 100$ PHR (image strongly stretched in through-thickness direction to show decompaction)
Figure 5-10 : Preform shape at the end of resin injection step with various preforming strategies at $F_r = 40$ ml/min and $F_r = 250$ ml/min
Figure 6-1 : Évolution de l'épaisseur dans la largeur de la préforme du carter LEAP
Figure 6-2 : Vue éclatée du moule carter à demi échelle
Figure 6-3 : Machine d'enroulement du carter demi-échelle136
Figure 6-4 : Système de mesure monté sur la machine d'enroulement
Figure 6-5 : Système de chauffage ouvert avec le moule à l'intérieur139
Figure 6-6 : Schéma de l'emplacement des différents capteurs et ports de pressions140

Figure 6-7 : Clamp de maintien en configuration de préformage local sur le carter demi échelle.
141
Figure 6-8 : Détail des mesures et du calcul de l'épaisseur d'une préforme
Figure 6-9 : Courbes de hauteur et construction de la courbe d'épaisseur d'une préforme143
Figure 6-10 : Résultat typique de l'évolution du $V_f$ de la préforme sur 360° à différentes étapes. 
Figure 6-11 : Schéma montrant les différentes zones d'empilement de couches de tissu à l'endroit du recouvrement
Figure 6-12 : Courbe de température appliquée au renfort pour la cuisson locale
Figure 6-13 : Cycle de température et de pression appliqué pendant la compaction/cuisson de la préforme
Figure 6-14 : Cycle de température et de pression appliqué pendant le réchauffage de la préforme. 
Figure 6-15 : Préforme démoulée151
Figure 6-16 : Schéma de la coupe d'une largeur de tissu à épaisseur variable152
Figure 6-17 : Modification du moule carter ½ pour permettre l'enroulement de renfort à épaisseur variable (a) et résultat (b)
Figure 6-18 : État de surface de la préforme avec pulvérisation coque avant préformage (i.e.
tackifiant non polymérisé) (a) et après (tackifiant polymérisé) (b), avec pulvérisation continue avant préformage (c) et après (d)161
<ul> <li>tackifiant non polymérisé) (a) et après (tackifiant polymérisé) (b), avec pulvérisation continue avant préformage (c) et après (d)</li></ul>
<ul> <li>tackifiant non polymérisé) (a) et après (tackifiant polymérisé) (b), avec pulvérisation continue avant préformage (c) et après (d)</li></ul>

# LISTE DES SIGLES ET ABRÉVIATIONS

AEC	« Albany Engineered Composites »
appref	Après préformage
apréch	Après réchauffage
avpref	Avant préformage
β	Paramètre de courbure des fibres
$\beta_{WP}$	Paramètre de courbure des torons en direction chaîne (« warp »)
$\beta_{WT}$	Paramètre de courbure des torons en direction trame (« weft »)
C-RTM	Moulage par transfert de résine comprimé (« Compressed RTM »)
CFI	« Canada Foundation for Innovation »
CRSNG	Conseil de Recherches en Sciences Naturelles et en Génie
DGEBA	Diglycidyl Ether de Bisphenol A
DGEBF	Diglycidyl Ether de Bisphenol F
DMI/EMI	1,2-Dimethylimidazole + 2-Ethyl-4-Methylimidazole
$\Delta h$	Gain d'épaisseur de la préforme pendant le mouillage par la résine
$\Delta h_{e,c}$	Gain d'épaisseur d'un élément fini <i>e</i> dans la colonne <i>c</i> pendant le mouillage
dr	Taux de dilution (« <i>dilution ratio</i> »)
<i>d</i> <sub>rig-test</sub>	Déformation de la machine pendant un essai de compaction
$\Delta V_{f_{210}}$	Gain de taux de fibres total après 210 min de fluage
$\Delta V_{f_0}^{lc}$	Gain de taux de fibres obtenu grâce à la lubrification à l'eau en début de fluage
$\Delta V_{f_{210}}^{lc}$	Gain de taux de fibres obtenu grâce à la lubrification à l'eau après 210 min de fluage
$\Delta V_{f_0}^T$	Gain de taux de fibres obtenu grâce à la température en début de fluage
$\Delta V_{f_{210}}^{T}$	Gain de taux de fibres obtenu grâce à la température après 210 min de fluage

$\Delta V_{f,pref.}$	Gain de taux de fibres au préformage
$\Delta V_{f,r\acute{e}ch.}$	Perte de taux de fibres au réchauffage
E	Module d'Young
$F_{bending}$	Composante de la force de compaction d'un renfort dû à la flexion des torons
<i>F</i> flattening	Composante de la force de compaction d'un renfort dû à l'écrasement des torons
$F_g^*$	Caractéristique d'un renfort 3D
fill	Taux de remplissage d'un élément fini
$F_p$	Force de préformage
FQRNT	Fonds Québécois pour la Recherche sur la Nature et les Technologies
Fr	Débit d'injection de résine (« Flow rate »)
F <sub>test</sub>	Force appliquée sur un échantillon pendant un essai de compaction
F <sub>tot</sub>	Force de compaction totale du renfort
$F_{tWP}$	Force requise pour écraser un toron en direction chaîne (« warp »)
$F_{tWT}$	Force requise pour écraser un toron en direction trame (« weft »)
h	Hauteur ou épaisseur d'un échantillon
$h_c$	Hauteur ou épaisseur d'une colonne d'éléments finis dans le maillage
$h_{cav}$	Hauteur ou épaisseur de la cavité du moule
$h_{dry}$	Hauteur ou épaisseur l'échantillon après décompaction à chaud et à sec
$h_{fabric}$	Hauteur ou épaisseur corrigée de l'échantillon
h <sub>fab-test</sub>	Hauteur ou épaisseur non corrigée de l'échantillon
h <sub>moule</sub>	Hauteur du moule mesurée au palpeur
HP-RTM	Moulage par transfert de résine haute pression (« High Pressure RTM »)
hpref	Hauteur de la préforme mesurée au palpeur
$H_r$	Taux de chauffage (« <i>Heating rate</i> »)

IF/FI	Injection Flexible (« Flexible Injection »)
IM7	Type de fibre de carbone utilisée dans les renforts 3D étudiés
$K_i(V_f)$	Perméabilité du renfort mesurée dans la direction i à un taux volumique de fibres
Koc	Perméabilité de l'espace vide au-dessus de la préforme (« open cavity »)
$K_{p,i}$	Perméabilité de la préforme dans la direction i
l	Longueur d'un échantillon
lc	Taux de lubrification à l'eau (« lubrication content »)
<i>l</i> <sub>t</sub>	Caractéristique d'un renfort 3D
LCGD	Laboratoire de Composites à Grandes Dimensions
LCM	Procédés d'injection sur renfort (« Liquid Composite Molding »)
т	Masse d'eau dans un échantillon
MEB	Microscope Électronique à Balayage
MEK	Methyl Ethyl Ketone
$m_g$	Masse des fibres
MMA	Méthacrylate de Méthyle
$m_r$	Masse de résine de préformage
$m_t$	Masse de tackifiant
MTHPA	Méthyltétrahydrophtalique
n	Nombre d'éléments finis par colonne dans le maillage
NSERC	« Natural Sciences and Engineering Research Council of Canada »
$P_c$	Pression de compaction
PHR	Partie pour cent de résine (« Parts per Hundred of Resin »)
$P_p$	Pression de préformage
$P_r$	Pression dans la résine

$P_{v}$	Pression de vide
р <sub>WP</sub>	Pourcentage massique de fibres dans la direction chaîne (« warp »)
рwт	Pourcentage massique de fibres dans la direction trame (« weft »)
rc	Taux de résine de préformage (« resin content »)
$ ho_r$	Masse volumique de la résine
$ ho_s$	Masse surfacique d'un pli de renfort
$ ho_{v}$	Masse volumique du matériau constituant les fibres
$ ho_{water}$	Masse volumique de l'eau
r <sub>WP</sub>	Ratio de distribution des torons dans la direction chaîne (« warp »)
r <sub>WT</sub>	Ratio de distribution des torons dans la direction trame (« weft »)
RTM	Moulage par transfert de résine (« Resin Transfer Molding »)
$\sigma_{f}$	Contrainte effective sur les fibres
<b>O</b> f,r	Contrainte effective relaxée sur les fibres
SEM	« Scanning Electron Microscopy »
Stab. time	Temps de stabilisation du fluage
t	Temps
TGA	Thermogravimétrie
t <sub>inj</sub>	Temps d'injection de la résine
T <sub>test</sub>	Température de compaction
$V_{0}$	Volume des fibres avant compaction
$V_a$	Taux de fibres maximal
VARTM	Moulage par transfert de résine assisté par le vide (« Vacuum Assisted RTM »)
$V_{f}$	Taux volumique de fibres
$V_{f,0}$	Taux volumique de fibres en début de fluage

$V_{f,210}$	Taux volumique de fibres après 210 min de fluage
V <sub>f,ap.pref.</sub>	Taux volumique de fibres après préformage
V <sub>f,ap.</sub> réch.	Taux volumique de fibres après réchauffage
V <sub>f,av.pref.</sub>	Taux volumique de fibres avant préformage
V <sub>f,dry</sub>	Taux volumique de fibres après décompaction à chaud et à sec
V <sub>f,ini</sub>	Taux volumique de fibres initial
V <sub>f,lub</sub>	Taux volumique de fibres après décompaction à chaud et lubrifié
$V_{f,p}$	Taux volumique de fibres de préformage
Vol	Volume d'un échantillon
$Vol_m$	Volume de matrice dans un échantillon
$Vol_p$	Volume de porosité dans un échantillon
W	Largeur d'un échantillon (« width »)

### LISTE DES ANNEXES

ANNEXE A - CARACTÉRISATION DE L'IMPACT DE LA DILUTION SUR LES
PROPRIÉTÉS EN FLEXION À LA RUPTURE DE LA RÉSINE DE PRÉFORMAGE 190
ANNEXE B – VALIDATION DE LA SOLUTION DE PRÉFORMAGE LOCAL 195
ANNEXE C – CALCUL DE L'ERREUR DE MESURE DE L'ÉPAISSEUR DES PRÉFORMES
DU CARTER <sup>1</sup> / <sub>2</sub>
ANNEXE D – CALCUL DE LA QUANTITÉ DE TACKIFIANT DANS LE CARTER ½ 199

#### **INTRODUCTION**

#### Mise en contexte

Le groupe Safran, partenaire industriel de ce projet de recherche, est actuellement en processus d'industrialisation d'un nouveau moteur d'avion civil en partenariat avec General Electrics, sous le consortium CFM International. Ce moteur, montré sur la Figure I-1, est appelé LEAP et est destiné à équiper des avions de ligne moyen-courrier comme l'Airbus A320neo, le Boeing 737 MAX et le Comac C919 (Drouin & Hemberger, 2015). La principale innovation mise en place pour la fabrication de ce moteur réside dans l'utilisation de matériaux composites pour remplacer les alliages métalliques dans certaines pièces comme les aubes et le carter de soufflante. Ceci permet d'alléger le moteur d'environ 450 kg par rapport à son prédécesseur, le CFM56, de réduire sa consommation d'environ 15 % et de le rendre moins polluant (émissions de CO<sub>2</sub> et de NO<sub>x</sub> réduites d'environ 15 % et 50 % respectivement) (Drouin & Hemberger, 2015).



Figure I-1 : Le moteur LEAP développé par CFM International.

Pour aller plus loin, Safran innove en utilisant des tissus 3D pour renforcer les composites utilisés dans le moteur LEAP. Ces renforts sont développés depuis plusieurs dizaines d'années mais sont encore peu utilisés dans l'industrie, principalement parce qu'ils sont plus complexes à produire. Ces tissus ont pourtant de meilleures propriétés à l'impact que les 2D et sont plus adaptés à la fabrication de pièces épaisses, ce qui les rend particulièrement intéressants pour répondre aux

problématiques des aubes et du carter de soufflante. La mise en forme des pièces est de plus réalisée avec le procédé de moulage par transfert de résine (RTM), un des principaux procédés de fabrication de composite par moulage liquide (LCM). Ceci constitue encore une fois une avancée technologique, puisque ce procédé est rarement utilisé pour fabriquer des pièces de si grande dimension (la plus grande version de LEAP est équipée d'un carter de soufflante d'environ 1.9 m de diamètre). Au moment où ces lignes sont écrites, plus de 10 000 moteurs LEAP ont été commandés sous différentes versions. CFM International espère atteindre une capacité de production d'environ 1800 moteurs par an d'ici 2020 (Drouin & Hemberger, 2015), soit presque 5 moteurs par jour. Le défi est donc de taille pour ce qui concerne la production des pièces composite. En effet, il s'agit de fabriquer des pièces aux formes complexes, de grande dimension, avec des matériaux difficiles à mettre en œuvre, avec des critères de qualités stricts imposés par l'industrie aéronautique tout en assurant une cadence de production soutenue.

La chaire de recherche CRSNG-Safran sur les composites 3D pour l'aérospatial, détenue par le Professeur Ruiz à Polytechnique Montréal, intervient dans ce projet d'envergure. Le projet de recherche décrit dans cette thèse est réalisé au sein de cette chaire et concerne l'utilisation du procédé d'Injection Flexible (IF) pour fabriquer le carter de soufflante du moteur LEAP. En effet, cette possibilité est envisagée par Safran. L'avantage du procédé IF réside dans la manière dont la résine est injectée dans le renfort. En RTM, ce dernier est compacté à l'épaisseur de fabrication entre deux moules rigides, ce qui réduit fortement sa perméabilité et limite les vitesses d'imprégnation. Pour le procédé IF, le moule contient une cavité d'injection et le contre-moule contient une cavité de compaction. Ces deux cavités sont séparées par une membrane flexible. Durant l'injection de résine, soit le renfort est moins compacté (donc plus perméable) qu'en RTM, soit il existe un espace libre pour la circulation de la résine, ce qui permet des débits d'injection plus élevés. Un fluide de compaction incompressible est ensuite injecté dans la cavité de compaction pour terminer l'imprégnation de la résine dans le renfort. La consolidation du composite a lieu dans une étape subséquente en pressurisant le fluide de compaction. Ces particularités font que le procédé IF serait susceptible de permettre la production du carter plus rapidement qu'avec le RTM et avec une bonne qualité d'imprégnation et dimensionnelle.

Toutefois, la qualité et la répétabilité des fabrications avec le procédé IF dépend d'une étape de préformage encore peu comprise avec les matériaux (renfort et résine) utilisés pour fabriquer le carter. Cette étape préliminaire à la fabrication a pour but d'amener l'épaisseur et la forme du

renfort au plus proche de celles de la pièce finale en créant des liens mécaniques entre les fibres à l'intérieur du renfort. Pour cela, un tackifiant à base de résine est appliqué sur le renfort, ce dernier est drapé dans le moule de préformage, compacté et chauffé afin de polymériser ou fondre le tackifiant.

### Problématique

Les études précédentes réalisées sur le procédé IF ne permettent pas d'identifier précisément les phénomènes qui ont lieu pendant le préformage et la fabrication. Si ces connaissances permettent de définir une stratégie de préformage suffisante pour assurer une fabrication répétable et sans défaut, il n'est pas encore possible d'identifier l'impact de chaque paramètre de préformage sur la qualité de la pièce finale. Ceci empêche pour l'instant d'ajuster finement une stratégie de préformage à un cas de fabrication donné, d'autant plus avec les renforts 3D. Il faut aussi noter que le préformage est une étape non nécessaire à la fabrication du carter en RTM. Comme le temps de fabrication inclus le préformage, le procédé IF pourrait finalement s'avérer être moins rapide que le RTM. Pour limiter cet effet, il a été décidé de préformer le renfort directement dans le moule de fabrication, en compactant le renfort avec la membrane. Jusqu'à maintenant, le renfort était compacté à épaisseur fixée entre un moule et un contre-moule rigides. Dans le cas du carter, ceci implique un montage-démontage d'outillage de préformage ainsi qu'un chauffage-refroidissement nécessaires à cette étape. Les temps impliqués par ces étapes supplémentaires sont très longs du fait que l'outillage est de grande dimension. Préformer en utilisant la membrane et le contre-moule de fabrication permet donc de combiner l'étape de chauffage du moule et de préformage, la résine étant injectée immédiatement après la fin du préformage. Cette solution amène cependant plusieurs difficultés techniques, la principale étant qu'il faut connaitre le comportement en compaction du renfort pour savoir quelle pression appliquer lors du préformage pour le compacter à l'épaisseur voulue.

Il faut donc commencer par comprendre comment le renfort se compacte lorsqu'une pression constante est appliquée dessus et ce, en condition de préformage. Dans ce cas, le renfort est possiblement mouillé à l'eau et chauffé pour le sécher et polymériser le tackifiant. Ces deux paramètres sont susceptibles d'influencer le comportement en compaction du renfort, il faut donc les maitriser afin de déterminer quelle pression appliquer lors du préformage. Le rôle du préformage est d'assurer un patron de remplissage de la résine dans le renfort en imposant une épaisseur au renfort. Cependant, même un renfort préformé peut se décompacter lorsque la pression de préformage est retirée. Il est donc nécessaire de comprendre comment cette décompaction peut influencer la fabrication et trouver les paramètres de préformage nécessaires à un bon schéma d'imprégnation.

Pour finir, le cas de fabrication du carter est plus complexe que ceux rencontrés jusqu'à maintenant. En effet, pour cette pièce, la préforme est constituée de plusieurs plis de renfort 3D enroulés sous tension sur un mandrin cylindrique. La composante de tension est susceptible d'influencer le comportement en compaction du renfort lors du préformage, mais aussi son comportement en décompaction lors de la fabrication. Toutefois, cet effet n'est à priori pas encore étudié. Il ne sera pas caractérisé en détail dans ces travaux. De plus, la préforme du carter est constituée de plusieurs tissus ayant chacun un comportement en compaction différent. Or cette dernière est compactée à une pression de compaction uniforme lors du préformage. Il est donc nécessaire d'étudier comment cette particularité peut influencer les variations d'épaisseur pendant le préformage et la fabrication.

### Objectifs

Le projet de recherche présenté dans cette thèse est composé d'un volet scientifique et d'un volet industriel. Le premier consiste à identifier et caractériser les phénomènes qui ont lieu lors du préformage et de la fabrication en injection flexible afin d'en améliorer la compréhension. Le deuxième volet consiste à utiliser ces connaissances pour définir une stratégie de préformage adaptée à la fabrication du carter de moteur d'avion LEAP. Plusieurs objectifs ont été définis pour répondre aux deux volets de ce travail :

- 1. Caractériser la qualité d'imprégnation des pièces produites avec le procédé IF sans préformage puis valider comment l'étape de préformage l'influence.
- Sélectionner un tackifiant adapté aux matériaux (résine et renfort 3D) utilisés dans la fabrication du carter, qui sert de référence à l'étude, tout en respectant les limitations données par la certification de cette pièce.
- Améliorer la compréhension des phénomènes intervenant durant l'étape de préformage dans un cas d'étude simple plan, avec ces matériaux.
  - 3.1. Caractériser le comportement en compaction du tissu lors de cette étape, c'est-à-dire qu'il est compacté à pression fixée, mouillé à l'eau et chauffé à haute température.

- 3.2. Caractériser le comportement de la préforme pendant la fabrication, son évolution avec différents paramètres de préformage et estimer comment ces comportements peuvent affecter la fabrication.
- Développer une stratégie de préformage (i.e. un ensemble d'opérations et de paramètres de préformage) pour le cas plus complexe du carter, en se basant sur les caractérisations réalisées précédemment.

### Méthodologie

La méthodologie employée pour répondre aux objectifs énoncés précédemment est décrite dans la Figure I-2. Le projet a été divisé en 3 étapes principales, les deux premières constituent la partie scientifique du travail tandis que la partie industrielle est contenue dans la troisième. La première étape, constituée de 2 sous étapes, rassemble des travaux préliminaires destinés à poser les bases du projet de recherche. La caractérisation des performances du procédé IF en terme de qualité d'imprégnation sans préformage puis avec a d'abord été réalisée avec des matériaux simples pour répondre au premier objectif. La stratégie de préformage utilisée était basée sur les connaissances acquises par les précédents projets sur ce procédé. La deuxième sous-étape consistait à choisir un tackifiant adapté à une méthode d'application par pulvérisation et compatibles avec les matériaux (résine et renfort) utilisés pour fabriquer le carter, pour répondre au deuxième objectif. La deuxième étape du projet, divisée en deux sous-étapes, visait à améliorer la compréhension du préformage des renforts 3D interlock de carbone et son effet sur le procédé IF pour répondre au troisième objectif. Le comportement en compaction en fluage du renfort a d'abord été étudié dans une machine d'essai sur des échantillons de renfort (objectif 3.1). Le comportement de la préforme pendant la fabrication a ensuite été étudié en reproduisant des fabrications dans une machine d'essai (objectif 3.2). Des plateaux de compaction permettant l'injection de résine pendant l'essai ont été conçus et fabriqués pour cette étude. Les résultats expérimentaux ont ensuite été utilisés dans un calcul analytique afin d'estimer leur impact sur la fabrication en IF. La troisième et dernière étape de ce projet, concernant le développement d'une stratégie de préformage pour la fabrication du carter, a été réalisée en laboratoire sur un moule à échelle 1/2 et répond au quatrième objectif. Les résultats obtenus ont été utilisés pour énoncer des recommandations quant à la stratégie à adopter pour la pièce à échelle réelle.


Figure I-2 : Division du projet de recherche en trois étapes principales.

# Organisation de la thèse

Le premier chapitre comprend une revue de la littérature pertinente pour l'étude du préformage de renforts 3D pour la fabrication avec le procédé IF. Une revue des principaux procédés LCM est d'abord présentée afin d'introduire le procédé IF, ses caractéristiques et les principaux résultats le concernant. L'étape de préformage est ensuite présentée, les différentes méthodes utilisées ainsi que leur effet sur les procédés LCM et les composites est abordé. Le domaine des renforts 3D est ensuite détaillé, en différenciant les méthodes de fabrication des renforts utilisées ainsi que les propriétés intéressantes de ces tissus. Une dernière partie est consacrée à l'ensimage qui recouvre la majorité des fibres utilisées dans les composites car ce matériau influence fortement les comportements caractérisés dans cette étude.

Le chapitre 2 rassemble les travaux préliminaires sur la caractérisation des performances du procédé IF et la sélection du tackifiant. Le chapitre 3 introduit les articles soumis ou acceptés dans des revues scientifiques avec comité de lecture et les met en relation avec les objectifs de ce projet. Le corps du travail de recherche, répondant à la méthodologie présentée à la Figure I-2, est contenu dans les chapitres 4, 5 et 6. La partie sur la compréhension du préformage est décrite dans les chapitres 4 et 5. Le chapitre 4 contient un article scientifique sur la caractérisation du comportement en compaction en fluage de renforts 3D interlock de carbone et son évolution avec la lubrification à l'eau et la température. Le chapitre 5 comprend un article sur le préformage des renforts 3D interlock de carbone avec un tackifiant à base de résine époxy, pour la fabrication avec le procédé IF. Le chapitre 6 contient la description des travaux réalisés pour définir la stratégie de préformage

pour la fabrication du carter de soufflante du moteur LEAP avec le procédé IF. Avant de conclure, le chapitre 7 présente une discussion générale mettant en évidence le travail accompli, l'apport scientifique et technique de ce projet ainsi qu'un ensemble de recommandations pour des travaux futurs.

# Organisation de la recherche

Les travaux présentés dans ce document interviennent dans un projet de plus grande envergure, mandaté par le groupe Safran à Polytechnique Montréal, qui vise à démontrer la possibilité de fabriquer le carter de soufflante du moteur LEAP à échelle réelle avec le procédé FI de manière répétable.

Les recherches présentées dans cette thèse, intitulée « Préformage de tissus 3D interlock de carbone pour la fabrication de composites en injection flexible », sont dirigées par Louis Laberge Lebel et co-dirigées par Edu Ruiz, tous deux professeurs au département de génie mécanique de Polytechnique Montréal. Le projet est financé par le groupe Safran et par le Conseil de Recherches en Sciences Naturelles et en Génie (CRSNG) du Canada. La partie scientifique a été réalisée dans les locaux de la chaire à Polytechnique Montréal et donne lieu à la publication de deux articles soumis ou acceptés dans des revues scientifiques. La partie industrielle sur le carter à demi-échelle a été réalisée au Laboratoire de Composites à Grandes Dimensions (LCGD) de Polytechnique Montréal, dont les locaux sont communs à ERFT Composites. Cette entreprise a d'ailleurs fourni une partie du support technique lors de cette partie du projet. Le groupe Safran et un de ses sous-traitants, Albany Engineered Composites (AEC), ont aussi apporté leur soutien technique. Aucune publication n'a été réalisée sur cet aspect de la recherche pour des raisons de confidentialité.

# CHAPITRE 1 REVUE DE LITTÉRATURE

La revue de littérature présentée dans ce chapitre est divisée en six parties. Les principaux procédés d'injection sur renfort sont d'abord présentés afin de bien comprendre l'intérêt du procédé d'injection flexible, présenté en deuxième partie. Le préformage des renforts est alors abordé pour définir les phénomènes physiques qui régissent cette étape de fabrication. La quatrième partie concerne les renforts 3D. Les différentes techniques utilisées pour leur fabrication ainsi que les différences par rapports aux tissus 2D y sont présentées. La cinquième partie traite du comportement en compaction des renforts, phénomène très étudié pour comprendre les procédés LCM et l'étape de préformage. Finalement, la dernière partie traite de l'ensimage des fibres utilisées pour la fabrication de matériaux composites et de son rôle pendant le préformage et la fabrication.

# **1.1** Les procédés d'injection sur renfort

Les procédés de fabrication de matériaux composites utilisés dans l'industrie aéronautique ne cessent d'évoluer pour devenir plus rapides, moins couteux tout en assurant la qualité et la répétabilité des fabrications. Le procédé de drapage manuel, qui consiste à appliquer manuellement les couches de fibres et de résine sur un moule, a d'abord été utilisé. Il a été remplacé par l'utilisation de renforts pré-imprégnés (« prépregs »), placés à la main ou par une machine, ce qui permettait d'accélérer l'étape de drapage et de la rendre plus précise. L'empilement de prépregs était alors recouvert d'une bâche à vide et consolidé à haute pression et haute température dans un autoclave. Ce procédé, encore beaucoup utilisé aujourd'hui, est peu à peu remplacé par les procédés « hors autoclave ». En effet, cet outillage est dispendieux (Soutis, 2005), particulièrement pour des pièces de grandes dimensions. Les procédés LCM représentent une partie des procédés hors autoclave. Ils consistent à imprégner une résine liquide dans un renfort sec. Les principaux procédés LCM utilisés dans l'industrie sont présentés dans cette section.

## 1.1.1 Le RTM

Les principales étapes de la fabrication avec le procédé RTM sont détaillées dans la Figure 1-1. La préforme fibreuse est d'abord insérée dans le moule rigide. Le contre-moule, rigide lui aussi, est ensuite fermé en compactant la préforme à l'épaisseur de la pièce finale. La résine est alors injectée

dans la préforme par un ou plusieurs ports d'injection et l'imprègne de manière principalement longitudinale. L'injection est arrêtée quand la résine sort au(x) port(s) d'évent. Le moule est maintenu fermé le temps que la résine polymérise et solidifie (à haute température si besoin). La pièce est ensuite démoulée.





Mise en place de la préforme

Fermeture du moule



I Remplissage





Polymérisation Démoulage

Figure 1-1 : Étapes de fabrication avec le procédé RTM.

Ce procédé permet la fabrication de manière répétable de pièces à bas taux de vides, haut taux volumique de fibres ( $V_f$ ) et avec une bonne qualité dimensionnelle due à l'utilisation d'un moule rigide. Le RTM est utilisé dans l'industrie aéronautique (Soutis, 2005; Drouin & Hemberger, 2015) et automobile haut de gamme (Sloan, 2014; Lamborghini, 2016), mais aussi dans le loisir haut de gamme comme le cyclisme (BMC-Switzerland, 2014; TIME-Sport, 2016). Le procédé RTM est toutefois limité par les mécanismes d'imprégnation de la résine dans le renfort fibreux. En effet, pour une résine et une pression d'injection données, la vitesse d'imprégnation de la résine dépend directement de la perméabilité du renfort. Ce constat est illustré par la loi de Darcy, décrite dans l'équation suivante, qui est largement utilisée pour modéliser cet écoulement (Abrate, 2002; Pillai, 2004).

$$\vec{V} = -\frac{\widetilde{K}}{\phi\mu} (\nabla P - \rho \vec{g}) \tag{1.1}$$

où  $\vec{V}$  est le vecteur vitesse d'écoulement de la résine dans le renfort,  $\tilde{K}$  est le tenseur de perméabilité du renfort,  $\mu$  est la viscosité de la résine,  $\emptyset$  est la porosité du renfort,  $\nabla P$  est le gradient de pression dans la résine,  $\rho$  est la masse volumique de la résine et  $\vec{g}$  est le vecteur gravité. De plus, l'épaisseur du renfort (*e*) est reliée au taux volumique de fibres (*V<sub>f</sub>*) par l'équation suivante.

$$V_f = \frac{n \cdot \rho_s}{\rho_v \cdot e} \tag{1.2}$$

où *n* est le nombre de plis de renfort,  $\rho_s$  est la masse surfacique d'un pli de renfort et  $\rho_v$  est la masse volumique du matériau constituant les fibres du renfort. De plus, la perméabilité du renfort diminue lorsqu'il est compacté (Gauvin et al., 1996; Rudd et al., 1996). Il apparait donc que, pour un empilement de renfort et une pression d'injection donnés, la vitesse d'imprégnation en RTM diminue lorsque le  $V_f$  de fabrication augmente. Or il est intéressant de fabriquer des pièces à haut  $V_f$  car les propriétés mécaniques du composite dans une direction donnée augmentent généralement avec le  $V_f$ .

Pour pallier à cette limitation, il est possible d'augmenter la pression d'injection de résine. Toutefois, il faut augmenter la taille des moules et des systèmes de fermeture (des presses par exemple) en conséquence. Le coût de fabrication est alors augmenté lui aussi puisqu'un système de fabrication plus robuste coûte plus cher à fabriquer, à manipuler et à chauffer si besoin. De plus, augmenter la vitesse d'imprégnation dans un renfort tissé peut avoir pour conséquence la création de vides dans le composite par emprisonnement mécanique. Or les propriétés mécaniques d'un composite diminuent quand le taux de vides augmente (Costa et al., 2001; Chambers et al., 2006; Guo et al., 2006). Les mécanismes de création de vides par emprisonnement mécanique sont schématisés sur la Figure 1-2 (Ruiz et al., 2006).



Figure 1-2 : Mécanisme de formation des porosités par emprisonnement mécanique à basse (a) et haute (b) vitesse d'imprégnation dans un renfort à double échelle de porosité (Ruiz et al., 2006).

Les deux échelles de porosité d'un renfort tissé sont situées à l'échelle macroscopique entre les torons et à l'échelle microscopique à l'intérieur des torons. Lors de l'injection à basse vitesse, l'imprégnation est principalement due aux forces capillaires dans les torons et peut emprisonner des macro-vides entre les torons. À haute vitesse d'injection, les forces visqueuses dominent l'imprégnation entre les torons et peut emprisonner des vides dans les torons. Différents travaux ont donc consistés à définir des vitesses optimales d'imprégnation pour limiter la création de micro et macro-vides (Patel & Lee, 1995; Ruiz et al., 2006; Leclerc & Ruiz, 2008; LeBel et al., 2012). Cependant, ces vitesses optimales sont souvent lentes et non adaptées à des fabrications industrielles. Des opérations sont plutôt réalisées pour faciliter l'évacuation de ces porosités. Par exemple, l'application d'une pression de vide dans la cavité pendant l'injection permet de faciliter leur transport vers l'évent (Hayward & Harris, 1990; Kaynak et al., 2008). La réalisation d'une saignée en fin d'injection, c'est à dire laisser la résine s'écouler à l'évent pendant un temps donné, permet d'évacuer une partie des porosités transportées par l'imprégnation (Kuentzer et al., 2007). L'application d'une pression de consolidation, généralement plus élevée que la pression d'injection, lors de la polymérisation de la résine (quand le port d'évent est fermé) permet enfin d'écraser une partie des porosités résiduelles (Hamidi et al., 2005). Si ces méthodes permettent de rendre le RTM adapté à un large éventail de fabrications, elles peuvent tout de même rendre le procédé moins rapide et plus coûteux. Une alternative, appelée le RTM Haute Pression (HP-RTM), consiste à respecter les même étapes que le RTM, mais à des pressions d'injection environ 10 fois plus élevées (d'environ 1000 kPa à plus de 10 000 kPa). En plus de grandement accélérer les vitesses d'imprégnation, ceci à l'avantage d'écraser les porosités créées pendant la fabrication. Ce procédé est toutefois réservé à des applications pouvant justifier l'investissement dans des outillages très dispendieux, comme des productions à grande échelle dans l'industrie automobile.

# 1.1.2 Le moulage par transfert de résine comprimé (C-RTM)

Le C-RTM est une autre variante du RTM, créé pour répondre aux limitations concernant les vitesses d'imprégnation longitudinales. Les étapes de la fabrication sont détaillées sur la Figure 1-3. Comme en RTM, un moule et un contre-moule rigides sont utilisés. Après l'étape de drapage, le contre-moule est partiellement fermé, laissant un espace libre au-dessus de la préforme. La résine est alors injectée et circule majoritairement dans l'espace libre, beaucoup plus perméable que le renfort. Contrairement au RTM, une quantité précise de résine est injectée car elle détermine le V<sub>f</sub> de la pièce finale. Le contre-moule est alors totalement fermé, forçant ainsi l'imprégnation de résine dans le renfort majoritairement à travers l'épaisseur. La pièce est ensuite polymérisée et démoulée.



Mise en place de la préforme



moule

partielle du



Injection de la résine dans l'espace libre



Fermeture complète du moule



**Polymérisation** et démoulage

Figure 1-3 : Étapes de la fabrication avec le procédé C-RTM (Simacek & Advani, 2005).

L'avantage de ce procédé par rapport au RTM vient de la différence de méthode d'imprégnation. Tout d'abord, la résine peut être injectée dans la zone libre à des débits beaucoup plus élevés que dans un renfort comprimé et ce, sans créer de porosités par emprisonnement d'air. L'imprégnation transverse du renfort est aussi plus rapide que l'imprégnation longitudinale du RTM, même si la perméabilité transverse des tissus est en général 10 fois plus faible dans la direction longitudinale (Weitzenböck et al., 1998; Ballata et al., 1999). En effet, la distance à parcourir par la résine est généralement plus faible en imprégnation transverse car l'épaisseur de la pièce plus est plus faible que ses longueurs caractéristiques. Le C-RTM est donc plus rapide mais, comme le HP-RTM, ce procédé est limité par son coût d'opération élevé. En effet, les pressions requises pour fermer le contre-moule dans des temps de fabrication compétitifs sont élevées et impactent encore une fois le coût d'outillage. De plus, ce procédé peut être difficile à adapter à la fabrication de pièces aux géométries complexes à cause de l'étape de fermeture et d'imprégnation conjointes.

## 1.1.3 L'infusion

Le procédé d'infusion diffère du RTM et de ses variantes par l'utilisation d'un seul moule rigide, le contre-moule étant flexible, comme une bâche à vide ou une membrane. L'imprégnation de la résine dans le renfort se fait par l'action seule d'une pression de vide. Le détail du système expérimental ainsi que les étapes de fabrication sont détaillés dans la Figure 1-4.

Le pot de résine est relié au(x) port(s) d'injection et la pompe à vide au(x) évent(s). La préforme est drapée sur le moule et est recouverte du moule flexible. Des couches supplémentaires sont souvent utilisées pour faciliter l'imprégnation (média de distribution) ou le démoulage (tissu d'arrachage ou « *peel ply* »). La pression de vide est ensuite appliquée alors que le port d'injection est fermé, pour évacuer l'air et compacter le renfort sec. Le port d'injection est alors ouvert et la résine imprègne le renfort longitudinalement. L'injection est arrêtée quand la résine atteint le(s) port(s) d'évent.



Figure 1-4 : Étapes de fabrication avec le procédé d'infusion (Yang et al., 2011).

L'avantage principal du procédé d'infusion vient de son coût d'opération inférieur à celui du RTM, dû à l'utilisation d'un contre-moule flexible et à la faible pression d'imprégnation utilisée (maximum 100 kPa). Cet avantage rend l'infusion utilisable pour la fabrication de pièces composite de très grandes dimensions comme des ailes d'avion (Drycomposites, 2013) ou des pales d'éolienne (Jansen, 2010). L'imprégnation de résine est par contre plus lente qu'en RTM, ce qui le rend peu adapté pour des applications qui requièrent une forte productivité. Ce procédé peut aussi engendrer des variations d'épaisseur dans la pièce finale à cause de l'utilisation d'un contre-moule flexible (Li et al., 2008; Yenilmez et al., 2009; Govignon et al., 2010).

# **1.2** Le procédé d'injection flexible

Le procédé d'injection flexible, décrit dans cette section, est un procédé LCM qui a été créé pour fabriquer des pièces à haute performance, à des cadences de production élevées et à un coût modéré. Il a été conçu en prenant en compte les avantages et les inconvénients des procédés classiques précédemment décrits.

### **1.2.1** Principe de fonctionnement

Le procédé d'injection flexible met en commun la rapidité de fabrication du C-RTM avec la simplicité et le coût d'utilisation des procédés à paroi flexible. Plus précisément, le système de fabrication est illustré sur la Figure 1-5. Il est constitué d'une membrane flexible placée entre deux moules rigides, ce qui crée deux cavités. La cavité inférieure contient initialement la préforme fibreuse sèche alors que la cavité supérieure est vide. Pour commencer, une pression de vide est appliquée dans les deux cavités (1) puis une quantité contrôlée de résine est injectée dans la cavité inférieure (2). Cette quantité définit la fraction volumique de fibres ( $V_f$ ) du composite final, comme en C-RTM. Lors de l'injection, la résine imprègne partiellement le renfort et va principalement se loger dans l'espace disponible entre la préforme et la membrane en poussant cette dernière contre le moule supérieur, de la même manière qu'en C-RTM. Une fois l'injection de la résine terminée, le port d'injection est fermé et un fluide de compaction incompressible est injecté dans la cavité supérieure (3). Le front du fluide de compaction pousse alors la résine vers l'évent et termine l'imprégnation à travers l'épaisseur de la préforme. Le port d'évent est fermé dès que la résine sort pour s'assurer de la quantité de résine dans le moule. Enfin, une pression statique, appelée pression de compaction ( $P_c$ ), est appliquée pendant la polymérisation de la pièce. Cette dernière étape est appelée la consolidation et n'influence par le  $V_f$  du composite car la résine est théoriquement incompressible. Elle est particulièrement efficace avec le procédé IF car la pression de compaction est appliquée sur toute la surface du composite, ce qui n'est pas le cas en RTM.



Figure 1-5 : Étapes de fabrication du procédé IF.

## 1.2.2 Développements passés

L'injection flexible est une technique brevetée (Ruiz & Trochu, 2011) dont le développement a déjà requis plusieurs travaux de maîtrise et de doctorat. Tous ces projets ont été réalisés à Polytechnique Montréal et étaient principalement expérimentaux, sauf un qui s'est concentré sur la modélisation du procédé. Les premiers travaux sur le procédé ont été réalisés sur un moule dont la partie supérieure était transparente pour permettre l'observation du remplissage des cavités d'injection et de compaction (Figure 1-6).



Figure 1-6 : Premier moule d'injection flexible.

Briones (2005), un des premiers à travailler sur le procédé, a caractérisé l'influence des paramètres du procédé et des matériaux sur le temps de remplissage. Aucune pièce composite n'a été fabriquée lors de ce projet puisque la résine a été remplacée par de l'huile de silicone aux propriétés physiques équivalentes. Le renfort utilisé était un mât de fibres de verre, la matrice et le fluide de compaction étaient injectés avec des pots de pression et chaque essai était filmé pour connaitre l'avancée du front des fluides ainsi que le temps de remplissage. Le principal résultat de ce travail est que le temps de remplissage est fortement influencé par la viscosité et la pression d'injection des différents fluides. Les temps de remplissage mesurés par Briones étaient jusqu'à cinq fois plus rapides que leur équivalent en RTM, montrant le fort potentiel de la méthode de fabrication. Toutefois Briones a identifié une particularité qui apparaissait pour certains paramètres de fabrication. Lors de la phase d'injection du fluide de compaction, il se peut que le front de ce dernier dépasse celui de la résine. Ce phénomène est appelé croisement des fluides. Après ce point, l'imprégnation n'est plus transverse mais longitudinale puisque la membrane flexible compacte le renfort sec (Figure 1-7) ce qui augmente le temps d'imprégnation et peut créer des hétérogénéités d'épaisseur dans le composite. Dans ses recommandations finales, Briones a identifié certains paramètres pouvant limiter ce phénomène comme la viscosité des fluides ou les épaisseurs des cavités et de la préforme.



Figure 1-7 : Illustration du croisement des fluides (Briones, 2005).

Parallèlement à Briones, Touraine (2005) a consacré sa maîtrise à la modélisation du procédé d'injection flexible par éléments finis. Ce travail a utilisé une représentation simplifiée ne prenant pas la membrane en compte, ni le comportement viscoélastique du renfort. La concordance des temps d'imprégnation simulés avec les résultats expérimentaux de Briones est assez moyenne en raison des simplifications et de la difficulté générale à modéliser le procédé, même en deux dimensions. Aucune tentative d'amélioration ou d'autre modélisation n'a d'ailleurs été faite depuis. Toutefois, le résultat de Briones selon lequel le temps d'injection diminue lorsqu'on augmente la viscosité du fluide de compaction et sa pression d'injection a été retrouvé grâce aux simulations. Finalement, ce travail a aussi mis en évidence le croisement des fluides mais aucune étude paramétrique n'a été réalisée pour montrer comment l'éviter.

Allard (2006) a poursuivi les travaux de Briones sur le moule transparent et a fabriqué les premières pièces composites avec le procédé en cherchant toujours à caractériser sa rapidité et, cette fois, la variabilité d'épaisseur des pièces. Il a utilisé une résine thermodurcissable et un renfort en mat de fibres de verre qu'il a préformé par pulvérisation. Il a d'ailleurs trouvé que le préformage permet

de changer l'épaisseur de la préforme pour libérer un espace entre cette dernière et la membrane, ce qui permet à la résine de s'écouler rapidement vers l'évent et donc de diminuer le temps d'injection. Il a de plus utilisé le cyclage à grande amplitude du fluide de compaction pour encore diminuer le temps d'injection qui était 8 fois plus rapide que l'équivalent dans le procédé RTM dans le meilleur des cas. Comme ses prédécesseurs, Allard a été confronté au phénomène de croisement des fluides qu'il n'a pas résolu. Il a seulement montré que l'épaisseur des pièces diminue fortement après ce croisement.

Le dernier projet pour lequel le moule transparent a été utilisé est la maîtrise de Daqoune (2007), où il a fabriqué des pièces avec un renfort tissé en fibres de verre. Toujours dans la même optique, il a trouvé que le temps d'injection avec des tissés peut être jusqu'à 35 fois plus rapide en injection flexible qu'en RTM. Daqoune a expliqué cette différence par le fait que l'imprégnation de la préforme par la résine est principalement réalisée à travers l'épaisseur. En effet, la résine injectée circule au-dessus de la préforme en l'imprégnant très peu. C'est alors l'injection du fluide de compaction qui provoque l'imprégnation rapide du renfort à travers son épaisseur. À titre de comparaison, l'imprégnation en RTM est longitudinale sur toute la longueur de la pièce. Toutefois, les pièces obtenues présentaient parfois des défauts sous forme de zone sèche sur leur face inférieure. Daqoune expliquait que ce défaut résulte d'une progression trop rapide de la résine audessus de la préforme, qui emprisonne une quantité d'air en arrivant à l'évent, comme illustré sur la Figure 1-8.



Figure 1-8 : Défaut obtenu lors de travaux de Daqoune (2007) avec des renforts tissés. L'écoulement va de la gauche vers la droite.

Finalement, Daque a exploré plusieurs pistes, sans succès, pour éviter ce défaut comme changer la pression de vide dans la cavité d'injection, modifier la viscosité du fluide de compaction ou encore mettre des obstacles dans la cavité de compaction.

Les observations d'Allard sur l'intérêt du cyclage du fluide de compaction ont été approfondies dans les travaux d'Abdellaoui (2008). Ce dernier a conçu et fabriqué un nouveau système expérimental illustré sur la Figure 1-9. Le montage complet comprend un moule en aluminium à cavité rectangulaire et une machine de compaction permettant le chauffage, le refroidissement et l'injection sous une pression cyclique du fluide de compaction. Le système permet d'enregistrer les valeurs de pression et de température du fluide de compaction et de la résine pendant la fabrication.



Figure 1-9 : Système expérimental utilisé par Abdellaoui (2008), comprenant le moule de fabrication (a) et la machine de compaction (b).

Abdellaoui a constaté que la pulsation du fluide de compaction permet de diminuer l'épaisseur des plaques et la variabilité de leur épaisseur tout en diminuant les temps d'injection. Il a de plus prouvé que le contrôle en température du fluide de compaction permet non seulement de réduire les gradients de température dans le composite, mais aussi d'accélérer le temps de fabrication en participant au chauffage et au refroidissement du moule. La dernière partie du projet visait à démontrer la possibilité d'utiliser ce procédé pour fabriquer une pièce de géométrie complexe, à savoir un toit d'automobile à échelle réduite (Figure 1-10).



Figure 1-10 : Toit de Chevrolet Corvette à échelle réduite fabriqué en injection flexible (Abdellaoui, 2008).

Rifay (2010) a ensuite étudié la fabrication de plaques auto-raidies utilisées sur les fuselages d'avions commerciaux. La principale difficulté de cette pièce résidait dans la fabrication des arêtes vives sur les raidisseurs (Figure 1-11). Le choix d'un renfort ayant une bonne drapabilité ainsi que l'utilisation d'une membrane tridimensionnelle ayant la forme du raidisseur ont permis de réussir cette fabrication.



Figure 1-11 : Plaque avec raidisseurs fabriquée en injection flexible (Rifay, 2010).

Par la suite, un carter de moteur d'avion à l'échelle ½, montré à la Figure 1-12, a été fabriqué par Ferreira Benevides (2011). Ce projet était le premier visant à fabriquer une pièce de cette taille, il a donc fallu concevoir et fabriquer l'outillage requis pour l'injection flexible. Le succès de cette fabrication a permis de lancer d'autres projets d'envergure avec le procédé d'injection flexible.



Figure 1-12 : Carter de moteur d'avion à l'échelle ½ fabriqué en injection flexible (Ferreira Benevides, 2011).

En parallèle avec ces travaux, la thèse de Causse (2011) visait à démontrer la possibilité de fabriquer des pièces à forte courbure. Des plaques en forme de marche d'escalier, montrées à la Figure 1-13, comprenant deux zones courbées à 90° ainsi qu'une partie verticale ont été fabriquées. Ce genre de pièce est difficile à réaliser avec le procédé RTM puisque la fermeture du moule a tendance à déformer, déplacer ou pincer le renfort.





La principale difficulté de cette fabrication réside dans l'accumulation de résine dans les angles qui a été résolu grâce au préformage. Comme dans les projets précédents, le préformage était réalisé en pulvérisant un tackifiant à base de résine sur chaque face de chaque couche de renfort avec un pistolet à peinture. Causse a cherché à caractériser le procédé au niveau des contraintes résiduelles emprisonnées dans le composite, particulièrement dans les zones courbées. De plus, l'impact du préformage sur le procédé a été étudié pour la première fois en montrant une modification du comportement en compaction du renfort (Figure 1-14).



Figure 1-14 : Comparaison du comportement en compaction d'un renfort non préformé (en noir discontinu) avec celui d'un renfort préformé sous vide à -30 kPa (gris continu) et à -100 kPa (noir continu) (Causse, 2011).

Sur cette figure, il est possible de voir que les courbes de compaction (i.e. l'évolution de la contrainte appliquée sur le renfort en fonction de son taux de fibres) des renforts préformés sous vide à 30 kPa (courbe grise continue) et à 100 kPa (courbe noire continue) sont différentes de celle du même renfort non préformé (courbe noire discontinue). Plus particulièrement, les courbes de compaction des renforts préformés et non-préformé se croisent à un taux de fibres (ou épaisseur) correspondant au taux de fibres de préformage (59 % pour la courbe noire, 53 % pour la grise). Ce résultat est très important, puisque changer le comportement en compaction du renfort revient à modifier l'équilibre des pressions dans le composite pendant la consolidation (voir section 1.2.3). Cependant, ces résultats sont limités à un préformage à des pressions faibles (jusqu'à une pression de vide de 100 kPa) et nécessitent des essais à des pressions plus élevées pour être confirmés.

Le projet de Shebib Loiselle (2013) visait à démontrer la possibilité de réaliser une tuyère de fusée avec le procédé IF. Tout comme Ferreira Benevides (2011), il a dû concevoir un système de

fabrication complet pour permettre la mise en forme de pièces comme celle montrée sur la Figure 1-15. Les difficultés de cette fabrication venaient du fait que la pièce est de grande dimension et très épaisse et utilisait une résine difficile à mettre en œuvre. De plus, le renfort utilisé était très difficile à compacter. Il a donc été nécessaire de développer un outillage de préformage spécifique monté dans une presse de grande capacité. En effet, la force requise sur l'outillage pour compacter le renfort à l'épaisseur requise était de l'ordre de 300 kN.



Figure 1-15 : Tuyère de fusée fabriquée avec le procédé IF par Shebib Loiselle (2013).

## 1.2.3 L'équilibre de consolidation

La phase de consolidation (Figure 1-5, étape 4) est la même pour tous les procédés à paroi flexible ou tout autre procédé où une contrainte est appliquée sur le composite pendant sa consolidation (comme le C-RTM par exemple). Pour modéliser cette étape, la loi de Terzaghi est communément utilisée lorsque l'équilibre des pressions est atteint dans la cavité (i.e. quand plus aucun mouvement de résine n'est possible). Cette loi vient de la mécanique des sols et s'écrit :

$$P_c = P_r + \sigma_f \tag{1.3}$$

où  $P_c$  est la pression de compaction appliquée sur la paroi flexible,  $P_r$  est la pression dans la résine et  $\sigma_f$  la contrainte effective appliquée sur le renfort fibreux. Cette équation est utilisée dans la simulation de différents procédés tels que l'infusion (Acheson et al., 2004; Correia et al., 2005; Joubaud et al., 2005; Bayldon & Daniel, 2009), l'autoclave (Kardos et al., 1986; Young, 1995) et l'IF (Causse et al., 2013). Cette loi est illustrée sur la Figure 1-16 à l'aide d'une courbe de compaction typique d'un renfort qui représente l'évolution de  $\sigma_f$  en fonction de  $V_f$ .



Figure 1-16 : Illustration de l'équilibre de Terzaghi sur une courbe de compaction typique de renfort fibreux.

Cette figure permet de comprendre que l'équilibre dépend d'une part de deux paramètres procédé,  $V_f$  et  $P_c$ , et d'autre part d'un paramètre matériau qui est la courbe de compaction du renfort fibreux. Connaître cette courbe permettrait donc de prédire les différentes pressions impliquées pendant la consolidation.

# 1.3 Le préformage

### 1.3.1 Description

Le préformage sert à fabriquer une préforme de fibres sèches qui sera placée dans le moule de fabrication en LCM. Le but est donc de réaliser une préforme ayant une forme et une épaisseur proche de la pièce finale pour qu'elle s'insère facilement dans le moule. Il existe des méthodes fabrication permettant d'obtenir des préformes à partir de fibres ou de torons, comme le tissage ou le tressage par exemple. Dans cette section, une méthode de préformage particulière est décrite, qui consiste plutôt à obtenir une préforme à partir de tissus déjà existants, mais n'ayant pas une forme ou une épaisseur proche de la pièce finale. Pour cela, des liens solides sont créés aux contacts entre les fibres à l'intérieur du renfort à l'aide d'un tackifiant. Concrètement, préformer un tissu consiste à appliquer le tackifiant sur sa surface, draper les plis de renfort tackifié dans un moule de préformage, compacter le renfort, le chauffer à haute température et démouler la préforme. Le tackifiant peut être à base de résine thermoplastique (Chen, J. et al., 1996; Knight et al., 1996; Rohatgi & Lee, 1997; Tanoğlu et al., 2001; Tanoğlu & Tuğrul Seyhan, 2003a, 2003b; Brody & Gillespie, 2005; Aranda et al., 2009, 2011) ou thermodurcissable (Rohatgi & Lee, 1997; Hillermeier & Seferis, 2001; Shih & Lee, 2001; Shih et al., 2001; Estrada et al., 2002; Brody & Gillespie, 2005; Causse et al., 2013). Dans le premier cas, le chauffage lors du préformage sert à liquéfier le tackifiant pour qu'il pénètre dans le tissu, créant ainsi des liens solides entre les fibres après refroidissement. Dans le deuxième cas, la chaleur sert à polymériser le tackifiant. Ce dernier peut être sous forme de voile de résine inséré entre les couches de renfort (Aranda et al., 2009, 2011), de poudre saupoudrée sur le tissu ou dissoute (dans de l'eau ou dans un solvant) et pulvérisée sur le tissu (Chen, J. et al., 1996; Knight et al., 1996; Hillermeier & Seferis, 2001; Shih & Lee, 2001; Shih et al., 2001; Tanoğlu et al., 2001; Tanoğlu & Tuğrul Seyhan, 2003a, 2003b; Brody & Gillespie, 2005; Aranda et al., 2011), ou finalement de résine liquide pulvérisée sur le tissu (Hillermeier & Seferis, 2001; Causse et al., 2013). La quantité de tackifiant généralement utilisée dans ces études représente entre 3 wt% et 14 wt% (pourcentage de la masse du tissu). Dans ce document, la notion de stratégie de préformage fera référence à un ensemble comprenant les opérations et les paramètres de préformage ainsi que le tackifiant utilisé.

## 1.3.2 Performances du préformage

Le but du préformage étant de fixer l'épaisseur et la forme d'un renfort, la performance d'une stratégie de préformage peut être jugée en caractérisant les changements de ces deux paramètres lors du stockage, du transport et de la fabrication. Tout d'abord, un changement de forme est généralement associé à une mauvaise adhésion entre les plis du renfort qui permettrait un glissement inter-pli. Différents auteurs ont donc caractérisé la résistance à l'arrachage de deux plis préformés avec du tackifiant. Il a été montré qu'augmenter la quantité de tackifiant thermoplastique donne une meilleure résistance à l'adhésion (Tanoğlu et al., 2001; Tanoğlu & Tuğrul Seyhan, 2003b). Brody et Gillespie (2005) ont pour leur part mesuré de meilleures propriétés à l'adhésion avec un tackifiant thermodurcissable qu'avec un thermoplastique. Selon eux, cela vient de fait que le thermodurcissable réagit chimiquement avec l'ensimage qui recouvre les fibres alors que le thermoplastique se contente de coller. Un changement d'épaisseur de la préforme, appelé décompaction dans ce document, apparaît quand la force exercée par le renfort comprimé pour retourner à son épaisseur naturelle dépasse la force de support apportée par le préformage (notamment grâce aux liens créés entre les fibres avec le tackifiant) (Rohatgi & Lee, 1997). Certains auteurs ont montré qu'un préformage qui favorise le placement du tackifiant à l'intérieur du toron (appelé intra-toron) permet un meilleur contrôle de la décompaction que lorsqu'il est placé entre les torons (inter-toron) (Rohatgi & Lee, 1997; Shih et al., 2001; Aranda et al., 2011). Comme le tackifiant pénètre dans le toron grâce aux phénomènes de capillarité, un préformage intra-toron est possible avec un tackifiant ayant des propriétés fluidiques favorables (faible viscosité et petit angle de contact avec la fibre) (Rohatgi & Lee, 1997). Pour un tackifiant donné, il a aussi été montré qu'un cycle de chauffage rapide à haute température permettait favoriser son imprégnation au cœur des torons. À l'inverse, un cycle lent à plus basse température le plaçait en-dehors du toron (Shih & Lee, 2001; Shih et al., 2001). La vitesse de chauffage viendrait en effet influencer la viscosité du tackifiant avant sa solidification.

### 1.3.3 Effet du préformage sur les procédés LCM

Le préformage est une étape de fabrication aussi utilisée pour améliorer certaines performances des procédés LCM. Par exemple, cela peut être vu comme un moyen d'accroitre la productivité (Shih & Lee, 2001). En effet, comme l'étape de préformage est souvent plus courte que la fabrication, plusieurs préformes peuvent être produites dans un outillage dédié et en parallèle de la fabrication,

puis stockées pour une utilisation ultérieure. Par ailleurs, Shih et al. (2001) ont montré que des pièces fabriquées avec le procédé d'infusion et une étape de préformage avaient des taux des vides plus bas, moins de variations d'épaisseur et de meilleures propriétés mécaniques que sans. L'effet du préformage sur le procédé FI a notamment été montré par Causse et al. (2013) sur la fabrication de pièces fortement courbées. Ils ont réduit les accumulations de résine observées dans la zone de courbure car, selon eux, préformer a permis de forcer le renfort à épouser le moule dans cette zone. Ils ont aussi prouvé que le préformage modifie le comportement en compaction des renforts, comme montré précédemment sur la Figure 1-14. Ce phénomène influence l'étape de consolidation des procédés à paroi flexible ainsi que le C-RTM. En effet, ils ont montré que préformer permet de réduire, à un  $V_f$  donné, la composante de la pression totale reprise par les fibres ( $\sigma_f$ ). Comme illustré sur la Figure 1-17, ceci a pour conséquence d'augmenter  $P_r$ , selon la loi de Terzaghi (équation 1.3) et contribue notamment à diminuer le taux de vides dans les pièces (Olivier et al., 1995; Thomas et al., 1997; Hamidi et al., 2005; Liu, L. et al., 2006).



Figure 1-17 : Effet de la modification de la courbe de compaction dû au préformage sur l'équilibre de Terzaghi.

Le préformage peut aussi diminuer les performances des procédés LCM par deux mécanismes principaux. Le premier vient du fait que le tackifiant bouche des canaux de remplissage dans le

renfort. Un préformage inter-toron est alors susceptible de diminuer la perméabilité du renfort (Rohatgi & Lee, 1997; Shih & Lee, 2001; Estrada et al., 2002), ce qui ralentirait l'imprégnation par rapport au même renfort non préformé et pourrait créer des macro-porosités, comme montré sur la Figure 1-18a (Shih et al., 2001). Ceci viendrait accentuer le fait qu'un renfort préformé est plus compacté et donc déjà moins perméable. Un préformage intra-toron affecterait peu la perméabilité du renfort mais diminuerait sa mouillabilité, ce qui peut amener à la création de micro-porosités, comme montré sur la voir Figure 1-18b (Rohatgi & Lee, 1997; Shih et al., 2001).



Figure 1-18 : Porosités observées (en noir) avec un préformage en-dehors des torons (a) et dans les torons (b) (Shih et al., 2001).

Le deuxième mécanisme identifié dans la littérature est la dissolution du tackifiant dans la matrice lors de l'injection de résine. Ceci a pour effet d'augmenter sa viscosité (Chen, J. et al., 1996; Tanoğlu & Tuğrul Seyhan, 2003a), de diminuer sa température de transition vitreuse (Tanoğlu et al., 2001) et de diminuer ses propriétés mécaniques (Rohatgi & Lee, 1997). Ce phénomène est susceptible d'apparaître avec des tackifiant thermoplastiques, lorsque la température d'injection est supérieure à la température de fusion du tackifiant. Si le tackifiant se dissout dans la matrice, les bénéfices du préformage sur le procédé sont perdus (Rohatgi & Lee, 1997).

### 1.3.4 Effets sur les propriétés mécaniques du composite

Le préformage est susceptible de réduire les propriétés mécaniques du composite puisqu'il consiste à placer, en différents endroits, du tackifiant en lieu et place de la matrice. La qualité de l'adhésion entre le tackifiant et la matrice, couplé avec d'autres paramètres comme la quantité de tackifiant, devrait donc influencer les propriétés mécaniques de la pièce finale. Cette idée est avancée par White et al. (1998) dans un brevet protégeant une technique de préformage particulière. Ils conseillent donc d'utiliser un tackifiant chimiquement compatible avec la matrice d'injection. Ils proposent de plus de réaliser une co-polymérisation du tackifiant et de la matrice, c'est à dire de ne pas polymériser complètement le tackifiant lors de l'étape de préformage pour qu'il finisse de polymériser en même temps que la résine. Ceci permettrait aux deux constituants de créer des liens chimiques plus résistants. Ils proposaient par exemple d'appauvrir le tackifiant thermodurcissable en catalyseur et d'enrichir la résine à proportions stœchiométriques gardées. Il serait aussi possible de le faire un modifiant le cycle de chauffage appliqué lors du préformage.

Différents résultats mettant en évidence l'impact du préformage sur les propriétés mécaniques du composite sont disponibles dans la littérature. Ils ne permettent pas cependant d'énoncer une tendance claire puisque différents renforts, tackifiants, stratégies de préformage et composites sont étudiés. Ces études concernent surtout les propriétés interlaminaires du composite car ce sont celles qui sont susceptibles d'être modifiées par la présence du tackifiant entre les plis. D'ailleurs, Shih et Lee (2001) ont montré que placer le tackifiant dans le toron lors du préformage permet la fabrication de pièces composites avec des meilleures propriétés en cisaillement interlaminaire que quand le tackifiant est en-dehors. Brody et Gillespie (2005) ont mesuré une dégradation de ces propriétés sur un composite fabriqué avec une résine thermodurcissable et un renfort préformé par rapport à un composite fabriqué sans préformage. Ils ont comparé l'effet d'un tackifiant thermoplastique et thermodurcissable et ont trouvé que la dégradation des propriétés était moins importante avec le tackifiant thermodurcissable. Ce résultat tend à confirmer les affirmations de (White et al., 1998) sur l'importance de la compatibilité du tackifiant et de la matrice.

# 1.4 Les renforts 3D

Les renforts 3D sont développés depuis plusieurs dizaines d'années mais sont encore peu utilisés dans l'industrie, bien qu'ils apportent de nombreux avantages par rapport aux renforts 2D. Ils sont étudiés dans ce projet de doctorat car ils sont utilisés dans la fabrication du carter de soufflante du moteur LEAP. La principale différence des renforts 3D par rapport aux 2D vient du placement d'un fil dans une direction hors du plan, alors que les 2D sont constitués de fils dans le plan seulement. Les techniques de fabrication des renforts 3D sont d'abord présentées dans cette section. Les différents types de renforts obtenus par tissage (méthode de fabrication des renforts étudiés dans

ce projet) sont ensuite détaillés. Une comparaison des renforts 3D par rapport aux 2D est enfin présentée.

### **1.4.1** Principales techniques de fabrication des renforts 3D

Mouritz et al. (1999) ont détaillé les quatre principales techniques de fabrication de renforts 3D : le tissage, le tressage, la couture et le tricot. Des exemples de renforts obtenus par ces différentes techniques sont montrés sur la Figure 1-19.



Figure 1-19 : Renforts 3D obtenus par tissage (Mouritz et al., 1999) (a), tressage (Sun & Sun, 2004) (b), couture (Nie et al., 2008) (c) et tricot (Liu, Y. et al., 2006) (d).

Le tissage 3D consiste à assembler des torons dans les trois directions de l'espace (X, Y et Z) en une opération et grâce à un métier à tisser. Cette technique serait la plus utilisée car elle permet de hautes vitesses de production ainsi que la possibilité de fabriquer différentes architectures (Ansar et al., 2011) qui seront détaillées dans la section 1.4.2. Le tressage est déjà très utilisé pour fabriquer des renforts 2D axisymétriques (ils ont donc une forme 3D mais ne sont pas renforcés à travers l'épaisseur) grâce à des machines à tresser, mais est limité par sa difficulté à fabriquer des préformes épaisses. Le seul moyen est de tresser plusieurs fois sur le même mandrin, mais cette technique ne permet pas de renforcer le tissu à travers l'épaisseur. Le tressage 3D est donc réalisé grâce à d'autres techniques qui consistent à entrelacer plusieurs torons grâce à une machine qui gère le mouvement des bobines dans trois directions. La couture consiste à insérer un fil de couture à travers l'épaisseur d'un empilement de tissus 2D pour les maintenir ensemble. C'est une technique simple et peu coûteuse (Nie et al., 2008) qui permet aussi d'assembler plusieurs tissus 3D ensemble. Enfin, le tricot 3D consiste à assembler plusieurs tricots 2D grâce à un fil de liaison.

Les tricots sont reconnus pour leur grande drapabilité, mais la forte tortuosité induite dans les torons limite les propriétés mécaniques dans le plan de composites fabriqués avec (Liu, Y. et al., 2006).

### 1.4.2 Principaux types de renforts tissés 3D

La dénomination des renforts 3D et leur classement en famille de tissu peuvent varier d'un auteur à un autre. Pour simplifier l'approche et mieux introduire le type de tissu utilisé dans ce projet, il a été décidé de les classer en deux grandes familles. D'abord, les renforts tissés 3D utilisant trois fils différents, puis ceux qui n'en utilisent que deux.

### 1.4.2.1 Renforts utilisant trois fils de tissage

Les trois fils de tissage utilisés dans cette famille de renfort sont montrés sur la Figure 1-20, qui schématise différents renforts de ce type. Le fil de chaîne (« *warp* ») est tiré par la machine de tissage et représente la direction X de tissage. Le fil de trame (« *weft* » ou parfois appelé « *filler* ») est inséré perpendiculairement au fil de chaîne, il représente donc la direction Y. Un assemblage de fils de chaîne et de trame dans un plan donné est appelé une couche. Le dernier fil, parfois appelé « *binder* » ou « *interlock* », passe à travers l'épaisseur pour assembler un certain nombre de couches ensemble. Le patron de tissage désigne le chemin pris par le fil interlock à l'intérieur de l'empilement de couches. Un pli de renfort 3D représente l'ensemble des couches maintenues ensemble par le patron de tissage.



Figure 1-20 : Différents types de renforts 3D utilisant trois fils : l'interlock à travers l'épaisseur à angle (a), couche-à-couche à angle (b), à travers l'épaisseur orthogonal (c) et couche-à-couche orthogonal (d) (Ansar et al., 2011).

L'action d'unir plusieurs couches grâce à ce troisième fil est souvent appelée « interlock ». Si le fil interlock assemble toutes les couches d'un pli (voir Figure 1-20a et c), le renfort sera qualifié d'interlock à travers l'épaisseur (« *through thickness interlock* »). Si le fil n'assemble que deux couches à la fois (voir Figure 1-20b et d), le renfort sera désigné comme un interlock couche-à-couche (« *layer-to-layer interlock* »). Dans ce cas, plusieurs fils interlocks sont nécessaires pour faire un renfort 3D constitué de plus de 2 couches. Un renfort dont le fil interlock n'est pas perpendiculaire avec la direction passant par les fils de trame sera dit à angle (voir Figure 1-20a et b), sinon il est dit orthogonal (voir Figure 1-20c et d).

#### 1.4.2.2 Renforts utilisant deux fils de tissage

Dans certains cas, les renforts tissés 3D n'utilisent que deux fils. Le fil de trame est toujours orienté selon la direction Y tandis que le fil de chaîne est utilisé pour assembler plusieurs fils de trame superposés entre eux, comme montré sur la Figure 1-21. Dans ce cas, le nombre de couches d'un pli représente le nombre de torons de trame empilés. C'est ce type de renfort qui est utilisé par Safran dans le carter. A priori, il est possible de réaliser les mêmes types de renforts avec deux fils ou avec trois. Le choix de famille ou de type de tissu se fait donc en fonction des propriétés mécaniques voulues pour le composite.



Figure 1-21 : Exemple de renfort 3D interlock couche-à-couche orthogonal utilisant deux fils (Gu & Zhili, 2002)

### 1.4.3 Comparaison aux renforts 2D

Certains des avantages des renforts 3D par rapport aux 2D ont été énoncés par Mouritz et al. (1999). Ils expliquaient d'abord que les renforts 3D répondent aux difficultés de drapage rencontrées avec les renforts 2D, surtout pour des pièces structurales et pour des géométries complexes. Ces pièces, souvent épaisses, requièrent l'empilement d'un nombre important de plis avec une orientation précise, ce qui est laborieux. Les différentes techniques de fabrication des renforts 3D permettent alors de produire des préformes ayant quasiment la forme de la pièce finale et qui sont souvent constituées d'un seul pli, ce qui simplifie le drapage. D'après les auteurs, ceci permet de réduire les coûts de fabrication en économisant notamment sur la main d'œuvre et/ou les machines nécessaires au drapage des renforts 2D.

Les renforts 3D répondent aussi à une limitation mécanique des renforts 2D. En effet, les composites fabriqués avec les 2D ont de mauvaises propriétés hors plan et interlaminaires, ce qui se traduit par une résistance à l'impact et à la délamination limitée (décollement des couches lors de la sollicitation) (Cantwell & Morton, 1991; Shyr & Pan, 2003). Le fait d'introduire un fil hors du plan dans la fabrication des renforts 3D permet d'améliorer ces propriétés (Adanur & Andrew Tam, 1997; Mouritz et al., 1999). Toutefois, la forte ondulation de ce fil tend à réduire les propriétés mécaniques du composite dans le plan, particulièrement quand la sollicitation est dans le sens du fil ondulé. Par exemple, il a été montré que le module élastique longitudinal diminue quand l'ondulation des torons augmente (Gu & Zhili, 2002; Yanjun et al., 2006; Stig & Hallström, 2013). Mouritz et al. (1999) expliquaient par contre que les composites fabriqués avec des renforts 3D peuvent subir des plus grandes déformation avant rupture que ceux fabriqués avec des 2D. Ceci viendrait des mécanismes d'initiation et de propagation de fissure. Pour les 2D, la fissure serait initiée par la délamination et se propagerait entre les plis (Adanur & Andrew Tam, 1997). Les mécanismes de rupture dans les composites à renforts 3D ont été décrits par Cox et al. (1996) sur des essais de traction réalisés dans l'axe des fils interlock. Une courbe contrainte-déplacement typique est montrée sur la Figure 1-22.



Figure 1-22 : Courbe de traction d'un composite avec renfort 3D interlock (Cox et al., 1996).

La première phase linéaire correspond à la mise en tension des fils interlock. S'en suit une phase quasi-linéaire avec une pente différente. Le changement de pente est dû à l'initiation de fissure dans les zones riches en résine autour du fil interlock et à leur propagation le long de ce fil et la rupture du fil. Les auteurs indiquent d'ailleurs que la rupture d'un fil est discrète, c'est-à-dire qu'elle n'entraine pas la rupture des fils voisins, comme dans les 2D. La chute de contrainte suivante apparait lorsque le composite craque (i.e. quand une grande majorité des fils ont cassé). Enfin, la faible contrainte mesurée après vient principalement des forces nécessaires pour sortir les fils de la matrice. Les auteurs expliquaient enfin que le composite interlock testé est capable de subir de plus grandes déformations que le fil unidirectionnel qui le constitue, à contrainte équivalente. Cela viendrait du fait qu'après la rupture du fil, le chargement est récupéré par la friction de ce dernier avec les autres fils. Ces mécanismes de rupture ont aussi été observés par d'autres auteurs sur des essais en tension (Callus et al., 1999; Rudov-Clark & Mouritz, 2008) et en flexion (Adanur & Andrew Tam, 1997).

# **1.5** Comportement en compaction des renforts fibreux

La connaissance du comportement en compaction des renforts est importante afin de mieux comprendre les procédés LCM. Pour le procédé RTM, cela sert à connaitre les forces de fermeture du moule pour mieux dimensionner les moules et systèmes de fermeture. Pour les procédés d'infusion, autoclave, C-RTM et FI, cela permet de connaitre la répartition de pression dans le composite lors de l'étape de consolidation (voir loi de Terzaghi, équation 1.3). Ces connaissances sont aussi utiles pour mieux définir des stratégies de préformage. La compaction du renfort lors de cette étape peut être réalisée en contrôlant l'épaisseur ou la pression de compaction. Dans le premier cas, un moule et un contre-moule rigides sont approchés à l'épaisseur désirée. Dans le second cas, le contre-moule rigide est remplacé par une bâche à vide ou une membrane et la pression de compaction est imposée en tirant le vide dans la cavité pièce et/ou en pressurisant l'extérieur de la membrane. Si la deuxième solution est souvent plus économique, il faut par contre connaitre le comportement en compaction du renfort pour savoir quelle pression de compaction appliquer pour arriver à l'épaisseur voulue. Certains paramètres nécessaires au préformage, comme la lubrification du renfort et le chauffage à haute température, sont de plus susceptibles d'influencer ce comportement. Cette section vise à détailler les connaissances disponibles dans la littérature sur ce sujet.

### 1.5.1 Comportement viscoélastique des renforts en compaction

Les renforts fibreux ont un comportement viscoélastique en compaction, c'est à dire qu'il varie en fonction du temps et de l'historique de compaction. Les principaux phénomènes résultant de la viscoélasticité ont été résumés par Bickerton et al. (2003) dans la Figure 1-23, pour des sollicitations à déplacement contrôlé.



Figure 1-23 : Conséquences du comportement viscoélastique des renforts (le déplacement imposé en fonction du temps est en haut, la réponse du renfort en contrainte est en bas) : a) relaxation, b) dépendance à la vitesse de chargement, c) hystérésis (Bickerton et al., 2003).

La relaxation illustre le fait que si un renfort est compacté et maintenu à épaisseur fixée, alors la force de compaction mesurée diminue dans le temps. Les autres conséquences sont la dépendance du comportement en compaction à la vitesse de chargement ainsi que l'hystérésis existant entre la courbe de compaction et de décompaction (Robitaille & Gauvin, 1998a, 1998b; Bickerton et al., 2003). Ces phénomènes sont aussi valides pour des chargements à force contrôlée. Dans ce cas, l'équivalent de la relaxation est le fluage. C'est à dire qu'un renfort compacté à force (ou pression) constante voit son épaisseur diminuer dans le temps (Debnath & Madhusoothanan, 2012).

## **1.5.2** Phénomènes physiques intervenants lors de la compaction des renforts

### **1.5.2.1** Paquets de fibres

Van Wyk (1946) a d'abord étudié la compaction de fibres de laine orientées aléatoirement et a identifié la flexion des fibres comme mécanisme principal, parce qu'elles présentent naturellement une certaine ondulation. Gutowski a observé plus tard que des paquets de fibres orientées aléatoirement avaient une rigidité transverse très inférieure à celle du matériau constituant la fibre (Gutowski, T. G., Cai, et al., 1986; Gutowski, T. G., Kingery, et al., 1986). Il a justifié ce phénomène de la même manière que Van Wyk et a développé un modèle de compaction élastique des paquets de fibres, basé sur cette hypothèse.

### 1.5.2.2 Renforts 2D

Le modèle de Van Wyk a servi de base à la création de lois de comportement en compaction des renforts tissés (Chen, Z. R. & Ye, 2006; Chen, Z. R. et al., 2006; Vernet & Trochu, 2016). Dans le cas d'une seule couche de renfort 2D, la force de compaction totale était divisée en deux composantes, soit l'écrasement des torons et leur déformation en flexion (Lomov & Verpoest, 2000; Chen, Z. R. et al., 2006). L'étude d'empilements de renforts 2D a permis d'identifier une autre composante à la force de compaction totale qui est le glissement entre les couches (« *nesting* ») (Chen, Z. R. & Ye, 2006; Kruckenberg et al., 2008). Il faut noter que ces trois mécanismes sont souvent regroupés sous le terme de « réorganisation du renfort pendant la compaction » car ils comprennent tous un glissement entre les fibres, à différentes échelles (Robitaille & Gauvin, 1999; Kruckenberg et al., 2008). Ces trois composantes sont illustrées dans la Figure 1-24, à savoir l'écrasement des torons (a), la déformation des torons (b) et le glissement entre les couches (c). Après compaction d'un renfort, son épaisseur décompactée après stabilisation est souvent plus faible que son épaisseur initiale (Somashekar, A. et al., 2007). Ceci est dû aux phénomènes de réorganisation précédemment explicités.



Figure 1-24 : Mécanismes de réorganisation à différentes échelles d'un renfort multicouches : écrasement des torons (a), déformation des torons (b), glissement entre les couches (c) (Kruckenberg et al., 2008).

#### 1.5.2.3 Renforts 3D

La compaction des renforts 3D a récemment été étudiée par différents auteurs. Endruweit et Long (2010) ont par exemple montré, grâce à des observations microscopiques sur trois architectures différentes (deux interlock à angle, un orthogonal), qu'il existe deux étapes distinctes dans la compaction des renforts 3D. Selon eux, à bas niveau de compaction, ce sont principalement les vides présents entre les torons qui sont écrasés et les torons qui sont réorganisés (déformation en

flexion ou glissement d'un toron par rapport à un autre). À plus haut niveau de compaction, seul l'écrasement des torons dominerait la compaction du renfort. Ils mettent de plus en évidence le fait qu'à haut taux de compression, le fil interlock d'une structure orthogonale a tendance à flamber (effet similaire observé lorsqu'on comprime une mèche de fibres parallèles dans l'axe des fibres). Cet effet tend à modifier la structure du renfort et peut impacter les propriétés mécaniques espérées du composite finale. Ceci ne peut être observé sur une structure interlock à angle puisque le fil interlock se déforme en flexion. Mahadik et al. (2010) ont réalisé une étude similaire grâce à des observations au tomographe sur deux structures interlock à angle. En compactant le renfort à un  $V_f$  de 60 %, ils ont observé que la taille des vides a été diminuée de 90 % par rapport au renfort non compacté. L'ondulation du toron interlock a aussi été diminuée par cette compaction.

### 1.5.2.4 Friction entre les fibres

La friction entre les fibres, à différentes échelles, influence fortement le comportement en compaction d'un renfort (Rugg & Cox, 2004). Les phénomènes de friction entre les fibres ont donc été étudiés par Roselman et Tabor (1976). Ils ont montré que le comportement en friction entre deux fibres de carbone peut être changé en réalisant des traitements d'oxydation sur ces dernières. Le changement de friction viendrait de la modification de la rugosité de la fibre par le traitement. La friction entre des torons a été étudiée par Cornelissen et al. (2012). Ils ont mesuré une diminution du coefficient de friction entre deux torons de fibres de carbone lorsque l'humidité relative augmente, ceci étant dû à un effet lubrifiant de l'eau. Ils ont par contre montré que la friction entre ces mêmes torons n'était pas significativement modifiée par la présence d'ensimage sur les fibres. La friction entre des couches de tissus 2D a été étudiée par différents auteurs. Lomov et al. (2003) souhaitaient mesurer un coefficient de friction afin de définir une modèle de compaction d'empilement de renforts tandis que Hivet et al. (2012) ont analysé les phénomènes qui interviennent lors du glissement d'une couche par rapport à une autre. Ils ont d'abord montré que les phénomènes de friction entre deux couches de tissu ne sont pas aussi simples que pour d'autres matériaux, du fait que la surface de contact n'est pas plane. Comme montré sur la Figure 1-25a, le coefficient de friction évolue de manière sinusoïdale avec le temps. D'après les auteurs, ceci viendrait du passage d'un toron d'une couche par-dessus un toron parallèle de l'autre couche, ce qu'ils ont prouvé en reliant l'espacement entre deux sinusoïdes à l'espacement entre deux torons dans le tissu. Ceci rend difficile la modélisation du phénomène global de friction par une loi de

Coulomb. Ils ont alors décidé d'utiliser une valeur moyenne du coefficient de friction, comme indiqué sur la Figure 1-25a, et ont mesuré son évolution lors du cyclage d'essai de friction sur un même échantillon. Un résultat typique d'essai, montré sur la Figure 1-25b, indique que le coefficient de friction moyen diminue et se stabilise lorsque le nombre d'essais augmente. Les auteurs associent de résultat à la réorganisation des fibres dans le renfort et à un phénomène de rodage des fibres dû à l'abrasion de ces dernières à cause du frottement.



Figure 1-25 : Évolution du coefficient de friction instantané entre deux couches de tissu 2D de fibres de verre avec le temps lors d'un essai et calcul du coefficient de friction moyen (a) et évolution du coefficient de friction moyen lors de la répétition du même essai de friction (b) (Hivet et al., 2012).

### **1.5.3 Modélisation de la compaction des renforts**

Les principales lois de comportement qui ont été définies dans la littérature pour modéliser ces phénomènes sont présentées dans cette section. Les premiers modèles utilisaient des versions simplifiées d'assemblages aléatoires de fibres couplées aux équations de la mécanique classique. Par la suite, les chercheurs ont essayé de mieux représenter les tissages avec des modèles micromécaniques. Enfin, la tendance actuelle se dirige vers les outils numériques pour simuler la compaction des renforts à différentes échelles.

### **1.5.3.1** Approche analytique

Les premières lois permettant de prédire le comportement en compaction des renforts ont été énoncées en appliquant les lois de la mécanique classique sur des modélisations simplifiées des tissus fibreux. Ce sont principalement les modèles de Van Wyk et de Gutowski qui ont ensuite été raffinés par d'autres chercheurs. Les recherches se sont par la suite orientées vers la micromécanique et la simulation numérique pour se rapprocher le plus possible des géométries réelles des tissus. Enfin, le modèle de Vernet et Trochu (2016) adapté à la prédiction du comportement en compaction de renforts 3D interlock de carbone sera explicité car il sera réutilisé dans ce projet.

#### Modèle de Van Wyk

Van Wyk (1946) a été un des premiers à définir une loi de comportement pour la compaction d'empilements de fibres aléatoirement orientées. Comme expliqué précédemment, il a identifié la flexion des fibres comme mécanisme principal de déformation (voir Figure 1-24b). Il a alors développé un modèle élastique basé sur cette hypothèse, décrit dans l'équation suivante.

$$P_c = \frac{kEm_g^3}{\rho_v^3} \left( \frac{1}{V_f^3} - \frac{1}{V_0^3} \right)$$
(1.4)

où  $P_c$  est la pression de compaction, E est le module d'Young des fibres,  $m_g$  est la masse totale des fibres,  $V_f$  est le volume de fibres après compaction,  $V_0$  celui avant compaction et k est une constante qui dépend de la structure fibreuse. Ce modèle est simpliste puisqu'il ne considère aucun mouvement relatif des fibres lors de la compaction. De plus, la répartition aléatoire des fibres le rendait trop différent du cas réel d'un tissu. Ainsi, les études suivantes ont servi à mieux définir la structure du renfort pour améliorer cette théorie. Komori et Makishima (1977) ont par exemple développé un modèle permettant de compter précisément le nombre de contacts entre fibres dans un volume défini de fibres aléatoirement placées ou non. Par la suite, Lee et Lee (1985) ont calculé les modules d'Young et les coefficients de Poisson avant compaction d'un empilement 3D de fibres d'orientations quelconque. Ils ont d'ailleurs montré que ces propriétés diffèrent dans les directions de l'espace, ce qui constitua un premier modèle donnant l'anisotropie de ce type d'assemblage fibreux. Pan et Carnaby (1989) ont continué en mettant en évidence le phénomène d'hystérésis lors de leur compaction en prenant en compte le glissement aux contacts fibre-fibre (Carnaby & Pan, 1989). Komori et Itoh (1991) ont encore modifié ce modèle pour permettre d'avoir des fibres réparties de manière non aléatoire représentées par des poutres courbes. Finalement, Toll (1998) a
proposé de généraliser l'équation de Van Wyk pour l'adapter à un plus grand nombre renforts (équation 1.5).

$$P_{c} = \frac{kEm_{g}^{3}}{\rho_{v}^{3}} \left( \frac{1}{V_{f}^{n}} - \frac{1}{V_{0}^{n}} \right)$$
(1.5)

Il a ensuite validé son modèle sur des données expérimentales de compaction disponibles dans la littérature (Figure 1-26), montrant ainsi qu'il représente bien les comportements observés pour différents tissus (laine, torons de fibres de verre et de carbone, mats, tissés). Pour chaque cas, il détermine l'exposant n et la valeur de kE qui permet à l'équation d'approcher au mieux les valeurs expérimentales.



Figure 1-26 : Validation du modèle de Toll (1998) sur des données de compaction expérimentales de la littérature, pour des renforts de type mats et tissés.

#### Modèle de Gutowski

Gutowski a modifié le modèle de Van Wyk (équation 1.6) en se basant sur la flexion d'une fibre représentée par poutre courbée dans le plan de l'application de la force de compaction (Gutowski, T. & Cai, 1988).

$$P_{c} = \frac{3\pi E}{\beta^{4}} \frac{\sqrt{\frac{V_{f}}{V_{0}}} - 1}{\left(\sqrt{\frac{V_{a}}{V_{0}}} - 1\right)^{4}}$$
(1.6)

où  $\beta$  est un paramètre lié à la courbure de la poutre,  $V_a$  est le taux de fibres maximal, toutes les autres notations ayant la même signification que dans les équations précédentes. Par la suite, les auteurs ont modélisé la réponse du renfort lubrifié par la résine soumis à un état de contraintes 3D (Cai & Gutowski, 1992). Ces deux modèles ont leurs propres limitations puisqu'ils considèrent une répétition de fibres ayant la même courbure et dont l'espacement dépend du taux de compaction, toutes ces fibres étant alignées. De plus, ils supposent qu'il n'y a pas de réarrangement possible lors de la compaction, ce qui était alors encore loin de représenter la compaction d'un tissage bidirectionnel.

#### Modèles micromécaniques

Les modèles micromécaniques qui ont suivi visaient à modéliser les renforts de manières plus fine que dans le cas de Van Wyk et de Gutowski, en se plaçant à l'échelle de la couche de renfort, du toron voire de la fibre. Deux approches principales sont disponibles dans la littérature. Les lois de comportement définies pour ces modèles sont complexes d'un point de vue mathématique, c'est pourquoi seuls les concepts seront définis ici.

La première approche vient de Kelly et al. (2006) et visait à représenter le comportement viscoélastique du renfort avec le modèle de Maxwell, c'est à dire que le renfort est modélisé par des blocs de ressorts et des vérins montés en série, ces blocs étant montés en parallèle comme montré sur la Figure 1-27. Ils développent le modèle mathématique qui permet d'obtenir l'évolution de la pression de compaction en fonction du temps et vérifient avec succès son fonctionnement avec des courbes expérimentales.



Figure 1-27 : Représentation de Maxwell utilisée par (Kelly et al., 2006) pour modéliser le comportement viscoélastique d'un renfort.

L'autre approche utilisée est la modélisation multi-échelle. Une des premières études de ce type a été celle de Chen, B. et Chou (1999) où ils modélisaient le comportement d'une couche de renfort tissé. Pour cela, ils considéraient le toron comme une poutre qui travaille en flexion, seulement dans le domaine élastique, et permettaient un déplacement latéral des torons lors de la compaction. Ce modèle a d'abord été développé sur une cellule représentative du tissage puis adapté, dans un second travail, à un empilement de plusieurs couches de ce même tissu. Selon ce deuxième modèle, la compaction totale de l'empilement est la somme de la compaction de chaque couche seule et du déplacement lié à la réorganisation entre les couches (Chen, B. & Chou, 2000). Chen, Z. R. et al. (2006) ont utilisé la même approche, cette fois ci en modélisant chaque fibre par une poutre, ce qui autorise en plus un réarrangement au sein du toron lors de la compaction. Il modélisent ainsi le comportement d'une couche puis d'un empilement de couches (Chen, Z. R. & Ye, 2006). La principale limitation de ces modèles vient de la difficulté de représenter des tissages complexes et, qui plus est, des empilements de tissages différents et complexes. En effet, les modèles mathématiques sont très vite alourdis et donc plus longs à résoudre.

#### Modèles numériques

Afin de raffiner les modélisations analytiques, les chercheurs se sont tournés vers des modélisations par éléments finis, qui permettent d'encore complexifier les géométries étudiées. Cette approche

est limitée par la capacité de calcul des ordinateurs, mais comme cette dernière croit d'années en années, les modélisations numériques sont de plus en plus favorisées. Le but principal de cette approche est de trouver des manières de représenter le renfort pour obtenir le meilleur résultat possible avec la capacité actuelle des ordinateurs.

Par exemple, Mahadik et Hallett (2010) modélisaient un volume élémentaire représentatif (i.e. une portion du renfort assez grande pour que le comportement caractérisé soit représentatif de celui du renfort global) d'un renfort 3D avec des torons composés de 19 fibres censées représenter les milliers des fibres présentes en réalité. Chaque fibre était modélisée par une poutre ayant un comportement élastique. Ils expliquaient que cette configuration permettait d'obtenir des résultats cohérents tout en gardant des temps de calculs raisonnables.

Dans le même ordre d'idée, Samadi et Robitaille (2014) ont récemment développé un modèle de compaction de torons et de tissus basé sur des particules, c'est-à-dire que chaque fibre est composée de particules sphériques reliées entre elles par des forces d'interaction. Chaque toron était alors représenté par plusieurs fils, mais leur nombre était toujours bien inférieur à la réalité. Ce modèle permet de bien représenter le contact des fibres entre elles et donc de de modéliser la réorganisation du renfort, à différentes échelles, lors de sa compaction. Par exemple, il est possible de voir sur la Figure 1-28 que les fibres du tissu étaient parallèles avant compaction mais ne le restent pas après. Les auteurs ont montré que les courbes de compaction (pression de compaction en fonction de  $V_f$ ) obtenues avec ce modèle étaient proches de données expérimentales.



Figure 1-28 : Modélisation du renfort avant compaction (a) et après (b) avec le modèle basé sur des particules sphériques de Samadi et Robitaille (2014).

#### Modèle de Vernet et Trochu

Récemment, Vernet et Trochu (2016) ont développé un modèle de compaction permettant de prédire la force de compaction maximale (force de pic) et relaxée lors d'un essai de relaxation à un  $V_f$  de 58 % sur des renforts 3D interlock de carbone. Les auteurs ont considéré que le comportement en compaction d'un pli de ces renforts dépend principalement des phénomènes d'écrasement et de flexion des torons. La partie analytique de leur modèle consiste donc à estimer la force requise par chaque composante et de les sommer pour calculer la force totale de compaction d'un renfort donné. Ils ont pour cela réalisé des caractérisations du comportement des torons seuls et des observations microscopiques réalisés sur cinq renforts différents, dont certains sont étudiés à nouveau dans ce projet. Le modèle a ensuite été ajusté de manière empirique grâce à des données expérimentales de compaction sur ces renforts car l'ensemble des phénomènes physiques intervenant lors de la compaction n'a pas pu être pris en compte. La comparaison de la force de pic prédite par le modèle et mesurée expérimentalement est affichée sur la Figure 1-29, montrant un bon accord pour les cinq renforts.



Figure 1-29 : Comparaison de la force de compaction mesurée et estimée par le modèle (avec le détail des composantes de flexion et d'écrasement des torons) pour compacter cinq renforts différents à un  $V_f$  de 58 % (Vernet & Trochu, 2016).

Les auteurs ont de plus étudié l'influence de différents paramètres de tissage (ratio du nombre de torons de chaîne par rapport à la trame, nombre de fibres dans les torons et patron de tissage) sur ce comportement et sur la répartition des composantes de flexion et d'écrasement des torons dans

la force de compaction totale. Il faut en retenir que c'est une résultante de ces paramètres de tissage, l'ondulation des torons de chaîne, qui influence le plus clairement le comportement en compaction des renforts. Plus les torons sont ondulés, plus le comportement en compaction du renfort a tendance à être dominé par le phénomène de flexion du toron (voir tissus 1 et 4 sur la Figure 1-29), et vice versa.

#### **1.5.3.2** Approche empirique

Les solutions analytiques sont basées sur des idéalisations de la géométrie des renforts fibreux. Ainsi, plus le modèle se rapproche de la réalité, plus il devient complexe, difficile à appliquer ou encore trop restreint à certains types de renforts. Robitaille et Gauvin (1998a) ont défini deux lois empiriques définissant les comportements en compaction (équation 1.7) et en relaxation (équation 1.8) des renforts. Ces lois ont été définies en observant la forme générale des courbes expérimentales de compaction et en relaxation réalisées par un nombre important d'auteurs. Ils valident d'ailleurs le fonctionnement de cette représentation sur ces résultats. La loi de compaction montrée à l'équation 1.7 est couramment utilisée dans la littérature pour représenter le comportement en compaction des renforts 2D (Toll, 1998; Saunders et al., 1999; Correia et al., 2005; Joubaud et al., 2005; Govignon et al., 2010) et 3D (Endruweit & Long, 2010).

$$V_f = A \cdot P_c^{\ B} \tag{1.7}$$

$$\frac{P_c}{P_{c,0}} = 1 - C.t^{1/D} \tag{1.8}$$

où A est le taux de fibres à  $P_{c,0} = 1$  Pa, B est une constante de rigidité, C est la chute de pression après une seconde de relaxation et D est l'index de relaxation. Un essai de compaction et de relaxation est donc nécessaire pour obtenir ces quatre constantes. Cela peut être vu comme un inconvénient puisqu'un nouvel essai est nécessaire dès que les conditions sont changées (type de renfort, nombre de couches, vitesse de compaction...). Cette approche est particulièrement intéressante pour étudier l'effet de différents paramètres d'essais sur le comportement en compaction d'un renfort en comparant simplement l'évolution des différents paramètres des équations 1.7 et 1.8. Ils utilisent cette technique pour mettre en évidence la dépendance de la réponse en compaction avec le nombre de pli, la vitesse de compaction, ou encore pour étudier l'influence de la lubrification lors de la compaction (Robitaille & Gauvin, 1998b).

#### **1.5.4** Techniques existantes pour faciliter la compaction des renforts

Faciliter la compaction des renforts a un intérêt pour le préformage et la fabrication des matériaux composites. En effet, cela permet de réduire les forces de fermeture de moules rigides (RTM, préformage à épaisseur fixée) et donc de réduire la taille des moules et des systèmes de fermeture comme des presses. L'idée est similaire pour le préformage à pression fixée. Pour les procédés de fabrication à paroi flexible comme l'infusion ou le FI, faciliter la compaction d'un renfort permet de maximiser la pression dans la résine lors de l'étape de consolidation (voir équation 1.3), ce qui permet notamment de diminuer le taux de vides de la pièce finale. Les différentes techniques abordées dans la littérature sont énumérées ci-dessous.

La lubrification du renfort est un moyen de faciliter sa compaction. Différents auteurs ont montré que mouiller le renfort avec de l'eau, de l'huile ou de la résine (Robitaille & Gauvin, 1998b; Toll, 1998; Saunders et al., 1999; Bickerton et al., 2003; Kelly et al., 2006) permet de diminuer les forces nécessaires pour compacter un renfort à une épaisseur donnée. Robitaille et Gauvin (1998b) expliquaient que la lubrification a pour effet de diminuer le coefficient de friction entre les fibres et donc de faciliter la compaction du renfort. Ceci concorde avec l'étude de Cornelissen et al. (2012), qui montraient qu'augmenter l'humidité permet de diminuer significativement le coefficient de friction entre deux torons de fibres de carbone. Il faut tout de même noter que la motivation des études citées précédemment n'est pas nécessairement de faciliter la compaction des renforts pour des étapes de fermeture de moule ou de préformage. En effet, les auteurs souhaitent plutôt expliquer l'évolution du comportement en compaction du renfort au cours d'une fabrication, l'effet lubrifiant venant alors de la résine qui imprègne le renfort. Si l'intérêt recherché de la lubrification est de faciliter la compaction du renfort, il doit alors être possible d'enlever facilement le lubrifiant du renfort avant injection de la résine. L'eau apparaît alors être un bon choix puisqu'il est possible de l'évaporer à l'aide de hautes températures et du vide (souvent utilisés pour des fabrications) et aussi parce qu'elle risque peu de polluer le renfort.

La compaction répétée du renfort est un autre moyen connu pour faciliter sa compaction. Ce principe tire avantage de l'hystérésis qui existe entre une courbe de compaction et de décompaction (voir Figure 1-23). Ainsi, en compactant un renfort plusieurs fois à la même épaisseur, la force requise diminue progressivement jusqu'à se stabiliser (Robitaille & Gauvin, 1999; Yang et al., 2011). Cette technique peut aussi être utilisée en compactant plusieurs fois le renfort à une pression

fixée, son épaisseur diminuant peu à peu. Plusieurs auteurs ont exploité cette idée et ont étudié la compaction du renfort assistée par la vibration. Ils ont mesuré des gains de  $V_f$  par rapport à des compactions statiques dans des bandes de fréquence vibratoire allant de 1 à 400 Hz (Somashekar, A. A. et al., 2006; Kruckenberg et al., 2008; Gutiérrez et al., 2013).

#### 1.5.5 Utilisation des résultats de compaction pour modéliser les procédés LCM

Caractériser le comportement en compaction du renfort dans les conditions de compaction permet de donner des lois de comportement nécessaires aux simulations (souvent numériques) des procédés LCM (Govignon et al., 2010; Simacek et al., 2016). En RTM, cela permet de connaitre l'évolution de la force de fermeture du moule (ou force exercée par le renfort sur l'outillage) tout au long de la fabrication. Le renfort est d'abord compacté à sec à vitesse fixe jusqu'à ce que l'épaisseur cible soit atteinte et maintenue. La force de compaction atteint donc un pic et diminue dans le temps, comme expliqué sur la Figure 1-23. Lorsque la résine est injectée, elle lubrifie le renfort, ce qui a pour effet de diminuer la force de fermeture. Cette succession d'évènements peut être reproduit dans une machine d'essai afin de la caractériser en un seul essai. Cela a été réalisé en utilisant des plateaux de compression spéciaux, dont un exemple est montré sur la Figure 1-30a, qui permettent l'injection dans le renfort d'un fluide simulant la résine pendant l'essai (Bickerton et al., 2003; Buntain & Bickerton, 2003). Un exemple d'évolution de la force de fermeture du moule est montré sur la Figure 1-30b où il est possible de voir la chute de force dû à l'injection de résine à t = 40 s. Le même type d'essai a été réalisé pour représenter la procédé d'infusion (compaction à sec, injection de résine, décompaction lubrifiée) (Yenilmez et al., 2009; Yenilmez & Sozer, 2009; Govignon et al., 2010).



Figure 1-30 : Exemple de plateaux de compression permettant l'injection de résine pendant l'essai (Yenilmez & Sozer, 2009) (a) et résultat de Bickerton et al. (2003) montrant l'évolution de la force de fermeture du moule dans un essai à sec et un essai simulant une injection RTM (b).

D'après les auteurs, ce type d'essai permet d'avoir des données expérimentales qui permettent de rendre les simulations numériques plus proches de la réalité que lorsque des lois de compaction à sec et lubrifiées indépendantes sont utilisées. Ce type d'étude n'a pas encore été réalisé pour le procédé FI à priori. Il faut de plus noter que l'effet de la température sur le comportement en compaction du renfort sec et/ou lubrifié n'est pas pris en compte dans ces caractérisations et est peu ou pas étudié dans la littérature. Il est pourtant courant de chauffer les moules à haute températures pour les fabrications LCM, que ce soit avec des résines thermoplastiques ou thermodurcissables. Cette possibilité sera discutée dans les sections suivantes.

## 1.6 L'ensimage des fibres

#### 1.6.1 Description

L'ensimage est une substance qui recouvre les fibres et assure plusieurs fonctions. Depuis longtemps, il est appliqué sur les fibres textiles comme le coton pour faciliter la manipulation des fibres et leur tissage. En effet, l'ensimage dans ce cas est à base d'huile végétale et permet le maintien de plusieurs fibres en mèches (effet similaire au fait de mouiller le bout d'un fil de couture pour le rentrer dans le chas d'une aiguille). Il est aussi utile lors du tissage car il permet un meilleur glissement des fibres ou des mèches entre elles ou contre les parties des machines à tisser (guides, œillets). Ce phénomène a par exemple été mis en évidence par Luo et al. (2011) qui ont montré que

l'ajout d'ensimage permet de diminuer la rugosité de la fibre. Ces fonctions ont été conservées pour les textiles techniques utilisés dans les matériaux composites. Une autre fonction a été ajoutée dans car certains matériaux constituant les fibres ne sont pas chimiquement compatibles avec les résines, l'exemple le plus connu étant la fibre de verre. Le rôle de l'ensimage dans ce cas est donc de promouvoir l'adhésion entre la fibre et la matrice en créant une interface compatible avec ces deux matériaux (Thomason & Adzima, 2001; Plonka et al., 2004). Ce n'est pas vrai pour la fibre de carbone qui semble compatible avec les résine utilisées dans les composites (Dai et al., 2011; Luo et al., 2011). Dai et al. (2011) ont par exemple mesuré une meilleure adhésion entre une résine époxy et une fibre de carbone sans ensimage qu'avec. Ils ont de plus montré que les propriétés à l'adhésion se dégradent encore si l'épaisseur d'ensimage augmente car, selon eux, une couche fragile serait créée à l'interface entre la fibre et la matrice. Pour ces raisons, les fabricants de fibres développent plusieurs ensimages pour une même fibre, chacun étant destiné à la fabrication de composites avec une famille de résine, comme l'époxy. L'ensimage est donc souvent constitué de la résine concernée ainsi que d'autres produits, la recette étant gardée secrète par les fabricants (Palmese et al., 1999). Il faut finalement noter que l'application d'ensimage est à différencier du traitement de surface réalisé sur les fibres. Cet étape a lieu avant l'application d'ensimage et a pour but d'accroitre l'adhésion entre la matrice et la fibre, y compris pour les fibres de carbone (Tang & Kardos, 1997).

### 1.6.2 Rôle lors du préformage

L'ensimage est susceptible d'avoir un rôle dans deux phases du préformage. Tout d'abord, il peut intervenir lors de la compaction de ce dernier à haute température. En effet, comme expliqué précédemment, l'ensimage est constitué de résine. Son comportement rhéologique devrait donc être similaire, c'est à dire que sa viscosité devrait diminuer quand la température augmente. Comme il est solide à température ambiante, il se peut donc qu'il devienne visqueux à haute température et agisse comme un lubrifiant aux contacts entre les fibres. Si cette hypothèse est vraie, la compaction d'un renfort pourrait être facilitée en le chauffant à haute température. Cette possibilité n'a à priori pas été étudiée dans la littérature. Quelques résultats existent cependant sur l'effet de la température sur la compaction de renfort sur lequel un tackifiant thermoplastique a été appliqué (Knight et al., 1996; Aranda et al., 2011; Wu et al., 2013). Les auteurs observaient que la température facilite la

compaction et justifiaient ce phénomène par le fait que le tackifiant devient visqueux à haute température et agit comme un lubrifiant.

L'ensimage a aussi un rôle lors du maintien de l'épaisseur et de la forme de la préforme une fois que la pression de préformage est enlevée, donc pendant les phases de stockage, transport et de fabrication. En effet, si l'hypothèse énoncée dans le paragraphe précédent est vraie, alors la couche d'ensimage est écrasée aux contacts entre les fibres pendant la compaction à haute température. Si la compaction du renfort est maintenue pendant son refroidissement, l'ensimage devrait revenir à l'état solide et ainsi créer des liens entre les fibres, ce qui limiterait la décompaction du renfort. Shih et Lee (2001) ont d'ailleurs montré qu'il est possible de préformer sans tackifiant, c'est-à-dire en chauffant le renfort sec sous pression et en le laissant refroidir avant d'enlever la force de compaction. Ils ont obtenu un maintien de forme différent avec deux renforts similaires mais tissés avec des fibres de carbone différentes, donc ensimées différemment. L'un des deux tissus était rigide au démoulage et gardait la forme originale, ce qu'ils justifiaient en expliquant que l'ensimage agit comme un tackifiant lors du préformage. Par contre, l'autre renfort se déformait comme s'il n'avait pas été préformé. Ils ont justifié cette différence grâce à des observations MEB, montrées sur la Figure 1-31, qui met en évidence selon eux une différence de l'ensimage des deux renforts après essai de préformage.



Figure 1-31 : Observations MEB à grossissement x2000 de l'ensimage après préformage du renfort permettant un bon maintien (a) et un moins bon (b) (Shih & Lee, 2001).

Ils n'interprètent malheureusement pas assez ce résultat pour expliquer quelle est la différence entre les deux images qui justifie les résultats de préformage. Il semblerait que le renfort présentant un bon maintien après préformage ait un ensimage déplacé par la compaction (Figure 1-31a) alors que l'ensimage de l'autre renfort n'ait pas été altéré (Figure 1-31b). Il faut toutefois noter que si la pression de préformage est retirée alors que le renfort est encore chaud, il se peut que l'ensimage soit encore trop visqueux (ou pas assez solide) et que les liens ne retiennent pas la décompaction.

## 1.7 Synthèse

La revue de la littérature permet de tirer plusieurs enseignements qui seront utiles à la définition des objectifs, à la compréhension des phénomènes à étudier et la manière de programmer l'étude. Ils sont listés comme suit :

- 1. La qualité des pièces en injection flexible semble d'abord dépendre du schéma d'imprégnation qui a lieu au cours de la fabrication. Le phénomène de croisement des fluides, c'est à dire que le front de fluide de compaction dépasse le front de résine pendant la fabrication, a été identifié dans plusieurs études et semble amener à des défauts dans le composite. La solution la plus prometteuse pour l'empêcher semble d'assurer un espace suffisant entre la préforme et la membrane au cours de la fabrication pour que la progression de la résine ne soit pas moins rapide que celle du fluide de compaction. Le préformage par pulvérisation de tackifiant sur chaque couche de renfort a été utilisé plusieurs fois avec succès à cette fin. Toutefois, les méthodes employées ainsi que l'effet exact sur le procédé sont mal identifiés. La phase de consolidation du composite semble aussi influencer la qualité du composite. En effet, la pression appliquée sur la résine pendant sa polymérisation dépend de l'équilibre de consolidation, qui dépend de la pression dans la résine est importante. Une stratégie de préformage appropriée semble permettre de contrôler la pression reprise par le renfort pendant cette phase.
- 2. Le tackifiant doit être choisi pour répondre à plusieurs critères. Techniquement, il doit être facilement applicable sur le renfort. La méthode d'application par pulvérisation sur chaque couche de renfort a été choisie dans les précédentes études sur le procédé IF. Si cette méthode est conservée, la viscosité du tackifiant devra permettre sa pulvérisation. La viscosité et les propriétés capillaires du tackifiant peuvent aussi influencer la décompaction de la préforme après préformage et donc sa tenue en fabrication avec le procédé IF. En effet, plus le tackifiant est situé dans le toron, meilleur est le contrôle de la décompaction

de la préforme. D'un point de vue mécanique, il semble important de maximiser la compatibilité entre la matrice et le tackifiant pour minimiser l'impact du préformage sur les propriétés mécaniques. Un tackifiant basé sur la même famille chimique que la matrice est donc à préférer.

- 3. Le comportement en compaction d'un renfort est viscoélastique, c'est à dire que la réponse en compaction dépend du temps. Ceci est donc à prendre en compte lors du développement de stratégies de préformage, car l'étape de compaction pourrait ne pas être instantanée. De plus, ce comportement est influencé par la lubrification du renfort. De même, il semblerait que la température puisse influencer ce comportement, même si ce phénomène particulier n'a pas encore été étudié. En effet, l'ensimage (une substance à base de résine qui recouvre les fibres) pourrait agir comme un lubrifiant lorsqu'il est chauffé à haute température, comme cela a été observé en ajoutant de la résine thermoplastique dans des tissus secs. Enfin, la réponse en compaction des renforts 3D semble dépendre fortement de leur architecture. Comme il n'existe pas de modèle permettant de prédire précisément le comportement en compaction, et encore moins en présence d'eau ou à haute température, il semblerait que la caractérisation expérimentale soit le plus appropriée pour mesurer ce comportement.
- 4. Deux rôles ont été identifiés pour l'étape de préformage : contrôler la décompaction de la préforme lors de la fabrication et minimiser la pression reprise par la préforme lors de la consolidation. Le premier rôle semble principalement influencé par la quantité de tackifiant appliqué sur le renfort tandis que le second semble dépendre du taux de fibres de préformage. Un autre paramètre de préformage pertinent peut être identifié par le fait qu'il s'agit ici de préformer des renforts 3D épais, ce qui n'a à priori pas été étudié. La difficulté réside donc dans la possibilité d'amener le tackifiant à travers toute l'épaisseur du renfort afin de bien contrôler sa décompaction. La dilution du tackifiant pourra donc être revue en conséquence, puisqu'elle affecte en partie les propriétés capillaires de ce dernier. Enfin, il semble important de caractériser le comportement complet subit par une préforme pendant une fabrication plutôt que de mesurer indépendamment chaque comportement subit pendant les différentes étapes. Reproduire des fabrications en machine d'essai a déjà été réalisé pour d'autres procédé LCM et s'est avéré être une méthode donnant des résultats satisfaisants.

5. La littérature ne permet pas d'appréhender les particularités de la préforme du carter afin de mieux guider le développement de la stratégie de préformage. En effet, l'effet de la tension d'enroulement sur un moule cylindrique sur le comportement en compaction et au préformage, ou même chaque effet découplé, n'a pas été abordé dans la littérature. L'effet d'empiler plusieurs plis amène une composante de glissement inter-pli qui peut changer le comportement mesuré sur un seul pli. Mais encore une fois, l'enroulement sous tension pourrait interférer avec les résultats connus sur le sujet.

## CHAPITRE 2 TRAVAUX PRÉLIMINAIRES

## 2.1 Problématique et objectifs

Cette étude vise à caractériser l'impact de paramètres procédé et matériau sur la qualité d'imprégnation et l'équilibre de consolidation en IF. Le but est de caractériser les performances du procédé en termes de taux de vides et de déterminer les paramètres procédé et matériau qui permettent un niveau de porosité acceptable. Deux plans de fabrication de panneaux plans en composite ont été réalisés. Le premier visait à identifier quels paramètres procédé influencent le plus la qualité d'imprégnation. Le deuxième plan était une étude préliminaire du préformage vu comme un outil d'amélioration du procédé IF.

## 2.2 Matériaux et système expérimental

#### 2.2.1 Matériaux

Un renfort en fibres de verre de type E (U14EU920-00940-T2540-100000 Saeruni, Saertex) a été utilisé. Ce tissu quasi-unidirectionnel possède la majorité des fibres orientées à 0° et quelques-unes à 90° tel que montré sur la Figure 2-1.



Figure 2-1 : Vue de dessus du renfort de verre utilisé avec les fibres à  $0^{\circ}(a)$  et vue de dessous avec les fibres à  $90^{\circ}$  (b).

La résine injectée est une époxy Diglycidyl Ether de Bisphenol A (DGEBA) (DER383, Dow Chemical). Elle est formulée avec un durcisseur et un catalyseur:

- durcisseur : Méthyltétrahydrophtalique (MTHPA)

catalyseur : 1,2-Dimethylimidazole + 2-Ethyl-4-Methylimidazole (DMI/EMI).

## 2.2.2 Système expérimental

Le moule de fabrication utilisé dans cette étude, montré sur la Figure 2-2, avait une cavité rectangulaire de 142 mm x 140 mm. L'épaisseur de la cavité d'injection était de 6.5 mm et celle de la cavité de compaction était de 3 mm. Des capteurs de pression permettaient de mesurer  $P_c$  et  $P_r$  au port d'injection et d'évent.



Figure 2-2 : Moule de fabrication.

Le moule était chauffé à 140 °C avant injection de la résine. La résine était injectée à température ambiante avec un pistolet pneumatique qui permet un contrôle précis du volume injecté. Le fluide de compaction était préchauffé à 100 °C et injecté dans le moule grâce à une machine comprenant une pompe et un bloc de chauffage. Le contrôle de la machine ainsi que l'acquisition des données étaient réalisés grâce à un programme Labview. À la fin de l'étape d'injection du fluide de compaction, une pression de compaction constante était appliquée sur le composite pendant l'étape de consolidation. La séquence de fabrication est la suivante :

- 1. Application d'une pression de vide dans les deux cavités.
- 2. Injection de la résine dans la cavité inférieure avec le pistolet d'injection.

- 3. Fermeture du tuyau d'injection de résine.
- 4. Enlèvement de la pression de vide dans la cavité supérieure.
- 5. Injection du fluide de compaction préchauffé dans la cavité supérieure avec la machine de compaction et maintien de la circulation.
- 6. Fermeture du tuyau d'évent lorsque la résine sort du moule.
- 7. Arrêt de la circulation du fluide de compaction.
- 8. Isolation de la cavité supérieure en fermant un robinet de chaque côté.
- 9. Application de la pression de compaction.

Cette séquence peut être observée sur les relevés des pressions en fonction du temps, montrés sur la Figure 2-3, obtenus grâce aux capteurs présents sur le moule.



Figure 2-3 : Évolution des pressions dans le moule pendant une fabrication : injection de résine
(1); circulation du fluide de compaction (2); début de la compaction avec le piston (3);
solidification de la résine au port d'évent (4) puis au port d'injection (5).

L'injection de la résine (1) est repérable au début, lorsque la pression dans la résine au port d'injection augmente jusqu'à environ 100 kPa (de t = 10 s à t = 20 s). L'injection et la circulation du fluide de compaction dans la chambre supérieure (2) est ensuite déclenchée manuellement dès la fin de l'injection de résine et interrompue quand la résine sort à l'évent (repérable au moment où le capteur de pression dans la résine à l'évent commence à détecter une pression, à t = 35 s). La cavité supérieure est alors isolée et la pression de compaction de 600 kPa est appliquée avec le piston de compaction (3). Finalement, la solidification de la résine se repère lorsque la pression dans la résine chute et ne suit plus les variations de la pression de compaction. La solidification a d'abord lieu à l'évent car c'est théoriquement la première résine injectée (4) puis à l'injection (5).

## 2.3 Fabrications sans préformage

Comme expliqué dans le Chapitre 1, il a été observé par différents chercheurs que le préformage était une étape intéressante pour le procédé IF. Toutefois, le préformage est une étape de fabrication additionnelle qui peut rallonger les temps de fabrication. Il a donc été décidé de fabriquer et analyser des pièces sans étape de préformage pour analyser l'influence de paramètres procédé sur la distribution de pression dans le moule. Ces résultats permettront de plus de confirmer et de justifier l'utilité du préformage pour le procédé IF.

#### 2.3.1 Description du plan expérimental

L'impact du  $V_f$ , de  $P_c$  et de la pression de vide ( $P_v$ ) sur le taux de vides a été étudié. Les plages de variation des valeurs de ces paramètres ont été choisies en se basant sur l'expérience passée. En partant d'un cas de fabrication connu ( $V_f = 58 \%$ ,  $P_c = 600$  kPa,  $P_v = -95$  kPa), l'impact indépendant de chaque paramètre sur la qualité d'imprégnation a été observé de la façon suivante (les données de fabrication sont résumées dans le Tableau 2-1) :

- Impact du  $V_f$ : pour  $P_c = 600$  kPa et  $P_v = -95$  kPa,  $V_f$  varie de 58 % à 64 % par pas de 2 %.
- Impact de  $P_c$ : pour  $V_f = 58$  % et  $P_v = -95$  kPa,  $P_c$  prend les valeurs 200, 600 et 1000 kPa.
- Impact de  $P_v$ : pour  $V_f = 62$  % et  $P_c = 600$  kPa,  $P_v$  prend les valeurs -95, -50 et 0 kPa.

#### 2.3.2 Résultats

Tel qu'illustré sur la Figure 2-4, les premières pièces fabriquées avec des paramètres de fabrication conventionnels ( $P_c = 600$  kPa,  $P_v = -95$  kPa et  $V_f = 58$  %) présentent un bon aspect.



Figure 2-4 : Pièce fabriquée avec les paramètres de fabrication ( $P_c = 600$  kPa,  $P_v = -95$  kPa et  $V_f$ = 58 %) ayant un bel aspect.

Néanmoins, avec l'augmentation du  $V_f$  et donc une réduction subséquente de  $P_r$ , une zone sèche proche de l'évent a commencé à apparaître comme montré sur la Figure 2-5.





Ce défaut doit être étudié car il nuit de toute évidence à la qualité du composite. L'analyse a donc été séparée en deux parties : l'analyse de la zone sèche et l'étude du taux de vides sur la partie imprégnée de la plaque. La taille de la zone sèche a été mesurée par analyse d'image. Une photographie de la zone a été prise en l'éclairant par en-dessous, puis un programme Matlab a été écrit pour détecter les frontières de la zone sèche (voir Figure 2-6) et calculer sa surface. Une mesure de l'épaisseur de la zone par micromètre permet d'obtenir son volume.



Figure 2-6 : Détection de frontières permettant la mesure de la taille de la zone sèche.

Le taux de vides de chaque plaque a été mesuré à l'aide d'une digestion de la matrice par pyrolyse selon la norme ASTM D2734. Cette méthode permet aussi la mesure du  $V_f$  réel de l'échantillon. Trois échantillons de 25 mm x 25 mm ont été prélevés au milieu de chaque plaque, un proche du port d'injection, un proche de la zone sèche et un entre les deux. Les résultats de pyrolyse ( $V_f$  mesuré, taux de vides) et la taille des zones sèches sont répertoriés dans le Tableau 2-1.

Nom pièce	V <sub>f</sub> (%)	Pc (kPa)	Pv (kPa)	V <sub>f,mesuré</sub> moyen (%)	Écart type (%)	Taux de vides moyen (%)	Écart type (%)	Volume zone sèche (cm <sup>3</sup> )
P_58_2_95	58	200	-95	59.61	1.06	0.78	0.05	3.0
P_58_6_95	58	600	-95	59.39	0.88	0.33	0.01	0.0
P_58_10_95	58	1000	-95	59.42	0.52	0.25	0.007	0.0
P_60_6_95	60	600	-95	62.05	1.14	0.69	0.006	0.44
P_62_6_95	62	600	-95	63.51	1.48	0.52	0.07	1.0
P_62_6_50	62	600	-50	62.88	0.98	0.65	0.05	6.7
P_62_6_0	62	600	0	62.34	1.02	0.46	0.06	9.8
P_64_6_95	64	600	-95	65.4	0.59	0.85	0.06	3.8

Tableau 2-1 : Résultats des mesures du taux de fibres ( $V_f$ ), du taux de vides et du volume de la zone sèche pour ce plan d'expériences.

## 2.3.3 Étude du taux de vides

Comme montré dans le Tableau 2-1, tous les taux de vides sont inférieurs à 1 %, même pour des paramètres de fabrication défavorables. À paramètres fixés, l'augmentation de  $P_c$  réduit clairement le taux de vides. De même, l'augmentation de  $V_f$  augmente le taux de vides. Ces deux tendances vont dans le même sens : il faut augmenter  $P_r$  pour diminuer le taux de vides. Ce résultat apparait clairement en traçant l'évolution du taux de vides en fonction de  $P_r$  pour toutes les fabrications réalisées avec  $P_v = -95$  kPa sur la Figure 2-7. Il faut par ailleurs souligner que  $P_v$  n'a pas d'influence claire sur le taux de vides. Cette analyse ne concerne cependant que trois pièces fabriquées et mériterait d'être approfondie.



Figure 2-7 : Taux de vides en fonction de  $P_r$  pour les plaques fabriquées avec  $P_v = -95$  kPa.

## 2.3.4 Étude de la zone sèche

#### 2.3.4.1 Formation de la zone sèche

Le même type de zone sèche avait été observé dans des études précédentes sur le procédé d'injection flexible, comme montré dans le Chapitre 1. La forme de la zone sèche et sa position proche de l'évent laissaient penser qu'elle était formée par emprisonnement d'air. Basés sur ces observations, la succession d'évènements amenant à la création de la zone sèche a été décrite sur la Figure 2-8.



(1) Décompaction du renfort pendant le chauffage du moule





(2) Décompaction du renfort pendant l'injection de la résine





(3) Croisement des fluides





(4) Création de la zone sèche

Figure 2-8 : Illustration des évènements amenant à la formation de la zone sèche.

Tout d'abord, le renfort non préformé est naturellement très épais, il occupe donc une épaisseur supérieure à celle de la cavité d'injection. De plus, lors du chauffage du moule pour atteindre la température de fabrication, il se peut que le renfort se décompacte (appelée décompaction à sec) (1). Durant l'injection de la résine, le renfort peut subir une deuxième décompaction due à la lubrification par la résine (appelée décompaction lubrifiée) (2). Ceci a pour effet de réduire l'espace libre entre le renfort et la membrane. Ensuite, le fluide de compaction est injecté et pousse la résine

tel qu'illustré dans le cas idéal (voir Figure 1-5). Cependant, la résine a peu d'espace pour progresser vers l'évent dans l'espace libre au-dessus de la préforme, elle doit donc progresser dans le renfort, ce qui est plus long. La progression du front du fluide de compaction dans la cavité de compaction étant plus rapide, le front du fluide de compaction fini par dépasser celui de la résine. À partir de ce moment, le fluide de compaction compacte le renfort non imprégné proche de l'évent, réduisant ainsi sa perméabilité. La membrane étant en contact avec le renfort, l'imprégnation transverse n'est plus possible et devient longitudinale. Comme la perméabilité du renfort a chuté, la résine atteint l'évent du moule en passant par des canaux préférentiels sur les bords du moule et enferme une zone sèche. Une fois le tuyau d'évent fermé, la taille de la zone sèche diminue car l'imprégnation du renfort se poursuit sous l'effet combiné des forces visqueuses (car la résine est sous pression) et des effets capillaires. Il faut noter qu'il est possible de limiter la décompaction à sec en appliquant une pression sur le renfort avec la membrane pendant le chauffage du moule. Il faudra quand même enlever cette pression au moment d'injecter la résine, ce qui fait qu'une certaine décompaction à sec sera possible.

#### 2.3.4.2 Influence des paramètres de fabrication

Il est d'abord intéressant de comprendre l'influence des paramètres de fabrication sur la taille de la zone sèche. L'effet de  $V_f$  et de  $P_v$  est décrit sur la Figure 2-9, montrant que la taille de la zone sèche augmente quand  $V_f$  augmente et quand  $P_v$  diminue (i.e. quand le vide est moins complet).



Figure 2-9 : Évolution du volume de la zone sèche avec  $V_f$  (pièces fabriquées avec  $P_c = 600$  kPa et  $P_v = -95$  kPa) (a) et avec  $P_v$  (pièces fabriquées avec  $P_c = 600$  kPa et  $V_f = 62$  %) (b).

Deux hypothèses peuvent ici être formulées pour expliquer ces résultats. Premièrement, augmenter  $V_f$  revient à diminuer la quantité de résine injectée. Le croisement des fluides aurait alors lieu plus tôt, créant une zone sèche initiale plus grande. Deuxièmement, augmenter  $V_f$  pour une  $P_c$  constant revient à diminuer  $P_r$ , ce qui aura tendance à ralentir l'imprégnation de la résine dans la zone sèche. Le fait que l'augmentation de  $P_v$  diminue la taille de la zone sèche va aussi dans ce sens. Finalement, s'il y a imprégnation dans cette zone, alors il devrait être possible de retirer la zone sèche en laissant le temps à la résine d'imprégner la totalité de la zone sèche. Par conséquent, allonger le temps de solidification de la résine devrait permettre de l'éliminer.

#### 2.3.4.3 Effet du temps de gel

Afin de confirmer l'affirmation précédente, la même résine a été reformulée avec moins de catalyseur pour tripler son temps de solidification. Deux pièces ont alors été fabriquées avec cette nouvelle résine, avec les mêmes paramètres de fabrication que dans le précédent plan d'expériences. Ces fabrications sont détaillées dans le Tableau 2-2.

Nom pièce	V <sub>fcible</sub> (%)	Pc (kPa)	Pv (kPa)	Volume zone sèche (cm <sup>3</sup> )
P2_60_6_95	60	600	-95	0.44
P2*_58_6_95	60	600	-95	0.0
P2_62_6_0	62	600	0	9.8
P2*_62_6_0	62	600	0	pprox 0.0

Tableau 2-2 : Comparaison des plaques avec la résine originale et la résine reformulée (\*).

Les deux nouvelles plaques n'ont subi qu'une inspection visuelle car la zone sèche a été enlevée dans les deux cas. Il existe une très petite zone sèche pour la pièce P2\*\_62\_6\_0, mais sa taille n'est pas mesurable. La Figure 2-10 montre la différence entre deux plaques avec un temps de gel court et long.



Figure 2-10 : Photos des plaques avec résine originale (a) et résine reformulée (b) avec les mêmes paramètres de fabrication ( $P_c = 600$  kPa,  $V_f = 62$  %,  $P_v = 0$  kPa).

Augmenter le temps de gel permet donc de réduire ou d'enlever la zone sèche. Ce n'est cependant pas une solution idéale car ceci rallonge le temps de fabrication. De plus, l'imprégnation longitudinale dans cette zone est dominée par la capillarité qui tend à emprisonner des vides macroscopiques. Il se peut donc que cette zone soit de moins bonne qualité que le reste de la pièce imprégnée à travers l'épaisseur, mais ce point n'a pas été vérifié.

L'apparition des zones sèches réduit la fenêtre de paramètres de fabrication acceptables du procédé d'injection flexible. Cependant, ni l'augmentation de  $P_r$  ou du temps de gel ne sont des solutions acceptables car elles n'enlèvent pas le croisement des fluides et l'imprégnation longitudinale après ce croisement. Afin d'assurer une imprégnation transverse sur l'ensemble de la pièce, il faudrait empêcher la préforme de se décompacter lors du chauffage du moule et de l'injection de la résine. De plus, il faudrait contrôler l'espace entre la préforme et la membrane pour amener la résine plus près du port d'évent lors de l'injection de la résine, puis permettre à la résine de circuler plus rapidement que le fluide de compaction. Le préformage peut donner les propriétés requises au renfort à cette fin.

## 2.4 Fabrications avec préformage

Une série de fabrications a été réalisée en ajoutant une étape de préformage et en gardant les mêmes matériaux que dans le plan d'expériences précédent. L'objectif est de valider que cette étape permet d'améliorer le schéma de remplissage. Il a aussi été décidé de valider les observations réalisées par Causse (2011) sur l'effet du préformage sur le comportement en compaction du renfort (montré sur la Figure 1-14), cette fois à des  $V_f$  de préformage ( $V_{f,p}$ ) plus élevés.

## 2.4.1 Technique de préformage

Dans cette étude, un préformage par pulvérisation a été utilisé. Cette technique consiste à appliquer un tackifiant liquide sur les deux côtés de chaque couche de la préforme à l'aide d'un pistolet à peinture. Le tackifiant était la même résine utilisée pour la fabrication. Sa quantité totale représentait environ 1 % de la masse des fibres et il était appliqué sur chaque face de chaque pli. La préforme était alors compactée entre deux plaques rigides dont l'espacement était contrôlé. Ces plaques étaient finalement chauffées pour polymériser le tackifiant.

#### 2.4.2 Caractérisation de l'effet du préformage sur la courbe de compaction

Une étude complète a été menée avec le renfort de verre utilisé lors des précédents plans d'expériences. Le comportement en compaction du renfort non préformé et préformé à différents  $V_{f,p}$  a été étudié d'abord dans une machine d'essai, puis dans des conditions de fabrication réelles.

#### 2.4.2.1 Caractérisation dans une machine d'essais

Cette étude a été réalisée sur une machine de traction-compression INSTRON équipée de plateaux de compression parallèles. Trois types de préforme ont été fabriquées à différents  $V_{f,p}$ . Des échantillons de 50 mm x 50 mm ont été découpés dans chacune d'elle et leur réponse en compaction-relaxation a été caractérisée. Le but est d'obtenir la courbe de compaction de la préforme relaxée à un temps correspondant au temps de solidification de la résine car c'est le moment à partir duquel aucun changement de l'équilibre de consolidation n'est possible. Pour obtenir cette courbe, l'essai suivant est réalisé :

- 1. Compaction à 10 mm/min jusqu'à l'épaisseur correspondant au  $V_f$  de l'essai.
- 2. Maintien de cette épaisseur pendant 30 minutes.
- 3. Décompaction à 10 mm/min.

Pour cet essai, la valeur retenue est la pression après un temps de relaxation égal au temps de solidification de la résine à la température de fabrication. Cette valeur a été caractérisée dans une étude précédente. Cet essai est répété trois fois (avec un nouvel échantillon à chaque fois) pour un  $V_f$  d'essai donné afin d'obtenir des valeurs statistiquement représentatives, donnant ainsi un point avec ses écarts type comme montré sur la Figure 2-11. La courbe de compaction relaxée est finalement construite en interpolant les points précédemment obtenus avec une loi de puissance (voir équation 1.7). Cette courbe est à différencier d'une courbe de compaction obtenue en une seule compaction dynamique sur un renfort, elle est identifiée comme « relaxée » car elle est construite à partir de données mesurées après relaxation du renfort.



Figure 2-11 : Courbe de compaction relaxée du renfort non préformé.

#### 2.4.2.2 Résultats

La série d'essais décrite précédemment pour obtenir une courbe de compaction relaxée a été réalisée sur le renfort non préformé, puis sur le même renfort préformé à un  $V_{f,p}$  de 61, 65 et 70 %. Les courbes interpolées sont superposées sur la Figure 2-12, les points expérimentaux ont été retirés pour des raisons de lisibilité.



Figure 2-12 : Courbes de compaction relaxées du renfort non préformé et préformé à différents  $V_{f,p}$ .

Tout d'abord, ce résultat permet de valider la conclusion préliminaire de Causse (2011) : le préformage décale la courbe de compaction vers la droite, et plus  $V_{f,p}$  augmente, plus le décalage est important. De plus, la courbe de compaction du renfort préformé coupe celle du renfort non préformé proche de  $V_{f,p}$ . Ce résultat est très intéressant car il montre qu'il est possible de moduler le comportement en compaction pour adapter la réponse du renfort en fonction du  $V_f$  souhaité lors de la fabrication. À priori, il est préférable de fabriquer à des  $V_f$  inférieurs à  $V_{f,p}$  car, dans ce cas-là,  $P_r$  est augmentée par rapport au cas du tissu non préformé.

#### 2.4.3 Caractérisation dans le moule de fabrication

Le comportement en compaction d'un renfort n'est pas le même dans une machine de compaction et dans le moule de fabrication. La température et la lubrification du renfort par la résine sont en effet susceptibles de modifier la courbe de compaction d'une manière encore inconnue. Pour ces raisons, des essais de fabrication ont été réalisés avec le même préformage que précédemment réalisé afin de mesurer le comportement de la préforme en situation réelle.

#### 2.4.3.1 Description des essais

Pour chaque fabrication, la  $P_r$  est déterminé au temps de solidification de la résine (Figure 2-3). Connaissant  $P_c$ , il est alors possible de calculer  $\sigma_f$  par la loi de Terzaghi (équation 1.3). Une courbe de compaction a été obtenue pour le renfort non préformé en réutilisant les résultats du plan d'expériences sans préformage (avec les fabrications à  $P_c = 600$  kPa et  $P_v = -95$  kPa). Les valeurs obtenues avec différents renforts préformés sont alors comparées à cette courbe. Les fabrications réalisées pour cette étude sont détaillées dans le Tableau 2-3.  $P_c$  et  $P_v$  étaient les mêmes que celles ayant servi au tracé de la courbe sans préformage.

Nom pièce	V <sub>f,p</sub> (%)	$V_{f}(\%)$
P3_60_61_6_95	61	60
P3_60_61_6_95_2	61	60
P3_62_65_6_95	65	62
P3_66_70_6_95	70	66

 Tableau 2-3 : Fabrications réalisées pour la comparaison du comportement en compaction avec et sans préformage dans le moule.

#### 2.4.3.2 Résultats

La Figure 2-13 montre les résultats obtenus pour les fabrications avec préformage, qui sont comparés avec le comportement en compaction du renfort non préformé dans le moule. Ces fabrications étant réalisées à un  $V_f$  inférieur à  $V_{f,p}$ , les points doivent être en-dessous de la courbe sans préformage pour confirmer la modification du comportement en compaction observée avec la machine d'essai. Il est possible de voir en Figure 2-13 que c'est bien le cas. L'effet positif du préformage est donc validé dans différentes situations de fabrication. En diminuant  $\sigma_f$  à  $V_f$  donné, le préformage a permis d'augmenter la  $P_r$  pour  $P_c$  fixé.



Figure 2-13 : Comparaison du comportement en compaction du renfort préformé et non préformé dans le moule.

# 2.5 Caractérisation de l'effet du préformage sur le schéma de remplissage

Afin de qualifier l'effet du préformage sur le schéma d'imprégnation du renfort, le temps mis par la résine pour sortir du moule a été comparé sur des fabrications avec et sans. Ce temps est mesuré entre la fin de l'injection de la résine et le moment où le capteur de pression dans la résine à l'évent détecte une pression (Figure 2-3). Ces temps ont été mesurés pour les fabrications décrites au Tableau 2-3 et leur équivalent sans préformage, ils sont comparés sur la Figure 2-14.



Figure 2-14 : Comparaison du temps de sortie de la résine pour des pièces avec et sans préformage.

Ces résultats montrent que la résine sort plus vite du moule avec un renfort préformé. Cet avantage non négligeable pourrait indiquer que le préformage a empêché le croisement des fluides lors de l'injection du fluide de compaction. Le fait que les pièces fabriquées ne présentaient aucune zone sèche (alors que leur équivalent sans préformage en avait) amène aussi à conclure dans ce sens.

Les résultats présentés dans les sections 2.2 à 2.5 ont fait l'objet d'un article de conférence présenté à la 19<sup>ème</sup> conférence internationale sur les matériaux composites (ICCM19) qui a eu lieu à Montréal du 28 juillet au 2 août 2013 (Renaud et al., 2013).

## 2.6 Sélection d'un tackifiant compatible avec les matériaux Safran

#### 2.6.1 Mise en contexte

S'il est clair que le préformage est nécessaire au procédé d'injection flexible, il est aussi susceptible de créer des défauts dans le composite. Comme expliqué dans le Chapitre 1, le tackifiant utilisé pour préformer prend la place de la matrice en certains endroits dans le composite. L'interface entre la matrice et le tackifiant est donc critique pour les propriétés mécaniques de la pièce, de même que les propriétés mécaniques du tackifiant lui-même. Partant de ce constat, il a été décidé de maximiser la compatibilité tackifiant-matrice en utilisant la matrice elle-même comme base du

tackifiant. Cette décision allait de plus dans le sens de la certification de la pièce carter, déjà réalisée avec cette résine. Ces procédures étant longues et coûteuses, il était difficile d'envisager l'utilisation d'un nouveau produit. Cependant, cette résine est très visqueuse à température ambiante. Elle est donc très difficilement pulvérisable avec un pistolet à peinture. Deux pistes ont alors été explorées afin de réduire sa viscosité pour rendre cette pulvérisation possible : le chauffage et la dilution.

Dans une étude précédente, il a été montré que chauffer la résine permet de la pulvériser de manière satisfaisante. Cette solution technique est toutefois coûteuse et difficile d'opération. Ces conclusions ont alors motivé à concentrer l'étude sur la pulvérisation à température ambiante. Pour cela, il est nécessaire de diminuer la viscosité de la résine en la diluant. Il existe deux grands types de diluants pour diluer les résines époxy. Ceux dits « réactifs », qui participent à la réaction de polymérisation et s'insèrent dans la chaîne du monomère et ceux « non réactifs » qui, par opposition, ne participent pas à cette réaction. Ces derniers sont généralement des substances volatiles qui s'évaporent lors de la polymérisation de la résine. Le choix du tackifiant consiste à trouver le mélange (type et concentration de diluant) qui permet la pulvérisation de la résine. Il faut de plus que la dilution impacte le moins possible les propriétés mécaniques de la résine une fois polymérisée.

#### 2.6.2 Matériaux utilisés

La résine utilisée est une époxy Diglycidyl Ether de Bisphenol F (DGEBF). Les diluants suivants ont été testés car ils sont susceptibles d'être compatible avec les résines époxy :

- Diluants non réactifs : Acétone, Methyl Ethyl Ketone (MEK), Styrène, Méthacrylate de Méthyle (MMA), isopropanol.
- Diluants réactifs : (Epodil LV5, 749 et 759, Air Products) et (Heloxy 61, Momentive).

#### 2.6.3 Caractérisation rhéologique

Dans un premier temps, différents mélanges ont été testés dans un rhéomètre (MCR 501, Anton Paar) en configuration couette. Le but de l'étude est d'isoler les formulations qui ont une viscosité de 1 Pa.s à 25 °C, ce qui permet une bonne pulvérisation au pistolet à peinture d'après les expériences passées. L'essai consistait à mesurer la viscosité du mélange lors d'une rampe de 15 °C à 30 °C à 1 °C/min, avec un taux de cisaillement de 10 s<sup>-1</sup>. Ce dernier a été fixé pour pouvoir

comparer les essais entre eux, mais n'est pas représentatif des taux de cisaillement créés dans une buse de pulvérisation qui ne sont pas atteignables avec un rhéomètre. Chaque essai était répété deux fois pour un mélange donné. Les mélanges testés sont décrits dans le Tableau 2-4, le taux de dilution est affiché en parties pour cent de résine (PHR).

	10 PHR	15 PHR	20 PHR	25 PHR	30 PHR	35 PHR	Remarques
Heloxy 61				X	Х	Х	Maxi. conseillé : 20 PHR
Epodil LV5				х	х	х	N.A.
Epodil 749				х	х	х	Maxi. conseillé : 25 PHR
Epodil 759				x	х	х	Maxi. conseillé : 25 PHR
Isopropanol		x	x				Insoluble dans la résine
Styrène		х	х	х	х		N.A.
Acétone	х	х	х	х			N.A.
MMA		х	х	х	х		N.A.
MEK				X			N.A.

Tableau 2-4 : Mélanges testés en rhéologie.

Les plages de taux de dilution ont été choisies grâce à des essais préliminaires. Il faut noter que la plupart des diluants réactifs sont utilisés au-delà des valeurs conseillées par le fabricant. Ils expliquent en effet que cela pourrait réduire les propriétés mécaniques de la résine, ce qui a été vérifié dans la section suivante. Pour ne pas alourdir le document, seules les valeurs de viscosité des mélanges à un taux de dilution de 25 PHR sont détaillées sur la Figure 2-15. Les données de viscosité sur l'ensemble de la rampe de température y sont tracées.



Figure 2-15 : Synthèse des résultats de rhéologie sur les mélanges résine/diluants à 25 PHR.

Il est possible de constater que les diluants réactifs permettent des réductions de viscosité de la résine moins importantes que les diluants non-réactifs. De plus, tous les mélanges dont la viscosité à 25 PHR est au-dessus de 1 Pa.s ont été exclus. Les diluants retenus sont donc l'acétone, le MEK et l'Heloxy 61. Même si ce dernier ne respecte pas le critère, il semblait intéressant de comparer l'impact d'un diluant réactif sur les propriétés mécaniques de la résine comparé aux deux autres sélectionnés qui sont non réactifs. Par soucis de concision, l'influence de la dilution sur les propriétés mécaniques de la résine est présentée dans l'annexe A. Ces résultats ne montrent pas d'influence de la dilution à l'acétone ou au MEK sur le comportement en flexion à la rupture de la résine alors que l'Heloxy 61 rendait la résine très fragile. Il a finalement été recommandé d'utiliser l'acétone à 20 PHR principalement parce que ce taux de dilution permettait la pulvérisation. Le MEK a été écarté parce qu'il semble plus dangereux à utiliser.

## CHAPITRE 3 PRÉSENTATION DES ARTICLES ET COHÉRENCE AVEC LES OBJECTIFS

Deux articles scientifiques ont été rédigés lors de ce projet de doctorat. Ils répondent à l'objectif 3 qui consiste à améliorer la compréhension des phénomènes intervenant durant l'étape de préformage. Le premier article, présenté dans le Chapitre 4, traite de la caractérisation du comportement en compaction des renforts 3D interlock de carbone lors de l'étape de préformage, L'influence du mouillage à l'eau et de la température de compaction, utilisés lors du préformage, y est particulièrement décrite. Le deuxième article, présenté dans le Chapitre 5, concerne l'étude de l'impact d'un préformage à base de tackifiant sur le comportement de renforts 3D interlock de carbone lors de fabrications en injection flexible. Il faut noter que, pour des raisons matérielles, différents types de renforts 3D interlock ont été utilisés alors qu'un renfort à 4 couches a été étudié dans le deuxième. L'idéal aurait été d'utiliser le renfort 4 couches dans le premier article car c'est aussi celui utilisé dans l'étude du préformage du carter. Toutefois, les tendances obtenues dans le premier article sont applicables au renfort 4 couches puisqu'il est tissé avec les mêmes fibres de carbone exactement. Les deux sections suivantes présentent les articles et comment ils répondent à certains des objectifs du projet de doctorat.

# **3.1** Article 1 : Creep compaction behavior of 3D carbon interlock fabrics with lubrication and temperature

Cet article porte sur la caractérisation expérimentale du comportement en compaction en fluage des renforts 3D interlock de carbone et son évolution en présence d'eau et de hautes températures. Cette étude répond à l'objectif 3.1 qui consiste à caractériser le comportement en compaction du renfort lors de l'étape de préformage. Les résultats obtenus permettront à terme d'engranger des connaissances afin de déterminer quelle pression de préformage appliquer au renfort pour l'amener au  $V_f$  de préformage voulu. Dans cet article, le comportement en fluage a été caractérisé à une pression de compaction constante de 300 kPa sous différentes conditions de compaction. Cette pression a été choisie pour que l'effet de la lubrification et de la température sur le comportement en compacté
(pression trop importante) ou pas assez. Les principales réalisations et résultats décrits dans cet article ont répondu à l'objectif. Ils sont les suivants :

- Caractérisation de l'effet du taux de lubrification à l'eau sur le comportement d'un renfort à température ambiante.
  - La lubrification à l'eau accélère la compaction et permet la compaction à des  $V_f$  plus élevés que le renfort sec.
- Caractérisation de l'effet de la température de compaction sur le comportement de trois renforts secs avec une rampe de chauffage de 10 °C/min et identification de la dépendance de l'effet de la température aux paramètres de tissage.
  - $\circ$  La température de compaction accélère encore la compaction et permet la compaction à des  $V_f$  encore plus élevés que le même renfort lubrifié.
  - Un renfort dont le comportement en compaction est principalement dirigé par l'écrasement de ses torons semble plus influencé par la température que s'il était dirigé par la flexion des torons.
- Caractérisation du comportement en combinant l'effet de l'eau et de la température, avec deux rampes de chauffage (10 °C/min et 1 °C/min), sur un renfort.
  - Le renfort a été compacté à encore plus haut  $V_f$  en cumulant les deux paramètres de compaction avec un taux de chauffage de 10 °C/min.
  - Réduire le taux de chauffage à 1 °C/min a permis d'atteindre un V<sub>f</sub> encore plus élevé qu'à 10 °C/min.
  - L'effet de l'eau et de la température semblent mathématiquement cumulatifs dans le cas où le chauffage est assez lent pour que l'effet de la lubrification à l'eau ait le temps de se stabiliser avant le séchage complet de la préforme.
- Caractérisation de l'influence de la température sur le comportement d'un renfort désensimé et comparaison au comportement du même renfort ensimé.
  - Le renfort désensimé n'a quasiment plus de comportement viscoélastique à température ambiante et son comportement n'est plus influencé par la température.

 L'ensimage des fibres semble donc agir comme un lubrifiant lorsqu'il est chauffé à haute température.

L'article a été soumis au journal « *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing* » le 4 Février 2016 et accepté le 16 Avril 2016 (Renaud, Vernet, et al., 2016). Ce journal porte sur la science des matériaux composites et, plus spécifiquement, ce qui a attrait à leur fabrication et leur utilisation. Un certain nombre de publications traitant du comportement en compaction des renforts fibreux utilisés dans les composites sont publiés dans ce journal, ce qui le rend tout à fait adapté à cette publication. À noter qu'une version préliminaire de ces travaux a été présentée sous forme de poster à la 12<sup>ème</sup> conférence internationale sur les composites textiles (Texcomp-12) qui a eu lieu à Raleigh du 26 au 29 mai 2015 (Renaud et al., 2015).

La rédaction de cet article a été effectuée en totalité par le premier auteur tandis que les co-auteurs sont intervenus lors de l'exploitation des résultats expérimentaux. Les essais sur renfort à température ambiante (caractérisation de l'effet de la lubrification à l'eau) ont été réalisés par Quentin Vialle. Ceux concernant l'effet de la température ont été réalisés par Alexandre Hautefeuille. Les autres essais ont été réalisés par le premier auteur.

Cet article a permis d'identifier l'effet de deux conditions importantes utilisées lors du préformage, le mouillage à l'eau et le chauffage à haute température, sur le comportement d'un renfort 3D interlock de carbone compacté à pression constante, comme avec une membrane par exemple. Si les résultats ne permettent pas de connaître quelle pression appliquer sur un renfort pour le compacter au  $V_f$  voulu, en fonction du taux de lubrification et de la température, il permet de mettre en lumière l'importance de prendre en compte ces paramètres. En effet, la caractérisation du comportement en compaction des renforts a souvent lieu à sec et à température ambiante, ce qui n'est finalement pas forcément représentatif de ce qu'il subit en réalité. Il faut noter que la principale découverte de cette publication concerne l'effet de la température sur le comportement en compaction de renforts bruts, qui n'a à priori jamais été étudié sur aucune structure de renfort.

# 3.2 Article 2 : Decompaction of preformed 3D carbon interlock fabric during the manufacturing with the flexible injection process

Cet article porte sur la caractérisation de l'impact d'un préformage à base de tackifiant sur le comportement d'un renfort 3D interlock de carbone pendant la fabrication avec le procédé IF. Cette

étude répond à l'objectif 3.2 qui consiste à connaître l'évolution du comportement de la préforme pendant la fabrication en fonction des paramètres de préformage et d'estimer comment cela influence la fabrication. Cette recherche se base sur les résultats obtenus dans les travaux préliminaires (Chapitre 2), qui ont permis de montrer qu'il est important de minimiser la décompaction du renfort pendant la fabrication en IF afin d'assurer un schéma d'imprégnation ne créant pas de défaut dans la pièce. Plus précisément, il existe deux décompactions pendant la fabrication. La première a lieu lors du chauffage du moule alors que la préforme n'est pas compactée par la membrane (appelée décompaction à sec), la deuxième a lieu lors de l'injection de résine et est due à la lubrification du renfort par cette dernière (décompaction lubrifiée). Aussi, comme montré en introduction, il est important de connaître la portion de la pression de compaction reprise par le renfort (appelée contrainte effective  $\sigma_t$ ) lors de l'étape de consolidation (voir équation 1.3) afin d'estimer la pression dans la résine lors de l'étape de consolidation. L'étude consistait d'abord à caractériser expérimentalement ces deux décompactions ainsi que  $\sigma_f$  pour un renfort 3D interlock de carbone, en fonction de différents paramètres de préformage. Ces résultats ont ensuite été utilisés dans un calcul analytique permettant d'estimer la décompaction d'une préforme lors de la fabrication d'une plaque plane rectangulaire. Les principales réalisations et résultats décrits dans cet article sont les suivants :

- Caractérisation du comportement du renfort préformé sans tackifiant afin d'avoir une base de comparaison pour les résultats suivants.
  - Même si le renfort est compacté à haut V<sub>f</sub> pendant la première phase du préformage, il décompacte fortement à sec puis retourne complètement à son épaisseur initiale lorsqu'il est lubrifié par la résine.
  - o Les deux décompactions sont quasi-instantanées.
- Caractérisation de l'effet des paramètres de préformage sur le comportement de la préforme (taux de tackifiant dans le renfort, taux de dilution du tackifiant à l'acétone et pression de préformage).
  - Augmenter un paramètre de préformage à la fois permet de diminuer les deux décompactions et de retarder la décompaction lubrifiée.

- Augmenter la pression de préformage a un effet moins significatif sur la décompaction que les deux autres paramètres.
- Cumuler les paramètres de préformage ayant minimisé la décompaction a permis d'obtenir la meilleure réduction des deux décompactions dans l'étude.
- La contrainte effective de la préforme est faible dans l'ensemble des cas caractérisés et ne semble pas être influencée par un paramètre de préformage.
- Calcul analytique de la décompaction d'une préforme lors de l'étape d'injection de résine dans une fabrication avec le procédé IF (l'étape d'injection du fluide de compaction n'a pas été simulée).
  - Une simulation de remplissage avec le logiciel PAM-RTM a été utilisée puis les lois de décompaction lubrifiées précédemment caractérisées ont été insérées dans un code Matlab pour calculer la forme de la préforme décompactée.
  - L'étude montre qu'augmenter le débit d'injection de la résine permet de diminuer la décompaction réelle de la préforme en fin d'étape d'injection de résine.
  - À des débits d'injection représentatifs de fabrications en laboratoire, il a été montré qu'un préformage utilisant les plus faibles valeurs de paramètres testés suffisait à réduire la décompaction pour permettre, en théorie, un schéma d'imprégnation correct.

L'article a été soumis au journal « *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing* » le 4 Juillet 2016. Ce journal porte sur la science des matériaux composites et, plus spécifiquement, ce qui a attrait à leur fabrication et leur utilisation. Un certain nombre de publications traitant du préformage des renforts ainsi que de la simulation des procédés, ce qui le rend tout à fait adapté à cette publication. À noter qu'une version préliminaire de ces travaux a fait l'objet d'un article présenté à la conférence de la société pour l'avancement des matériaux et de l'ingénierie des procédés (SAMPE) qui a eu lieu à Long Beach du 23 au 26 mai 2016 (Renaud, Ruiz, et al., 2016).

La rédaction de cet article a été effectuée en totalité par le premier auteur tandis que les co-auteurs sont intervenus lors de l'exploitation des résultats expérimentaux. L'ensemble des caractérisations expérimentales et des calculs analytiques a été faite par le premier auteur. Maria Benavente a fortement aidé à la mise en place de la simulation de remplissage tandis que la rédaction du code

Matlab permettant de faire le calcul de la décompaction de la préforme a été faite par le premier auteur.

Cet article permet de quantifier l'impact des paramètres de préformage sur le comportement des préformes en fabrication IF. Ceci représente une avancée puisqu'elle permet un meilleur ajustement des stratégies de préformage à un cas donné et fournit une méthode de caractérisation simple et facilement reproductible.

## CHAPITRE 4 ARTICLE 1 : CREEP COMPACTION BEHAVIOR OF 3D CARBON INTERLOCK FABRICS WITH LUBRICATION AND TEMPERATURE

Joffrey Renaud<sup>a,\*</sup>, Nicolas Vernet<sup>b</sup>, Edu Ruiz<sup>a</sup>, Louis Laberge Lebel<sup>a</sup>

<sup>a</sup> NSERC-Safran Chair on 3D Composites for Aerospace, Polytechnique Montréal, Department of Mechanical Engineering, C.P. 6079, Station Centre-ville, Montréal (QC), H3C 3A7, Canada (joffrey.renaud@polymt.ca, edu.ruiz@polymtl.ca, lll@polymtl.ca)

<sup>b</sup> Safran Group, 75015 Paris, France (<u>nicolas.vernet@safran.fr</u>)

\* Corresponding author: joffrey.renaud@polymtl.ca

Published in Composites Part A: Applied Science and Manufacturing (16/02/16)

## Abstract

This study aims at understanding and improving the compaction of 3D carbon interlock fabrics with water lubrication, high temperature and a combination of them. The creep compaction behavior was characterized in a mechanical testing machine under different lubrication and temperature conditions. Three different interlock fabrics were studied at high temperature in order to assess the influence of the weaving pattern on the creep compaction behavior. Finally, an experimental study was carried out to point the impact of fiber sizing on the creep compaction behavior and its evolution with temperature. The results of this work demonstrate the strong impact of temperature and lubrication on the compaction ability of 3D interlock fabrics and its link to the fiber sizing.

## **Keywords**

- A. Carbon fibres
- A. 3-Dimensional reinforcement
- B. Creep
- B. High-temperature properties

## 4.1 Introduction

Composite materials are now widely used in aircraft structures [1]. These composite parts can be manufactured using Liquid Composite Molding (LCM) processes where dry reinforcement fabrics are placed in a mold and subsequently injected with resin. These processes involve a compaction of the reinforcement at different steps of the fabrication. Therefore, understanding the compaction behavior of composite textile fabrics is of great industrial relevance. It allows, for example, determining the force required to compact a fabric at a certain thickness or fiber volume content ( $V_f$ ). Moreover, when manufacturing large composite parts, reducing the required compaction force of the reinforcement has a direct effect on mold size and associated costs. In the past decades, researchers have estimated the compaction behavior of fabrics used for liquid composite molding [2-4]. However, previous studies mainly focused on traditional 2D woven fabrics.

3D woven fabrics for composite manufacturing have been in development for decades now [5] and have been used in specific industrial applications in recent years. They differ from 2D fabrics because the weaving has an out-of-plane direction allowing the attachment of several layers together. The 3D interlock, shown in Figure 4-1, differs from orthogonal architectures by the absence of tows in the through-thickness direction. The superposed weft tows are linked together by warp tows at consecutive upper or lower layers (see Figure 4-1). Consequently, warp tows present a certain out-of-plane waviness that is called through-thickness crimp. The compaction behavior of 3D woven fabrics has been recently studied [6-8] but not as widely as for 2D fabrics.



Figure 4-1 : Example of a 3D interlock fabric (from [34]).

Textile fabrics have a viscoelastic behavior in compaction [4, 9]. When the fabric is compacted and maintained at a certain thickness, the compaction force decreases with time until a stabilization is reached (i.e. relaxation). When a constant force is applied on the reinforcement, its thickness reduces with time (i.e. creep). Debnath et al. have shown that the compaction creep tend to follow a logarithmic decrease of thickness against time [10]. Analog logarithmic evolution of the compaction force with time is observed for the case of relaxation. To simplify the discussion in the rest of the document, the notion of compaction ability will be used. The higher the compaction ability of a fabric, the lower the relaxation force engaged to reach a certain thickness and the lower the crept thickness at a given compaction pressure.

To get a better understanding of fabric compaction behavior, researchers have focused on studying the main phenomena that govern it. Van Wyk first identified fiber bending as the main mechanism that governs the compaction of a bundle of randomly orientated wool fibers [11]. Later, Gutowski studied the compaction of a bundle of lubricated aligned fibers and drew similar conclusions [12, 13]. He observed that the transverse stiffness of a bundle of aligned fibers was very low compared to the stiffness of a single fiber. According to him, each fiber has a certain waviness and acts as a beam in bending when compacted. Based on this principle, he developed an elastic model to predict the transverse compaction force of the bundle. This model has been improved by other authors to model the compaction of woven fabrics [8, 14, 15]. For the single layer case, authors identified tow flattening and tow bending as the components of the total compaction force [15, 16]. These components are illustrated in Figure 4-2, showing that tow flattening tend to change its cross section to a more elliptical shape.





Tow bending reduces tow waviness and lengthen it. For the multilayer case, the sliding between layers (nesting) appeared as the third component dominating compaction behavior [14, 17]. This approach of compaction analysis was extended to 3D interlock fabrics by Vernet and Trochu [8]. They considered that compaction behavior is mainly governed by tow flattening and bending and developed a model to estimate the total compaction force of a fabric depending on weaving

parameters. The estimated compaction force was compared to experimental results on five different 3D interlock fabrics with good accuracy.

It is possible to increase the compaction ability of a fabric by using different techniques. For example, repeated compaction at the same thickness is a well-known technique that allows to progressively reduce the required compaction force [18, 19]. Using this idea, authors studied fabric compaction assisted with vibration and found good results for different ranges of frequencies [17, 20, 21]. Lubrication with water, oil and resins was also proven to be an efficient way to increase the compaction ability of a fabric [4, 22-25]. According to the authors, the lubricant reduces the friction between fibers and facilitates reorganization during compaction. Pure water is a commonly used lubricant due to its ease of removal by evaporation.

Results on the compaction ability of lubricated fabrics showed that this behavior is governed by friction between fibers at different scales. Authors studied the friction between fibers [26], tows [27, 28] and fabrics [27, 29]. Cornelissen et al. have shown that the relative humidity had a significant effect on the friction coefficient between two parallel carbon tows [28]. This tends to confirm the results of the impact of lubrication on fabrics compaction behavior. Moreover, the coefficient of friction between fibers is influenced by their surface finish. Roselman and Tabor have shown that oxidative treatments on carbon fibers tend to increase the friction between them. According to the authors, the oxidative treatment created edge planes on the fiber surface that increased roughness and the friction coefficient [26]. Cornelissen et al. investigated the impact of the presence of sizing on the friction between carbon fiber tows. It was observed that friction behavior at room temperature was not significantly modified by the sizing [28]. In composite applications, sizing is used to protect fibers during weaving and also to enhance adhesion between resin and fibers by increasing their chemical compatibility [30]. The sizing used for composite fibers is mainly constituted of polymer resins chemically compatible with the molding resin (e.g. epoxy). Thus, its viscosity and physical state are likely to change with temperature. If sizing becomes liquid enough to act as a lubricant, then it may modify the compaction behavior of a fabric. In the same line of thoughts, authors studied the effect of temperature on the compaction behavior of fabrics with a thermoplastic binder inserted between layers [31-33]. They observed that fabric compaction ability increased with temperature because the physical state of the binder changed from solid to viscous and then acted as a lubricant.

The results reviewed above indicate two approaches that could enhance the compaction ability of 3D carbon interlock fabrics. Firstly, water could be used as a lubricant. Secondly, fiber sizing viscosity could be reduced by heat and therefore amplifying its lubrication role. The following objectives were then defined for the present study. First, to demonstrate that it is possible to maximize the compaction of a 3D carbon interlock fabric using water lubrication, high temperature and a combination of both. Then, to study the relationship between compaction behavior, temperature and fiber sizing. Classical methods will be used for the characterization of fabric compaction behavior except that creep will be studied instead of relaxation that is characterized in the majority of existing studies. The results of this study will enhance an already large knowledge on composite fabric's compaction behavior by adding the effects of lubrication and temperature on 3D carbon interlock fabrics, so it constitutes the greatest novelty of this paper.

## 4.2 Materials and experimental setup

#### **4.2.1 Description of the 3D interlock fabrics**

The three-dimensional interlock fabrics studied in this work were all woven with carbon fibers (IM7, Hexcel), covered with a proprietary epoxy sizing. According to the manufacturer, the sizing weight ratio was between 0.8% and 1.2%. The weaving parameters of the three fabrics used in this study are described in Table 4-1.

_			
	Fabric A	Fabric B	Fabric C
Areal density (g/m <sup>2</sup> )	9958	14587	11831
Warp/weft ratio	70/30	50/50	60/40
Number of fibers per tow	48K/48K	48K/48K	48K/72K
Thickness at $V_f = 58\%$ (mm)	9.65	14.13	11.46
Number of interlock layers	7-8	8	8
Weaving pattern	1	2	2

Table 4-1 : Description of the weaving parameters of the three fabrics used in this study.

The warp/weft ratio represents the distribution of fibers in the warp direction versus the weft direction. The number of interlock layers corresponds to the number of stacked weft tows in the thickness direction. In the case of fabric A, this number alternates between 7 and 8 at every fabric

plait. Consequently, the number of interlock layers is specified as 7-8. Two different weaving patterns were studied and are identified as 1 or 2 in Table 4-1.

#### 4.2.2 Creep behavior testing

Fabric samples of 100 mm x 100 mm were tested in a universal testing machine equipped with a heated chamber and steel compaction plates. Since creep represents the fabric thickness reduction under a constant force, force-controlled compaction tests were realized to study the creep behavior of the fabrics. Samples were compacted at 10 mm/min until the testing force ( $F_{test}$ ) was reached.  $F_{test}$  corresponds to the force required to compact the sample at a compaction pressure ( $P_c$ ) of 3 bar.  $F_{test}$  was then maintained for 210 minutes to allow the stabilization of the creep behavior. As creep is studied in this work, the first compaction stage of the test was not analyzed nor displayed on figures. Compaction experiments were done at different water lubrication contents (lc), temperatures and heating rates ( $H_r$ ). The lubrication content corresponds to a percentage of the saturation of the fabric compacted at  $V_f = 58\%$ . Distilled water was used as lubricant and applied on samples at a given mass calculated as follows.

$$h = \frac{\rho_s}{\rho_v \cdot V_f}; \quad Vol = w \cdot l \cdot h; \quad Vol_p = Vol \cdot (1 - V_f); \quad m = \rho_{water} \cdot Vol_p \cdot lc$$
(4.1)

where w, l and h are the sample width, length and thickness respectively - Vol the sample volume - Volp the porosity volume - m the mass of water -  $\rho_s$  the areal weight of the fabric -  $\rho_v$  and  $\rho_{water}$ the volumetric weight of carbon and water. The samples were heated to reach the test temperature ( $T_{test}$ ) with two different techniques. The first approach consisted in pre-heating the environmental chamber and compaction platens at  $T_{test}$  before inserting the sample (which was at room temperature) and launching the test. As shown in Figure 4-3, this technique resulted in an average heating rate of the sample of 10 °C/min, measured at the core of the sample. Note that the sample temperature at t = 0 min is higher than room temperature because it heated up during the compaction step of the test. The second approach consisted in starting the compaction test and the heating of the chamber and sample simultaneously, resulting in average heating rate of 1 °C/min. In Figure 4-3, a plateau is observed at around 100 °C due to the evaporation of the water in the sample. Finally, creep tests were repeated three times for every condition.



Figure 4-3 : Temperature measured in the center of the fabric sample in experiments at  $T_{test} = 160$ °C and lc = 96% for two heating ramps (compaction stage of the test is not shown).

#### 4.2.3 Testing equipment

To ensure a proper alignment of the compaction platens, their parallelism was verified before each experiment by applying a compaction force of 30 N and measuring the gaps with calibrated shims. The maximum gap allowed was of 0.1 mm, which corresponds to a range of parallelism error of [0.7 - 1.2] % for a range of measured thickness of [8.6 - 15.3] mm. The deformation of the experimental setup at  $F_{test}$  was characterized before every test by doing a plate-to-plate compaction test. For  $H_r = 10$  °C/min, a single value of the setup deformation at  $T_{test}$  was measured. For  $H_r = 1$  °C/min, the evolution of the setup deformation with time was measured at  $F_{test}$  until  $T_{test}$  was stabilized. The evolution of fabric thickness ( $h_{fabric}$ ) and  $V_f$  with time was finally calculated by applying the following equations.

$$h_{fabric}(t) = h_{fab-test}(t) + d_{rig-test}(t)$$
(4.2)

$$V_f(t) = \rho_s / (\rho_v \cdot h_{fabric}(t))$$
(4.3)

where *t* is creep time -  $h_{fabric}$  the corrected sample thickness -  $h_{fab-test}$  the data obtained from the sample compaction test -  $d_{rig-test}$  the deformation of the testing equipment.

#### 4.2.4 Fabric desizing

Fabric A was desized in order to observe the impact of fiber sizing on its creep compaction behavior. The desizing technique consisted in drying the samples at 130 °C, for 4h followed by a carbonization of the polymer sizing at 300 °C for 48h in air. The mass loss was calculated by comparing the mass of the sample after drying and after desizing. This procedure was firstly characterized in thermogravimetry (TGA) on chopped tows taken from the same fabric. Three tests were realized and the evolution of the averaged mass loss with time is displayed on Figure 4-4a. The total mass loss measured  $(0.943 \pm 0.007\%)$  is consistent with the sizing content applied by the fiber manufacturer (see section 4.2.1). However, the mass loss evolution did not stabilize after 48h, indicating that there were still sizing to be removed or that a degradation of the carbon fibers occurred at high temperature. For better understanding, the surface finish of the fibers after desizing was observed in Scanning Electron Microscopy (SEM) as presented on Figure 4-4b and c. The fiber surface after desizing is smooth and absent of apparent sizing residues. This illustrates some level of sizing removal. This smooth surface finish also tends to indicate that no significant fiber degradation occurred during the heat treatment. Fabric desizing in a conventional laboratory oven was also validated with similar results. Finally, six samples of fabric A were desized in the same oven using this technique. The average mass loss was of  $1.07 \pm 0.10\%$ , which is consistent with the manufacturer values and the TGA validations.



Figure 4-4 : Evolution of the mass loss with time during TGA tests at 300 °C on IM7 fibers (a) and SEM image of the fiber with sizing (b) and after desizing (c).

### 4.3 Results and discussion

Creep curves shown in figures 5a to 9a correspond to the average of three tests carried out for each compaction condition. The average was calculated every 0.1 seconds. Errorbars correspond to the standard deviation calculated and displayed every 30 minutes for clarity purposes. During a creep test, the  $V_f$  increases at a high rate at the beginning of the experiments until reaching a plateau. Three parameters were selected to study the experimental creep data. The initial and final fiber volume contents ( $V_{f,0}$  and  $V_{f,210}$  respectively), taken at the beginning and end of the creep (i.e. at t = 0 min and t = 210 min). The stabilization time represents the delay required for the evolution of  $V_f$  to reach a plateau. It was characterized by calculating the slope of the creep curve for a given dry fabric at  $T_{test} = 25$  °C and t = 210 min. Stabilization time in other compaction conditions then corresponded to the time required to reach the same slope. The evolutions of these parameters with compactions conditions are displayed in figures 5b to 9b.

#### **4.3.1** Impact of lubrication at ambient temperature

Fabric A was tested at ambient temperature for lc of 0% (dry), 12%, 48% and 96% as shown in Figure 4-5a. According to these results, increasing lc shifted creep curves to higher values of  $V_{f}$ .

This confirms that water lubrication increased the compaction ability of the fabric. The impact of lc on  $V_{f,0}$ ,  $V_{f,210}$  and stabilization time is then summarized in Figure 4-5b. Increasing lc allowed to increase  $V_{f,0}$  and  $V_{f,210}$  and decrease the stabilization time. The improvement of  $V_{f,0}$  indicates that dynamic compaction prior to creep was affected by water lubrication. Stabilization time was also affected by lubrication. Creep stabilization of a fully water saturated fabric (lc = 96%) was reached three times faster than a dry fabric (from 210 min to 74 min). Those results on 3D fabrics are consistent with published data of relaxation tests on 2D fabrics [4, 22-25]. Moreover, the  $V_f$  gain with lubrication at  $t = 0 \min (\Delta V_{f,0}^{lc} = 5.7\%)$  was nearly the double of the  $V_f$  gain at 210 min  $(\Delta V_{f,210}^{lc} = 3.0\%)$ . It illustrates that lubrication had a greater impact at the beginning of the creep than at the end. As it is visible on the general shape of a fabric compaction curve [9, 22, 24], the more compacted the fabric (i.e. the higher the  $V_f$ ), the more difficult to compact it. In a creep test, the fabric is more and more compacted. Consequently, its compaction behavior is easier to modify at the beginning of the test than at the end. Finally, it is worth noting that all three parameters improve up to lc = 48%, while for higher lubrication contents, they did not significantly change. It means that most of the fiber-fiber contacts were already lubricated. This finding is of relevance because for lower *lc*, the drying time of the preform is shorter. This would create savings both in manufacturing time and heating energy in applications where fabric lubrication with water is required to compact the fibrous preform.



Figure 4-5 : Impact of *lc* on creep compaction behavior of fabric A tested at 25 °C (a) and on creep stabilization time and on initial and final creep fiber content ( $V_{f,0}$  and  $V_{f,210}$ ) (b).

#### 4.3.2 Impact of temperature on dry fabrics

#### 4.3.2.1 Fabric A

Fabric A was tested in dry conditions at temperatures of 25 °C, 80 °C, 120 °C and 160 °C, all obtained with  $H_r$  of 10 °C/min (see Figure 4-6a). According to these results, increasing the compaction temperature shifted creep curves to higher values of  $V_f$ . The impact of temperature on

 $V_{f,0}$ ,  $V_{f,210}$  and stabilization time is then summarized in Figure 4-6b. The temperature effect on the creep behavior followed the same trend as for lubrication, with a greater impact. The increase of  $V_{f,0}$  was very important between 25 °C and 80 °C and attained a maximum gain  $\Delta V_{f,0}^T = 13.8\%$ , more than two times higher than for lubrication. The final  $V_{f,210}$  is monotonically improved with temperature to reach a maximum gain  $\Delta V_{f,210}^T = 3.7\%$ , which is slightly higher than for lubrication. Creep stabilization time strongly decreased after 80 °C to nearly zero at 160 °C. These results evidence that dynamic compaction and creep behavior are the most influenced by temperature. As proposed in introduction, the change in creep behavior with temperature may be attributed to a physical change of the polymer sizing on the fibers. As the sizing goes from solid to viscous state, the lubrication effect of the sizing reduces the friction between fibers.



Figure 4-6 : Impact of temperature on creep compaction behavior of dry fabric A (a) and on creep stabilization time and on initial and final creep fiber content ( $V_{f,0}$  and  $V_{f,210}$ ) (b).

#### 4.3.2.2 Effect of weaving

The effect of temperature on creep compaction behavior was confirmed on fabrics B and C by doing tests at 25 °C and 160 °C, with similar conclusions than with fabric A (see Figure 4-7a). Fabrics A, B and C had different weaving parameters (pattern, warp/weft ratio and number of fibers per tow), as presented in Table 4-1, which may affect the impact of temperature on the creep compaction behavior. The impact of interlock weaving on the gain in compaction obtained by

heating the fabrics from 25 °C to 160 °C ( $\Delta V_f^T$ , as shown on Figure 4-7b) is then analyzed. Since several weaving parameters change from one fabric to the other, it was not possible to study each individual contribution of weaving parameters to the creep compaction behavior. Therefore, a physical approach was used in this study by defining the flattening ratio. It is calculated for each fabric based on the model of Vernet and Trochu [8], described in the following equations. This model allows calculating the contribution of tow flattening force ( $F_{flattening}$ ) and tow bending force ( $F_{bending}$ ) in the total compaction force of the fabric ( $F_{tot}$ ) engaged at peak in a relaxation test at a  $V_f$  of 58%.

$$F_{tot} = F_{flattening} + F_{bending} \tag{4.4}$$

$$F_{flattening} = \frac{l_t}{r_{WP} \cdot r_{WT}} \cdot \left( p_{WP} \cdot F_{tWP} + p_{WT} \cdot F_{tWT} \right)$$
(4.5)

$$F_{bending} = \frac{F_g^*}{r_{WP} \cdot r_{WT}} \cdot \left(\frac{p_{WP}}{\beta_{WP}^4} + \frac{p_{WT}}{\beta_{WT}^4}\right)$$
(4.6)

$$Flattening \ ratio = \frac{F_{flattening}}{F_{tot}} \tag{4.7}$$

In this model,  $p_{WP}$  and  $p_{WT}$  respectively represent the mass percentages of fibers in the warp and weft direction,  $r_{WP}$  and  $r_{WT}$  are the warp and weft tow distribution ratio,  $l_t$  and  $F_g^*$  are characteristic parameters of the fabric, chosen constant in the study and determined by interpolation on experimental compaction data,  $F_{tWP}$  and  $F_{tWT}$  are the forces required to compact a single tow at a given fiber volume fraction in each direction,  $\beta_{WP}$  and  $\beta_{WT}$  are the tow crimps in each direction. The flattening ratio then represents the weight of the tow flattening phenomena in the total force required to compact the fabric. Results of [8] were used to calculate the flattening ratio for fabrics B and C. However, there was no existing characterization for fabric A, so the exact same experimental method was used to calculate the flattening ratio. It was possible to directly apply the model of Vernet and Trochu for this fabric as it is very close to those studied (same fibers, sizing, manufacturer, number of fibers per tow, pattern and number of interlock layers), with the same values of  $l_t$  and  $F_g^*$  (see equations 4.5 and 4.6). Weaving parameters of the fabrics studied by Vernet and Trochu [8] are displayed in Table 4-2 in order to allow comparison with the fabrics characterized in this study. Fabrics B and C (Table 4-1) correspond to fabrics 1 and 4 (Table 4-2) respectively.

	Fabric 1	Fabric 2	Fabric 3	Fabric 4	Fabric 5
Areal density (g/m <sup>2</sup> )	14564	11770	9954	11686	11370
Warp/weft ratio	50/50	60/40	70/30	60/40	60/40
Number of fibers per tow	48K/48K	48K/48K	48K/48K	48K/72K	48K/48K
Thickness at $V_f = 58\%$ (mm)	14.11	11.40	9.64	11.32	11.01
Number of interlock layers	8	8	8	8	7-8
Weaving pattern	2	2	2	2	1

 Table 4-2 : Description of the weaving parameters of the five fabrics used in the study of Vernet and Trochu [8].

The evolution of  $\Delta V_f^T$  with the flattening ratio is then presented on Figure 4-7b both at the beginning (t = 0 min) and end (t = 210 min) of the creep. Errorbars corresponds to the standard deviation calculated using the quadratic propagation of uncertainty. It appears that increasing the flattening ratio allowed to increase  $\Delta V_f^T$ , with a greater impact at the beginning of the creep. It means that the compaction ability of a fabric whose compaction behavior is dominated by tow flattening is more impacted by temperature. Physically, it can be explained by the different mechanical phenomena that occur during tow flattening and bending. Tow flattening is governed by friction between every fiber constituting it. Therefore, lubrication and high temperatures may modify tow flattening by decreasing friction coefficient between fibers. Tow bending was modeled by Vernet and Trochu based on Gutowski equation [12, 13]. It was assumed for this law that the bending behavior of a tow is only governed by fiber elastic modulus, which does not depend on temperature nor on lubrication. However, Gutowski supposed that there is no slippage between fibers, which may be questionable. In case of slippage between fibers, tow bending may also be affected by temperature and lubrication.



Figure 4-7 : Creep compaction curves of dry fabrics B and C tested at 25 °C and 160 °C (a), impact of flattening ratio on  $\Delta V_f^T$  at beginning and end of the creep (b).

Finally, an unexpected behavior was observed during high temperature tests on all fabrics. For temperatures higher than 120 °C, the shape of creep curves differed from the classical behavior. At those temperatures,  $V_f$  quickly reached a maximum value before decreasing and stabilizing (see Figure 4-6a and Figure 4-7b). This decompaction might be associated to a thermal disequilibrium in the sample. However, the decompaction can be neglected over the global  $V_f$  gain obtained by heating the fabric. Therefore, it will not be studied in the present work.

#### 4.3.3 Combined effects

As presented in Figure 4-8a, fabric A was also tested in lubricated conditions (lc = 96%) and 160 °C reached with a high heating rate ( $H_r = 10$  °C/min) and a low one ( $H_r = 1$  °C/min). Creep curves are compared to the standard test case (lc = 0%, 25 °C), the highest lubricated case (lc = 96%, 25 °C) and the highest temperature case (lc = 0%, 160 °C,  $H_r = 10$  °C/min). The combination of heat and lubrication with a high heating rate resulted in better compaction than the previous isolated cases. This confirms that the effects of lubrication and temperature are combinative. Moreover, the creep curve of the combined case with a low heating rate is globally higher than for the combined case with a high rate. Thus, a low heat rate allows a better compaction of the fabric.

The evolution of  $V_{f,0}$ ,  $V_{f,210}$  and stabilization time in those cases is summarized in Figure 4-8b. The standard case (lc = 0%, 25 °C) is compared to the highest lubricated case (96%, 25°C) and the highest case at high temperature (lc = 0%, 160 °C). In addition, the case of combined lubrication and temperature is compared for a high heating rate ( $H_r = 10$  °C/min) and a low one ( $H_r = 1$ °C/min). It is noticeable that lubrication has an effect on dynamic compaction and creep but it is lower than the effect of temperature. Moreover, the combined effect of temperature and lubrication shows an improvement on  $V_f$ .



Figure 4-8 : Evolution of creep compaction curves of fabric A (a), of creep stabilization time and of initial and final creep fiber content ( $V_{f,0}$  and  $V_{f,210}$ ) (b) with various compaction conditions.

In case of combined lubrication and temperature with a low heating rate of 1 °C/min,  $V_{f,0}$  was lower than when the fabric was heated at a high heating rate of 10 °C/min. This can be explained by the difference of initial temperature at the beginning of the creep for both cases. As it can be observed in Figure 4-3,  $V_{f,0}$  happened at 25 °C for the low heating rate and 100 °C for the high heating rate. Using results of section 4.3.2, the compaction ability of the fabric at 100 °C was higher than at 25 °C. This explains the difference in Figure 4-8b.

It is also observed that  $V_{f,210}$  was higher with the low heating ramp than with the high one. It indicates that not only the temperature and lubrication are important at the beginning of the creep, but their evolution during compaction is significant too. To be more precise, in the combined case with a high heating ramp, the fabric dried in about 10 minutes (see Figure 4-3), which was shorter than the lubrication effect stabilization time (74 minutes). Thus, the gain in  $V_f$  due to lubrication was not complete in that case, and the global gain of  $V_f (\Delta V_{f,210} = 5.8\%)$  was lower than the sum of the temperature and lubrication contributions ( $\Delta V_{f,210}^T + \Delta V_{f,210}^{lc} = 6.7\%$ ). With the low heating ramp, the fabric dried in about 60 minutes, so the effect of lubrication was almost complete. Consequently, the average gain of  $V_f (\Delta V_{f,210} = 7.4\%)$  was close to the sum of both contributions. The difference may be due to results variability. In both cases, the effect of temperature was very short compared to the time spent by the fabric at 160 °C, which means that the contribution of temperature on the gain of  $V_f$  was complete.

Stabilization time was higher with the low heat ramp than with the high one mainly because it is influenced by the presence of water that delayed the temperature rise inside the fabric. Once water was removed in the sample, stabilization of the creep only depended on the stabilization of the temperature effect, which was shown to be very fast. These results finally indicate that it is preferable to use a low heating ramp in combination with water lubrication to obtain the best compaction of the fabric.

#### 4.3.4 Impact of fiber sizing

Figure 4-9a shows the creep compaction curves of desized fabrics (see desizing procedure in section 4.2.4) tested at 25 °C and 160 °C. Note that the areal weight of the fabric was corrected to take into account the mass loss due to desizing in the  $V_f$  calculation (equation 4.3). The creep curves are compared to results obtained with the same fabric with sizing. The curves of the desized fabric at 25 °C and 160 °C are not significantly different in terms of stabilized  $V_f$  whereas this difference is important for the sized fabric. This means that temperature had a very limited impact on the creep behavior of the desized fabric. This confirms that the impact of temperature on the compaction behavior mainly comes from the presence of polymer sizing on the fiber surface.

The changes in creep stabilization time,  $V_{f,0}$  and  $V_{f,210}$  for these cases are shown in Figure 4-9b. There are two important observations on the role of sizing on the creep compaction behavior of the fabric. First, desizing significantly reduced the stabilization time and  $V_{f,0}$  was almost equal to  $V_{f,210}$  for the desized fabric at 25 °C. This indicates that the viscoelastic compaction behavior of the fabric is mainly due to the presence of sizing. This is also visible on Figure 4-9a as the desized fabric at 25 °C stabilized faster than the sized one.



Figure 4-9 : Impact of fiber sizing on creep compaction behavior of dry fabric A tested at 25 °C and 160 °C (a) and on creep stabilization time and on initial and final creep fiber content ( $V_{f,0}$  and  $V_{f,210}$ ).

Secondly,  $V_{f,210}$  was much higher for the sized fabric than for the desized one at 160 °C. This indicates that the compaction ability of the fabric was higher with sizing than without. Moreover,  $V_{f,0}$ ,  $V_{f,210}$  and stabilization time did not significantly change between 25 °C and 160 °C for the desized fabric. As sizing was removed from the fibers, it could not act as a lubricant at high temperature and did not change the fabric compaction behavior. Those results lead to the conclusion that fiber sizing is mainly responsible for the temperature effect on fabric compaction behavior.

Finally, desizing did not affect the stabilized compaction behavior because  $V_{f,210}$  at 25 °C was the same for sized and desized fabrics. As it was shown in section 4.3.2.2, compaction behavior of fabric A is governed by tow flattening, so by friction between fibers inside the tows. Thus, this indicates that friction coefficient between fibers before and after desizing was the same at 25 °C. This last result is consistent with Cornelissen et al. who observed, on a different fiber-sizing system, that the presence or absence of sizing had a negligible effect on the friction between carbon fibers [28].

The lubrication effect of sizing at high temperature on fabric compaction ability could be useful in application cases like preforming, mold closing or manufacturing at low pressures (such as infusion processes). It provides a different lubricating method than using water that can cause oxidation of metallic molds. Similar tendencies may be expected with other inorganic fibers (e.g. glass fibers), as long as the physical state of the sizing sufficiently changes in the considered range of temperatures.

## 4.4 Conclusion

In this work, the creep compaction behavior of 3D carbon interlock fabrics was studied for various temperature and lubrication cases. First, it has been shown that it is possible to increase the compaction ability of these fabrics with water lubrication. It resulted in faster compactions and higher  $V_f$  than dry compaction. Going from a dry to a quasi-saturated fabric compaction increased the end-of-creep  $V_f$  from 57% to 60%, for a compaction pressure of 3 bar. Moreover, it was shown that after 48% of water saturation, the creep behavior nearly stabilizes. This indicates that it is not required to fully saturate the fabric to improve its compaction ability.

It was also shown that it is possible to improve the compaction ability of dry fabrics by increasing compaction temperature. It had a stronger impact than lubrication on the creep stabilization time, the beginning and end-of-the-creep  $V_f$ . More interesting is that increasing temperature to 160 °C resulted in an almost instantaneous compaction to final  $V_f$ . This effect has been confirmed on two other 3D carbon interlock fabrics with different weaving parameters, mainly showing that the more the fabric compaction behavior is governed by tow flattening, the greater the temperature impact on the compaction ability of the fabric. The influence of temperature on the creep compaction behavior was attributed to the presence of polymer sizing on the fibers that possibly became viscous at high temperature, decreasing the friction coefficient between fibers.

It was proved that the effects of temperature and water lubrication are combinative. Experiments have shown that a low heating ramp of 1 °C/min resulted in higher  $V_f$  than heating at 10 °C/min. With a lower heat ramp, both the effects of temperature and lubrication had time to improve the compaction ability of the fabric. It was not the case with the higher heating rate.

This work will allow a better understanding of LCM processes by identifying the effect of temperature and lubrication on fabric compaction. It also provides knowledge for minimizing fabric compaction force in order to decrease mold size and associated costs. This is especially true for the manufacturing of large parts where a lighter mold can lead to great savings in heating and handling costs.

## Acknowledgments

The authors thank Safran and the Canada Research Chair program for funding this investigation and providing the fibrous reinforcements used in the experiments. The contributions of the National Science and Engineering Research Council (NSERC) of Canada, of the Fonds Québécois pour la Recherche sur la Nature et les Technologies (FQRNT), of the Canada Foundation for Innovation (CFI) and of the Ministère de l'Éducation du Québec to the infrastructure and expenses of the composite laboratory are also gratefully acknowledged. The authors also acknowledge the contribution of professor Trochu in prior works, as well as Quentin Vialle and Alexandre Hautefeuille for their technical support.

## References

- 1. Soutis C. Carbon fiber reinforced plastics in aircraft construction. Mat Sci Eng A-Struct 2005;412(1):171-176.
- 2. Govignon Q, Bickerton S, Kelly PA. Simulation of the reinforcement compaction and resin flow during the complete resin infusion process. Compos Part A-Appl S 2010;41(1):45-57.
- Yenilmez B, Sozer EM. Compaction of e-glass fabric preforms in the Vacuum Infusion Process, A: Characterization experiments. Compos Part A-Appl S 2009;40(4):499-510.
- 4. Bickerton S, Buntain MJ, Somashekar AA. The viscoelastic compression behavior of liquid composite molding preforms. Compos Part A-Appl S 2003;34(5):431-444.
- 5. Mouritz AP, Bannister MK, Falzon PJ, Leong KH. Review of applications for advanced threedimensional fibre textile composites. Compos Part A-Appl S 1999;30(12):1445-1461.
- Potluri P, Sagar TV. Compaction modelling of textile preforms for composite structures. Compos Struct 2008;86(1-3):177-185.
- De Luycker E, Morestin F, Boisse P, Marsal D. Simulation of 3D interlock composite preforming. Compos Struct 2009;88(4):615-623.
- Vernet N, Trochu F. Analysis and modeling of 3D Interlock fabric compaction behavior. Compos Part A-Appl S 2016;80:182-193.
- 9. Robitaille F, Gauvin R. Compaction of Textile Reinforcements for Composites. Manufacturing.I: Review of Experimental Results. Polym Composite 1998;19(2):198-216.
- Debnath S, Madhusoothanan M. Compression Creep Behaviour of Polyester Needle-Punched Nonwoven Fabrics. J Text I 2012;103(12):1328-1334.
- 11. Van Wyk CM. Note on the Compressibility of Wool. J Text I 1946;37(12):T285-T292.
- 12. Gutowski TG, Kingery J, Boucher D. Experiments in composites consolidation: fiber deformation. In: Proceedings of ANTEC 86 Conference. 1986.
- Gutowski TG, Cai Z, Kingery J, Wineman SJ. Resin flow/fiber deformation experiments. In: Proceedings of SAMPE Q. Conference. United States, 1986.

- Chen Z-R, Ye L. A micromechanical compaction model for woven fabric preforms. Part II: Multilayer. Compos Sci Technol 2006;66(16):3263-3272.
- Chen Z-R, Ye L, Kruckenberg T. A micromechanical compaction model for woven fabric preforms. Part I: Single layer. Compos Sci Technol 2006;66(16):3254-3262.
- Lomov SV, Verpoest I. Compression of woven reinforcements: a mathematical model. J Reinf Plast Comp 2000;19(16):1329-1350.
- 17. Kruckenberg T, Ye L, Paton R. Static and vibration compaction and microstructure analysis on plain-woven textile fabrics. Compos Part A-Appl S 2008;39(3):488-502.
- Robitaille F, Gauvin R. Compaction of Textile Reinforcements for Composites. Manufacturing. III: Reoganization of the Fiber Network. Polym Composite 1999;20(1):48-61.
- Yang J, Xiao J, Zeng J, Jiang D, Peng C. Compaction Behavior and Part Thickness Variation in Vacuum Infusion Molding Process. Appl Compos Mater 2011;19(3-4):443-458.
- 20. Somashekar AA, Bickerton S, Bhattacharyya D. An experimental investigation of non-elastic deformation of fibrous reinforcements in composites manufacturing. Compos Part A-Appl S 2006;37(6):858-867.
- 21. Gutiérrez J, Ruiz E, Trochu F. High-frequency vibrations on the compaction of dry fibrous reinforcements. Adv Compos Mater 2013;22(1):13-27.
- 22. Toll S. Packing Mechanics of Fiber Reinforcements. Polym Eng Sci 1998;38(8):1337-1350.
- 23. Robitaille F, Gauvin R. Compaction of Textile Reinforcements for Composites. Manufacturing.
   II: Compaction and Relaxation of Dry and H2O Saturated Woven Reinforcements. Polym Composite 1998;19(5):543-557.
- Saunders RA, Lekakou C, Bader MG. Compression in the processing of polymer composites
   A mechanical and microstructural study for different glass fabrics and resins. Compos Sci Technol 1999;59(7):983-993.
- 25. Kelly PA, Umer R, Bickerton S. Viscoelastic response of dry and wet fibrous materials during infusion processes. Compos Part A-Appl S 2006;37(6):868-873.
- Roselman IC, Tabor D. The friction of carbon fibers. J Phys D Appl Phys 1976;9(17):2517-2532.

- 27. Hivet G, Allaoui S, Cam BT, Ouagne P, Soulat D. Design and potentiality of an apparatus for measuring yarn/yarn and fabric/fabric friction. Exp Mech 2012;52(8):1123-1136.
- 28. Cornelissen B, Rietman B, Akkerman R. Frictional behaviour of high performance fibrous tows: Friction experiments. Compos Part A-Appl S 2012;44:95-104.
- 29. Lomov SV, Verpoest I, Barburski M, Laperre J. Carbon composites based on multiaxial multiply stitched preforms. Part 2. KES-F characterisation of the deformability of the preforms at low loads. Compos Part A-Appl S 2003;34(4):359-370.
- Giraud I. Élaboration d'ensimages thermoplastiques thermostables : Influence sur le comportement mécanique des composites PEEK / Fibres de carbone. Ph.D. Thesis, Université Toulouse III - Paul Sabatier. Toulouse, France, 2011.
- 31. Knight JC, Backes D, Jayaraman K. Consolidation and relaxation behavior of continuous strand random glass mats with thermoplastic binders. Polym Composite 1996;17(3):451-457.
- 32. Aranda S, Klunker F, Ziegmann G. Influence of the binding system on the compaction behaviour of NCF carbon fibre reinforcements. In: Proceedings of ICCM 18 Conference. Jeju, South Korea, 2011.
- 33. Wu W, Jiang B, Xie L, Klunker F, Aranda S, Ziegmann G. Effect of Compaction and Preforming Parameters on the Compaction Behavior of Bindered Textile Preforms for Automated Composite Manufacturing. Appl Compos Mater 2013;20(5):907-926.
- Schneider J, Hello G, Aboura Z, Benzeggagh ML, Marsal D. A meso-FR voxel model of an interlock woven composite. In: Proceedings of ICCM 17 Conference. Edinburgh, Scotland, 2009.

# CHAPITRE 5 ARTICLE 2 : DECOMPACTION OF PREFORMED 3D CARBON INTERLOCK FABRIC DURING THE MANUFACTURING WITH THE FLEXIBLE INJECTION PROCESS

Joffrey Renaud<sup>a,\*</sup>, Nicolas Vernet<sup>b</sup>, Edu Ruiz<sup>a</sup>, Louis Laberge Lebel<sup>a</sup>

<sup>a</sup> NSERC-Safran Chair on 3D Composites for Aerospace, Polytechnique Montréal, Department of Mechanical Engineering, C.P. 6079, Station Centre-ville, Montréal (QC), H3C 3A7, Canada (joffrey.renaud@polymt.ca, edu.ruiz@polymtl.ca, lll@polymtl.ca)

<sup>b</sup> Safran Group, 75015 Paris, France (<u>nicolas.vernet@safran.fr</u>)

\* Corresponding author: joffrey.renaud@polymtl.ca

Submitted to Composites Part A: Applied Science and Manufacturing (04/07/16)

## Abstract

This study aims at characterizing the impact of preforming 3D carbon interlock fabrics, using a sprayed tackifier composed of an epoxy resin diluted with acetone, on fabrications with the Flexible Injection process. An experimental study was carried out on a testing machine to characterize the behavior of preforms during manufacturing. Mold heat-up and resin injection steps were represented by measuring preform's dry and lubricated decompaction respectively. High springbacks were first measured with non-tackified fabrics. Increasing the preforming resin content, tackifier dilution ratio and preforming pressure allowed to reduce these decompactions. Springback reduction was associated to the creation of fiber-fiber links, in the compacted state of the fabric, that prevent it to return to its initial thickness. An analytical calculation of preform decompaction during resin infiltration of typical fabrications was performed using springback measurements. It was shown that preforming sufficiently reduced preform springback to improve resin flow during manufacturing.

## Keywords

- A. Carbon fibres
- A. 3-Dimensional reinforcement
- C. Process Modeling
- E. Preforming

## 5.1 Introduction

Composite materials are increasingly used in aerospace applications for manufacturing structural parts. Liquid Composite Molding (LCM) processes, such as Resin Transfer Molding (RTM) and infusion, are attractive out-of-autoclave avenues. They can be automated and do not require an autoclave, thus reducing manufacturing time and costs. However, the limitations of these processes still restrict their application in many cases. For example, RTM is prone to porosity generation and is limited to low impregnation speed [1, 2]. Infusion can create part thickness variations [3, 4] in addition to being slower than RTM due to low impregnation pressures. The Flexible Injection (FI) process was developed to overcome these challenges [5]. It provides a faster way to manufacture large structural composite parts over RTM by significantly speeding up the resin flow during the injection step [6]. Moreover, this technology permits applying a constant pressure on the composite during the entire cure of the resin, which results in low porosity parts [7].

The main fabrication steps of FI are schematically depicted in Figure 5-1. The manufacturing setup is rather similar to that of RTM tooling except that a flexible membrane is placed between the two rigid parts of the mold, thus creating two distinct cavities. The injection cavity (in the lower mold) initially contains the fibrous preform while the compaction cavity (in the upper mold) is empty. Starting from this configuration, a vacuum pressure is first applied in both cavities (step 1). A controlled quantity of liquid thermoset resin is then injected in the injection cavity (step 2). Resin pushes the membrane against the upper mold and mainly flows in the gap between the preform and the membrane. After injection of the resin, the compaction cavity is filled with a pressurized incompressible fluid (called compaction fluid) in order to complete the impregnation of the fiber bed (step 3). Compaction fluid flow front pushes resin flow front so that resin exits the injection cavity before compaction fluid exits the compaction cavity. This kind of flow promotes a through-thickness impregnation of the fiber bed by the resin. Finally, the part is cured under constant pressure in the consolidation step (step 4). Note that, since the thickness of the injection cavity changes during mold filling, the amount of injected resin must be carefully controlled in order to reach the desired fiber volume fraction ( $V_f$ ) in the final part.



Figure 5-1 : Description of Flexible Injection main manufacturing steps.

Composite consolidation is a step used in the majority of LCM processes where the resin pressure  $(P_r)$  is increased at the end of filling step in order to reduce void content [2, 8]. In processes that use at least one flexible mold like autoclave or FI, compaction pressure  $(P_c)$  on the flexible mold is increased in the consolidation step. This leads to an increase of  $P_r$  according to Terzaghi law described in equation 5.1. This law is commonly used to calculate the repartition of  $P_c$  into the resin  $(P_r)$  and the fabric  $(\sigma_f)$  during consolidation step in infusion [9, 10], autoclave [11, 12] and FI [7, 13].

$$P_c = P_r + \sigma_f \tag{5.1}$$

Preforming is a step prior to fabrication with LCM processes in which the shape and thickness close to the final part is given to a fabric. It is traditionally used for facilitating the handling of the fiber bed and for preventing the fabric from moving during mold closure and resin injection. Two major preforming techniques can be found in the literature. The first one is 3D weaving that uses several textile processes, such as weaving, braiding, stitching and knitting to produce net-shape preforms [14]. The second preforming technique is based on the application of a resin based tackifier (or binder) between layers of 2D fabrics. It can be a thermoplastic [15-23] or a thermoset [7, 13, 17, 21, 24-27]. The tackifier can be found under different forms, such as a thin fleece of resin [22, 23], a powder [15, 16, 18-21, 23-26] that is sprinkled on the fabric or a liquid that is sprayed [7, 13, 26]. The tackifier usually consists of 3 to 14 wt% of fiber mass. The tackified fabric is then placed in a mold and compacted to give it the desired thickness and shape. The mold is

heated to melt or cure the thermoplastic or thermoset tackifier respectively and cooled down to solidify the thermoplastic tackifier.

It is commonly observed that after compaction of a fabric, its stabilized decompacted thickness is lower than its initial thickness [28]. During compaction, a force is required to elastically deform the ondulated fibers [29] and overcome friction forces between fibers [30]. When the compaction force is released, the fabric thickness increases to a certain extent. This can be attributed to a decompaction force driven by the elastic energy accumulated in the fibers. Fabric decompaction stabilizes when fibers decompaction force equals friction force between fibers. The blockings created at fiber-fiber contacts are called friction-induced links in this study. Moreover, tackifierbased preforming allows producing rigid 3D preforms due to the creation of tackifier bonding links at fiber-fiber contacts. It was also shown that fiber sizing can act as a tackifier when heating the fabric during compaction [25], thus creating sizing bonding links.

The performance of a preforming strategy can be defined by the ability of a preform to keep its thickness and shape during storage, handling and manufacturing. A change of preform shape can be associated to inter-ply shiftings so it is important to promote adhesion between plies using tackifier [18, 21]. An increase of preform thickness (called springback) occurs when the links created at fiber-fiber contacts are not sufficient to retain decompaction force [17]. Several authors showed that springback reduction is better when the tackifier is situated inside the tows (intra-tow) rather than outside (inter-tow) [17, 23, 24]. A low viscosity tackifier can easily enter the tows through capillary impregnation, allowing an intra-tow preforming [17]. For a given thermoset tackifier, it has been shown that high heating rates during preforming permit an intra-tow impregnation because tackifier viscosity decreases before solidification [24, 25].

Preforming is generally seen as a tool for increasing productivity of LCM processes [25]. As this step usually takes less time than the fabrication itself, several preforms can be produced in a dedicated tool and then stored for further fabrication. Preforming can also enhance the performance of the process itself. For example, Shih et al. showed that an appropriate preforming allowed a better control of part dimensions, void content and mechanical properties with the Vacuum-Assisted RTM (VARTM) process [24]. It was also proven that an appropriate preforming allows reducing the force required to compact a fabric to a given  $V_f$  [7, 13]. According to Terzaghi law (equation 5.1), this leads to an increase of  $P_r$  in processes that use flexible molds. Similarly, the

presence of a thermoplastic tackifier inside the fabric was proven to facilitate its compaction at temperatures superior to the tackifier's melting point [16, 22, 23]. Preforming can also decrease process performances. For example, inter-tow preforming is known to reduce fabric permeability because the tackifier is situated in the main filling channels [17, 25, 27]. Intra-tow preforming, on the contrary, should not influence fabric permeability but can reduce its wettability, which would lead to intra-tow void creation during resin injection [17]. Moreover, dissolution of the tackifier in the matrix during injection is another phenomenon that can increase matrix viscosity [15, 19], decrease its glass transition temperature ( $T_g$ ) [18] and affect its mechanical properties [17]. Rohatgi et al. also explained that tackifier dissolution can have critical effects on impregnation in VARTM and therefore losing the preforming benefits on the process [17].

The importance of preforming for FI was shown by Causse et al. who managed to reduce defects in strongly curved parts by allowing a better fit of the preform to the mold in the curved zone [13]. Preforming is also useful in more general cases because it promotes an adequate resin filling pattern. Authors observed that the fabrication of plate-shaped parts with non-preformed 2D fabric can lead to dry spots close to vent gate and managed to remove the defect by preforming the same fabric [7]. Based on these observations, the succession of events that lead to the creation of this defect with a non-preformed fabric is illustrated in Figure 5-2. This will help to understand how to develop an adapted preforming for high temperature fabrications in FI. Firstly, the fabric is free of stress during mold heat-up and can decompact due to high temperatures. As a matter of fact, it was shown that fiber sizing can become viscous at high temperatures [31], which would prevent sizing bonding links to retain preform decompaction. Then, fiber impregnation during resin injection can cause a second decompaction due to lubrication of friction-induced links. The total springback can be large enough so that fabric occupies the volume of both cavities and closes the resin-filling gap between fabric and membrane illustrated in Figure 5-1. During the injection of compaction fluid, resin cannot flow easily to the vent anymore. Thus, the compaction fluid front passes the resin front, which is called the crossing of fluids. Compaction fluid then compacts the dry fabric close to the vent, reducing its permeability and forcing longitudinal impregnation by the resin. This phenomenon causes strong thickness variations in the part and dry spots if resin gel time is too short.



Figure 5-2 : Illustration of events occurring during FI fabrication with non-preformed fabrics.

Numerical simulation of LCM processes is commonly used in order to understand and improve fabrication. For RTM, the aim is often to calculate resin flow and help placing injection and vent gates [32]. Numerical simulation can be used to calculate the evolution of preform thickness during manufacturing in infusion [3] and Compression-RTM (C-RTM) [33] for example. The accuracy of these simulations depends on the laws used to model fabric behavior in manufacturing conditions, which can be characterized by reproducing the successive fabrication steps in testing machines. This was done for infusion process by testing the different compaction behaviors of the fabric during the process (i.e. dry loading, resin injection, wet unloading) [3, 4, 34]. Specific compaction platens were used in this studies allowing injection of resin or lubricating fluid during the test. According to the authors, those experimental results improved the accuracy of numerical simulations compared to dry-only and lubricated-only experimental data. Rigid mold processes, such as RTM, were also tested with a similar device to measure the evolution of clamping force during the complete process [35, 36]. To the best of authors' knowledge, such investigation has not been carried out for FI process studied in this paper.

In particular cases, 3D fabrics cannot be produced to the required thickness or maintain it during fabrication in FI. A tackifier based preforming is then necessary in order to control preform thickness in manufacturing conditions. This will allow to control thickness variation and dry spots in parts. The objective of this study is to characterize the impact of preforming of 3D carbon interlock fabrics on FI fabrications. First, experiments reproducing manufacturing steps will be performed in a testing machine. More particularly, the dry decompaction (mold heat-up step), lubricated decompaction (resin injection step) and lubricated relaxed stress (consolidation step) of
the preform will be characterized. Then, a numerical simulation of resin injection step will be carried out in order to estimate the impact of preform decompaction on a typical manufacturing case.

# 5.2 Materials and experimental setup

#### 5.2.1 Materials

A 3D interlock fabric was used in this work. This weaving technique allows the attachment of several layers together by using an out-of-plane weaving direction. More particularly, the superposed weft tows are linked together by warp tows at consecutive upper or lower layers, as shown in Figure 5-3. The fabric characterized in this study was composed of 4 interlock layers. The tows in the warp and weft direction were composed of 48 000 and 24 000 carbon fibers respectively. The fabric had a warp/weft ratio of 74/26 which represents the distribution of fibers in the warp direction versus the weft direction. The areal density of the fabric was 4532 g/m<sup>2</sup>, giving a thickness of 4.39 mm at  $V_f = 58\%$ .



Figure 5-3 : Example of a 3D interlock fabric (from [38]).

The tackifier was composed of a bisphenol F diglycidyl ether (DGEBF) epoxy resin, called preforming resin in this study, mixed with acetone. The dilution ratio (dr) is reported in Parts per Hundred of Resin (PHR) and is a variable in this study. The lubrication fluid used to reproduce preform impregnation with resin during FI manufacturing was a non-catalyzed DGEBA epoxy resin.

# 5.2.2 Experimental setup and procedures

#### 5.2.2.1 Preform testing

Samples of 100 mm x 100 mm were tested in a universal testing machine equipped with a heated chamber, as shown in the experimental setup diagram in Figure 5-4. Stainless steel compression platens were designed for this study in order to reproduce manufacturing conditions. A heated syringe pump was used to inject the lubrication fluid through a central injection gate in the bottom compression platen that also had walls to contain the fluid after injection. Before starting an experiment, surface of the compression platens was treated with mold sealer (Chemlease 15, Chem-Trend) and release agent (Chemlease 70-90, Chem-Trend). The heated chamber, platens and lubrication fluid were then pre-heated at 160 °C (controlled using thermocouples). For each test, the experimental setup compliance was characterized by doing a plate-to-plate compaction test. The experimental data were corrected to take into account this deformation.



Figure 5-4 : Diagram of the experimental setup.

The tackifier was prepared and sprayed on fabric samples with an aerograph. The tackifier mass, calculated with equations 5.2 to 5.5, was equally applied on both sides of the sample and controlled by weighing the aerograph. The calculations are based on a resin content (rc) to be applied on the fabric and on the assumption that acetone totally evaporates during preforming.

$$h = \frac{\rho_s}{V_f \cdot \rho_v} \tag{5.2}$$

$$Vol_m = (1 - V_f) \cdot h \cdot 100^2 \tag{5.3}$$

$$m_r = Vol_m \cdot rc \cdot \rho_r \tag{5.4}$$

$$m_t = m_r \cdot (1 + \frac{dr}{100}) \tag{5.5}$$

where h is the fabric thickness at a given  $V_f$  (equal to 58% in this study),  $\rho_s$  is the fabric areal density,  $\rho_v$  and  $\rho_r$  are the volumetric weight of carbon and matrix resin respectively,  $Vol_m$  is the volume of matrix resin in the sample if it was a saturated composite,  $m_r$  and  $m_t$  are the mass of preforming resin and tackifier respectively. The sample was then lubricated with a known quantity of distilled water to achieve theoretical full saturation when the fabric thickness is resulting in a  $V_f$ of 58%. The lubricated sample was inserted between the platens and the test was launched immediately. Different steps of the test are described in Figure 5-5 on typical experimental data. It first consisted in reaching the preforming force  $(F_p)$  at 10 mm/min. This force corresponds to the preforming pressure  $(P_p)$  necessary to compact the fabric at the preformed fiber volume fraction  $(V_{f,p})$ . This force was maintained for 180 min to allow the creep compaction to stabilize, the lubricating water to evaporate and the tackifier to polymerize. The compaction force was then decreased to 5 N and maintained for 60 min to measure the dry decompaction illustrated in FI in Figure 5-2. The very little force applied during this step keeps the top platen in contact with the sample so that its thickness can be measured. Then the lubrication fluid was injected in the fabric at a flow rate of 40 ml/min in order to reproduce the resin injection step in FI. The measuring force was maintained for another 60 min to measure the lubricated decompaction (also shown in Figure 5-2). Note that the measuring force was applied during 120 min without any break, the injection of lubrication fluid was manually started 60 minutes after the beginning of the measuring step. A relaxation step of 40 min at a  $V_f$  of 58% was finally done to simulate the consolidation step in FI. This allowed to measure the relaxed effective stress ( $\sigma_{f,r}$ ) in manufacturing conditions (i.e. at high temperature and lubricated by the matrix) in order to estimate  $P_r$  in a known fabrication case using equation 5.1. The evolution of preform thickness (converted into  $V_f$  with equation 5.2) and compaction force (converted into stress) with time was recorded.



Figure 5-5 : Evolution of  $\sigma_f$  and  $V_f$  with time during a typical test on samples without tackifier and identification of test characteristic values.

#### 5.2.2.2 Microscopy observations

Optical microscopy observations were carried out in order to characterize the through thickness impregnation of the tackifier in the fabric. Samples were prepared with  $P_p = 1100$  kPa, rc = 3% and dr = 100 PHR using the same preforming method without the lubricated decompaction step. It was not possible to cut slices of the preform to allow satisfactory through-thickness observations. The 4 layers constituting one ply of fabric were then manually detached and their surface was observed.

# 5.3 Results and discussion

#### 5.3.1 Non-tackified fabric behavior

The behavior of the non-tackified fabric during typical tests is shown in Figure 5-5. Before compaction, the  $V_{f,ini}$  of the fabric (measured at t = 0 min) was of 34.38 %. During the preforming step at a  $P_p$  of 350 kPa, the sample was compacted to an average  $V_{f,p}$  of 58.40% measured at t = 180 min. When the compaction force was decreased to 5 N, the fabric quasi-instantaneously decompacted to a  $V_{f,dry}$  of 42.61% measured at t = 240 min. This first result shows that the creation of friction-induced links and sizing bonding links between fibers during preforming prevented the

fabric from decompacting to its initial thickness. However, the physical state of the sizing may be affected by temperature. Sizing bonding links are probably weak at 160°C, which can explain why the preform decompacted. Moreover, another decompaction occured after the injection of lubrication fluid and the fabric quasi-instantaneously set to a  $V_{f,lub}$  of 34.45% (measured at t = 300 min) which is very close to  $V_{f,ini}$  (34.38%). This confirms that friction-induced links were affected by lubrication by resin. These results indicate the interest to use a rigid tackifier to create bonding links that can resist high temperature and resin lubrication. After re-compaction for relaxation testing, the fabric quasi-instantaneously sets to a  $\sigma_{f,r}$  of 72.3 kPa. This is low compared to  $P_c$  usually engaged in FI (600 kPa) and must ensure a sufficient  $P_r$  in most applications (see equation 5.1).

#### 5.3.2 Effect of preforming resin content

The first preforming parameter studied in this work is the resin content (*rc*) which influences the amount of sizing bonding that can be created. Tests were carried out with *rc* values of 1.5% and 3% with all other preforming parameters constant ( $P_p = 350$  kPa and dr = 20 PHR). To allow comparison with data available in the literature, note that the range of values taken for *rc* [1.5; 3.0] % corresponds to fabric mass fraction of [0.76; 1.51] wt%. Characteristic values of these tests are displayed in Table 5-1 and compared to results obtained with the non-tackified fabric. The dry springback was reduced by increasing *rc* from 0% (no tackifier) to 3%, which resulted in an increase of  $V_{f,dry}$  from 42.61% to 47.26%. For the same values of *rc*, the lubricated decompaction also decreased as  $V_{f,lub}$  rised from 34.45% to 40.47%. Dry springback reduction seemed to stabilize when increasing *rc* because  $V_{f,dry}$  values were close for *rc* of 1.5% and 3%. This means that higher values of *rc* would not lead to substantial gains in decompaction. However, this stabilization seems to occur at higher values of *rc* for the lubricated decompaction (not tested in this study). Finally,  $\sigma_{f,r}$  was not significantly impacted by *rc*.

P <sub>p</sub> (kPa)	rc (%)	dr (PHR)	V <sub>f,p</sub> (%)	<i>V<sub>f,dry</sub></i> (%)	V <sub>f,lub.</sub> (%)	σ <sub>f,r</sub> (kPa)
350	-	-	$58.40 \pm \\ 0.45$	42.61 ± 1.06	34.45 ± 2.22	72.3 ± 3.1
350	1.5	20	57.51 ± 1.01	$\begin{array}{c} 46.55 \pm \\ 0.66 \end{array}$	39.15 ± 0.69	79.3 ± 8.0
350	3.0	20	$57.26 \pm \\ 0.24$	$\begin{array}{c} 47.26 \pm \\ 0.60 \end{array}$	$\begin{array}{c} 40.67 \pm \\ 0.41 \end{array}$	81.6 ± 16.6
350	1.5	100	$\begin{array}{c} 56.97 \pm \\ 0.28 \end{array}$	$\begin{array}{c} 47.23 \pm \\ 0.68 \end{array}$	$\begin{array}{c} 40.49 \pm \\ 0.59 \end{array}$	76.5 ± 4.4
1100	1.5	20	$\begin{array}{c} 61.58 \pm \\ 0.83 \end{array}$	$\begin{array}{c} 47.66 \pm \\ 0.88 \end{array}$	$\begin{array}{c} 40.62 \pm \\ 0.82 \end{array}$	58.2 ± 4.3
1100	3.0	100	$\begin{array}{c} 62.48 \pm \\ 0.24 \end{array}$	$\begin{array}{c} 48.89 \pm \\ 0.84 \end{array}$	$\begin{array}{c} 42.52 \pm \\ 0.91 \end{array}$	63.9 ± 1.8

Table 5-1 : Characteristic values of the various preforming strategies tested.

#### 5.3.3 Effect of dilution ratio

By increasing dr (i.e. adding more acetone to a constant amount of resin), the tackifier viscosity is reduced while the sprayed volume is increased. Consequently, the tackifier is more likely to go indepth into the fabric by capillary impregnation. To test this hypothesis, rc was fixed at 1.5% to keep similar amount of tackifier bonding links possibly created. dr was tested at 20 PHR (same test as in section 5.3.2) and 100 PHR with a  $P_p$  of 350 kPa. Characteristic values of these tests are displayed in Table 5-1 and compared to results obtained with the non-tackified fabric. The effect of dr on the decompaction behavior is very similar to that of rc. Dry decompaction was reduced as  $V_{f,dry}$  went from 42.61% to 47.23% (from the non-tackified case to the 100 PHR case) and the effect of dr on springback reduction also stabilized. Lubricated decompaction similarly decreased as  $V_{f,lub}$ increased from 34.45% to 40.49% with a stabilization that seems to occur for higher values of drthan for dry decompaction. This preforming parameter did not significantly affect  $\sigma_{f,r}$ . It is interesting to note that similar behaviors were observed with (rc = 3%, dr = 20 PHR) and (rc = 1.5%, dr = 100 PHR). It is suspected that, in the second case, the amount of tackifier bonding links was at least reduced by half compared to the first case, but the through-thickness repartition should be better. This shows that a compromise between rc and dr has to be found in order to control preform springback.

## 5.3.4 Effect of preforming pressure

The last preforming parameter tested was  $P_p$  which directly influences  $V_{f,p}$ . The characteristic values for tests at a  $P_p$  of 350 kPa (same as section 5.3.2) and 1100 kPa are shown in Table 5-1 (with rc = 1.5% and dr = 20 PHR). It was observed that increasing  $P_p$  had a limited effect on dry decompaction since  $V_{f,dry}$  increased from 46.55% to 47.66%. This may be associated to the fact that the fabric was more compacted during the preforming step ( $V_f$  went from 57.51% to 61.58%) so the permanent deformation only corresponding to the contribution of friction-induced links (not of tackifier bonding links) was higher. The impact of  $P_p$  on the lubricated springback was also small as  $V_{f,lub}$  increased from 39.15% to 40.62%. This means that tackifier bonding links distribution may be better in the more compacted case. Finally, it was seen that  $P_p$  did not significantly affect  $\sigma_{f,r}$ .

#### 5.3.5 Combined case

It has been observed that increasing *rc*, *dr* and *P<sub>p</sub>* allowed to reduce dry and lubricated springback of the fabric. A last case was tested by combining all the parameters that allowed minimum decompactions in each case ( $P_p = 1100$  kPa, rc = 3%, dr = 100 PHR). Characteristic values of these tests are displayed in Table 5-1 and compared to each case that allowed the minimum springback for each individually studied parameter and to the non-tackified fabric behavior. Evolution of  $V_f$ with time for these tests is displayed as well in Figure 5-6. Combining favorable preforming parameters allowed to increase  $V_{f,dry}$  and  $V_{f,lub}$  to the highest values in this study (48.89% and 42.52% respectively). The impact of every individual parameter on the decompaction had an equivalent magnitude, which can be seen in Figure 5-6 because all the grey curves are grouped after 180 min. However, the combined case still significantly decompacted, which may show that the preforming strategy (technique, materials and values of preforming parameters) started to reach a limit regarding springback reduction. Finally, from Figure 5-6 it is observed that lubricated decompaction seemed to be delayed by the presence of tackifier since thickness evolution was



Figure 5-6 : Comparison of the decompaction behavior for various preforming strategies.

# 5.3.6 Through thickness impregnation of the tackifier

The through thickness impregnation of the tackifier in a preform indicates if tackifier bonding links were created in every layer, which would lead to a better control of preform springback. Contrary to 2D fabrics, it is not possible to apply tackifier on each layer of a ply of 3D fabric. It is therefore applied on external layers and has to access internal layers with capillary impregnation. However, capillary channels are mainly oriented in longitudinal directions so that it is difficult to reach internal layers of the 3D fabric. This phenomenon was clearly visible on dry preforms (their preparation is described in section 5.2.2.2) because external layers were very rigid compared to internal ones. A destructive visual analysis of the 3D fabric, shown in Figure 5-7, confirmed this observation. Microscopy image of the top of this layer is presented in Figure 5-7a. Tackifier was visible between fibers (i.e. intra-tow) and between tows (i.e. inter-tow). This explains the increased rigidity of this layer and the fact that tows remained flat and compacted after preforming, as shown in Figure 5-7c. No tackifier was found on the bottom of the same layer (fibers located toward the inside of the fabric), as shown in Figure 5-7b, indicating that tackifier through thickness impregnation stopped in the first layer. This is confirmed because tows decompacted to their

natural shape as shown in Figure 5-7d. It was also possible to manually remove approximately half of the fibers constituting a tow, showing that tackifier impregnation was very superficial. Note that the preforming case observed in this section should be the one with maximum tackifier through thickness impregnation because it is the one which allowed minimum decompaction. These observations can explain why strong decompactions were measured in the previous tests, even by combining maximized preforming parameters.



Figure 5-7 : Optical microscopy and macro images showing the presence of tackifier on the top of the first layer (a - c, respectively) and its absence on the bottom (b - d).

# 5.4 Analytical calculation of preform decompaction during resin infiltration

# 5.4.1 Description of the calculation

For a better understanding of the impact of preform springback on a real fabrication, the preform's decompacted shape at the end of resin injection step was calculated for a chosen fabrication case.

The case-study is a rectangular plate of 410 mm x 142 mm, as used in a previous study [7], at a  $V_f$  of 58% with the fabric described in section 5.2.1. It is considered as initial conditions that the mold is already heated at fabrication temperature (i.e. 160 °C) and the preform fully decompacted to its hot and dry state. The initial situation is described on a diagram of a slice of the mold in Figure 5-8a. The total mold cavity was divided into two regions, preform and open cavity. Preform's thickness ( $h_{dry}$ ) was calculated for a given preforming strategy using  $V_{f,dry}$  values (listed in Table 5-1) and equation 5.2. Cavity's thickness ( $h_{cav} = 6.23$  mm) was calculated by summing injection cavity thickness (4.39 mm) and compaction cavity thickness (1.84 mm).



Figure 5-8 : Description of the simulation case (a) and example of fit of lubricated decompaction data (evolution of thickness gain with time for tests at  $P_p = 350$  kPa, rc = 1.5% and dr = 20 PHR) (b).

The first step of the decompaction calculation is a 2D isothermal filling simulation using PAM-RTM software and a structured mesh of a slice of the mold (see details in Figure 5-8a). The total mold cavity was meshed with triangular elements of 0.41 mm wide. Resin was injected at a constant flow rate ( $F_r$ ) and vacuum was imposed at vent. Both inlet and outlet diameter were equal to 4.7 mm. Filling was simulated for a resin injection time ( $t_{inj}$ ) required to inject the volume of resin for fabrication. The permeabilities in the preform region were estimated at  $V_{f,dry}$  using equation 5.6 that is based on Kozeny-Carman law. For this analytical calculation, the mesh is not deformed during filling simulation (i.e. preform decompaction is not yet taken into account), so permeability values are kept constant with time.

$$K_{p,i} = K_i (V_f) \cdot \frac{V_f^2}{(1 - V_f)^3} \cdot \frac{(1 - V_{f,dry})^3}{V_{f,dry}^2}$$
(5.6)

where  $K_{p,i}$  is the permeability value in direction *i* and  $K_i(V_f)$  is the measured permeability of the fabric at  $V_f = 58\%$ . The permeability of the open cavity region ( $K_{oc}$ ) was calculated using equation 5.7. It was developed for estimating the permeability of zones situated between mold edges and preform that create preferential racetracking flows in LCM processes (i.e. edge effects) [37].

$$K_{oc} = \frac{\left(h_{cav} - h_{dry}\right)^2}{12} \tag{5.7}$$

The second step of decompaction calculation consisted in identifying experimental preform decompaction laws due to resin lubrication at high temperature. The evolution of thickness gain  $(\Delta h)$  with time, obtained from lubricated decompaction data (from t = 240 min in Figure 5-6), was fitted with a double exponential law described in equation 5.8. This law was used because it fitted experimental data with sufficient accuracy, as shown in Figure 5-8b. The fitting parameters (*A*, *B*, *C* and *D*) for each preforming strategy are displayed in Table 5-2.

$$\Delta h(t) = A \cdot e^{-B \cdot t} + C \cdot e^{-D \cdot t}$$
(5.8)

 Table 5-2 : Initial preform thickness and parameters of exponential law used to fit lubricated decompaction for each preforming strategy.

P <sub>p</sub> (kPa)	rc (%)	dr (PHR)	h <sub>dry</sub> (mm)	A (mm)	B (min <sup>-1</sup> )	C (mm)	D (min <sup>-1</sup> )
350	-	-	5,98	1,47	-4,60 E-04	-1,69	3,15
350	1.5	20	5,47	1,07	1,31 E-04	-1,28	1,91
350	3.0	20	5,39	0,82	-6,99 E-03	-0,96	2,49
350	1.5	100	5,39	0,85	-4,76 E-03	-0,99	2,46
1100	1.5	20	5,34	0,88	-5,07 E-03	-1,03	2,56
1100	3.0	100	5,21	0,76	-4,44 E-03	-0,93	2,87

Preform decompaction at the end of simulated resin injection step was finally calculated with Matlab. The thickness increase of every element was first calculated with equation 5.9. It was supposed that every lubricated element e, situated in a column c of the meshed preform decompacts as a fraction of the experimental decompaction law (equation 5.8) that represents the behavior of the whole preform, so the same as one column.

$$\Delta h_{e,c} = \frac{\Delta h (t_{inj} - t_{imp}) \cdot fill}{n}$$
(5.9)

where  $t_{imp}$  is the time corresponding to the first impregnation of the element, *fill* is the filling ratio of the element (both obtained from PAM-RTM simulation results) and *n* is the number of elements per column in the mesh. The decompacted thickness of every column *c* is then calculated using equation 5.10. The preform shape (i.e. evolution of its thickness with length) at the end of resin injection step is obtained by combining the thickness of all the columns ( $h_c$ ).

$$h_{c} = h_{dry} + \sum_{e=1}^{n} \Delta h_{e,c}$$
; if  $h_{c} > h_{cav}$  then  $h_{c} = h_{cav}$  (5.10)

#### 5.4.2 Results and discussion

The result of preform decompaction calculation is shown in Figure 5-9 for the preforming strategy that allowed the minimum decompaction ( $P_p = 1100$  kPa, rc = 3% and dr = 100 PHR) and  $F_r = 40$  ml/min. This image is strongly stretched in through-thickness direction in order to show the decompacted shape of the preform. Note that the finite elements are used only for geometrical representation of the analytical calculation. In this case, resin impregnation in approximately half of the preform caused a decompaction which is more significant at resin inlet. Finite elements situated close to resin inlet have a longer lubrication time by resin than those close to the vent. However, the total decompaction in this case is small enough to allow the existence of a gap between the preform and the top of compaction cavity, improving the quality of the part.



Figure 5-9 : Calculated preform decompaction at the end of resin injection step with  $P_p = 350$  kPa, rc = 3.0% and dr = 100 PHR (image strongly stretched in through-thickness direction to show decompaction).

This calculation was performed for various preforming strategies and  $F_r$ . The calculated preform shapes (i.e. evolution of preform thickness with its length) are compared in Figure 5-10. Note that the zero of Y axis is the bottom of the injection cavity and that the dotted line corresponds to the top of compaction cavity, situated at a distance of 6.23 mm. The origin of X axis is situated at resin inlet and preform shape is plotted through resin outlet, at a distance of 410 mm which corresponds to mold length. At  $F_r = 40$  ml/min (i.e. the same flow rate used in the experimental work), only one of the tested preforming strategies (i.e.  $P_p = 1100$  kPa, rc = 3%, dr = 100 PHR) sufficiently restricted preform decompaction. At this flow rate,  $t_{ini}$  is equal to 161 s, so the finite elements close to resin inlet spend sufficient time with resin to reach a fully decompacted state. Another set of analysis was then carried out at  $F_r = 250$  ml/min which is more representative of flow rates used in laboratory fabrications. In this case, only the preforming strategy without tackifier allowed sufficient decompaction for the preform to touch the top of compaction cavity. At this flow rate, tini is equal to 26 s so even if the same number of finite elements are impregnated at the end of injection, they spent less time wetted by resin. This qualitative approach shows that preforming sufficiently delayed the lubricated decompaction to allow fabrications at this resin injection flow rate. Moreover, at  $F_r = 250$  ml/min, this analysis proved that it is not necessary to use the highest

values of preforming parameters to ensure a quality manufacturing, which increases the robustness of the molding process.



Figure 5-10 : Preform shape at the end of resin injection step with various preforming strategies at  $F_r = 40$  ml/min and  $F_r = 250$  ml/min.

The presented analytical analysis is still qualitative and contains strong simplifying hypotheses, such as the estimation of preform and open cavity permeability. However, this is sufficient to ensure a representative difference in permeability between preform and open cavity so that the simulated resin flow is consistent with reality. Moreover, the fact that preform touches the top of compaction cavity does not necessarily lead to crossing of fluids. It would be necessary to carry out complex simulations of the complete molding process or real fabrications in order to choose the appropriate preforming strategy.

# 5.5 Conclusion

The effect of preforming on the manufacturing of composite parts reinforced with a 3D carbon interlock fabric with FI process was studied in this work. First, manufacturing steps were reproduced in a testing machine in order to characterize the preform behavior during FI fabrication. This allowed to measure the springback of the preform, free of stress and at a temperature of 160 °C, before resin injection (i.e. dry decompaction) and during resin injection (i.e. lubricated decompaction). The relaxation behavior of the fabric, corresponding to the consolidation step, was

also characterized. It was first shown that a non-tackified fabric totally decompacted to its initial thickness during resin injection, which makes it undesirable for fabrication. Several preforming strategies using an epoxy based tackifier were then tested in order to reduce dry and lubricated springback. It was shown that increasing the preforming resin content (rc), the dilution ratio (dr) and the preforming pressure ( $P_p$ ) allowed to reduce both dry and lubricated decompactions. In average, the non-tackified fabric decompated to a  $V_f$  of 34.45% when lubricated while the case with the minimum decompaction brought it to 42.52%. It was also observed that increasing the preforming parameters allowed to delay the lubricated decompaction. The relaxed stress imposed by the fabric during consolidation step did not significantly change with preforming.

The decompacted shape of the preform at the end of resin injection step was then calculated using numerical simulation and experimental data. It was demonstrated that increasing resin injection flow rate permits to reduce fabric decompaction before compaction fluid injection. It was also shown that, at flow rates used in laboratory fabrications (250 ml/min), fabric springback reduction and delay due to preforming should lead to better manufacturing. More precisely, a preforming pressure of 350 kPa, a resin content of 1.5% and a dilution ratio of 20 PHR sufficiently restricted preform decompaction so that it did not occupy the total cavity thickness. Finally, this study has provided a methodology for preform characterization in order to study different preforming strategies. These results will help improve the manufacturing by FI process by understanding how preforming can affect the resin filling pattern.

# Acknowledgments

The authors thank Safran and the Canada Research Chair program for funding this investigation and providing the fibrous reinforcements used in the experiments. The contributions of the National Science and Engineering Research Council (NSERC) of Canada, of the Fonds Québécois pour la Recherche sur la Nature et les Technologies (FQRNT), of the Canada Foundation for Innovation (CFI) and of the Ministère de l'Éducation du Québec to the infrastructure and expenses of the composite laboratory are also gratefully acknowledged. The authors also acknowledge the contribution of professor Trochu in prior works.

# References

- Ruiz E, Achim V, Soukane S, Trochu F, Breard J. Optimization of injection flow rate to minimize micro/macro-voids formation in resin transfer molded composites. Compos Sci Technol 2006;66(3-4):475-486.
- Barraza HJ, Hamidib YKA, L., Edgar AO, Altan MC. Porosity Reduction in the High-Speed Processing of Glass-Fiber Composites by Resin Transfer Molding (RTM). J Compos Mater 2004;38(3):195-226.
- 3. Govignon Q, Bickerton S, Kelly PA. Simulation of the reinforcement compaction and resin flow during the complete resin infusion process. Compos Part A-Appl S 2010;41(1):45-57.
- 4. Yenilmez B, Senan M, Murat Sozer E. Variation of part thickness and compaction pressure in vacuum infusion process. Compos Sci Technol 2009;69(11-12):1710-1719.
- Ruiz E, Trochu F. Manufacture of composites by a flexible injection process using a double or multiple cavity mold. U.S. patent N° 7,866,969 B2, 2011.
- Ruiz E, Briones LR, Allard E, Trochu F. Flexible injection: a novel LCM technology for low cost manufacturing of high performance composites. Part I: experimental investigation. In: Proceedings of FPCM 9 Conference. Montréal, Canada, 2008.
- 7. Renaud J, Causse P, Ruiz E, Trochu F. A study of consolidation equilibrium in composites made by flexible injection. In: Proceedings of ICCM 19 Conference. Montréal, Canada, 2013.
- Hamidi YK, Aktas L, Altan MC. Effect of packing on void morphology in resin transfer molded E-glass/epoxy composites. Polym Composite 2005;26(5):614-627.
- Acheson JA, Simacek P, Advani SG. The implications of fiber compaction and saturation on fully coupled VARTM simulation. Compos Part A-Appl S 2004;35(2):159-169.
- Bayldon JM, Daniel IM. Flow modeling of the VARTM process including progressive saturation effects. Compos Part A-Appl S 2009;40(8):1044-1052.
- Young WB. Compacting pressure and cure cycle for processing of thick composite laminates. Compos Sci Technol 1995;54(3):299-306.

- Kardos JL, Dudukovic MP, Dave R. Void growth and resin transport during processing of thermosetting - matrix composite. Adv Polym Sci 1986;80:101-123.
- Causse P, Ruiz E, Trochu F. Influence of preforming on the quality of curved composite parts manufactured by flexible injection. Int J Mater Form 2013;6(3):341-362.
- 14. Mouritz AP, Bannister MK, Falzon PJ, Leong KH. Review of applications for advanced threedimensional fibre textile composites. Compos Part A-Appl S 1999;30(12):1445-1461.
- Chen J, Backes D, Jayaraman K. Dynamics of binder displacement in liquid molding. Polym Composite 1996;17(1):23-33.
- 16. Knight JC, Backes D, Jayaraman K. Consolidation and relaxation behavior of continuous strand random glass mats with thermoplastic binders. Polym Composite 1996;17(3):451-457.
- Rohatgi V, Lee LJ. Moldability of Tackified Fiber Preforms in Liquid Composite Molding. J Compos Mater 1997;31(7):720-744.
- Tanoğlu M, Robert S, Heider D, McKnight SH, Brachos V, Gillepsie JW. Effects of thermoplastic preforming binder on the properties of S2-glass fabric reinforced epoxy composites. Int J Adhes Adhes 2001;21(3):187-195.
- Tanoğlu M, Tuğrul Seyhan A. Compressive mechanical behaviour of E-glass/polyester composite laminates tailored with a thermoplastic preforming binder. Mat Sci Eng A-Struct 2003;363(1):335-344.
- 20. Tanoğlu M, Tuğrul Seyhan A. Investigating the effects of a polyester preforming binder on the mechanical and ballistic performance of E-glass fiber reinforced polyester composites. Int J Adhes Adhes 2003;23(1):1-8.
- Brody JC, Gillespie JW. Reactive and non-reactive binders in glass/vinyl ester composites. Polym Composite 2005;26(3):377-387.
- Aranda S, Klunker F, Ziegmann G. Compaction response of fiber reinforcements depending on processing temperatures. In: Proceedings of ICCM 17 Conference. Edinburgh, Scotland, 2009.

- 23. Aranda S, Klunker F, Ziegmann G. Influence of the binding system on the compaction behaviour of NCF carbon fibre reinforcements. In: Proceedings of ICCM 18 Conference. Jeju, South Korea, 2011.
- 24. Shih CH, Liu Q, Lee LJ. Vacuum-assisted resin transfer molding using tackified fiber preforms. Polym Composite 2001;22(6):721-729.
- Shih CH, Lee LJ. Tackification of textile fiber preforms in resin transfer molding. J Compos Mater 2001;35(21):1954-1981.
- Hillermeier RW, Seferis JC. Interlayer toughening of resin transfer molding composites. Compos Part A-Appl S 2001;32(5):721-729.
- 27. Estrada G, Vieux-Pernon C, Advani SG. Experimental Characterization of the Influence of Tackifier Material on Preform Permeability. J Compos Mater 2002;36(19):2297-2310.
- 28. Somashekar A, Bickerton S, Bhattacharyya D. Exploring the non-elastic compression deformation of dry glass fibre reinforcements. Compos Sci Technol 2007;67(2):183-200.
- 29. Gutowski TG, Kingery J, Boucher D. Experiments in composites consolidation: fiber deformation. In: Proceedings of ANTEC 86 Conference. 1986.
- 30. Lomov SV, Verpoest I, Barburski M, Laperre J. Carbon composites based on multiaxial multiply stitched preforms. Part 2. KES-F characterisation of the deformability of the preforms at low loads. Compos Part A-Appl S 2003;34(4):359-370.
- 31. Renaud J, Vernet N, Ruiz E, Laberge Lebel L. Creep compaction behavior of 3D carbon interlock fabrics with lubrication and temperature. Compos Part A-Appl S 2016;86:87-96.
- Trochu F, Ruiz E, Achim V, Soukane S. Advanced numerical simulation of liquid composite molding for process analysis and optimization. Compos Part A-Appl S 2006;37(6):890-902.
- 33. Simacek P, Merotte J, Advani SG. Compression Resin Transfer Molding Simulation for Net Shape Manufacturing of Composite Structures for Automotive Applications. SAMPE J 2016;52(1):19-29.
- 34. Yenilmez B, Sozer EM. Compaction of e-glass fabric preforms in the Vacuum Infusion Process,A: Characterization experiments. Compos Part A-Appl S 2009;40(4):499-510.

- 35. Buntain MJ, Bickerton S. Prediction of tooling forces in liquid composite moulding processes. SAMPE J 2003;39(1):8-15.
- Bickerton S, Buntain MJ, Somashekar AA. The viscoelastic compression behavior of liquid composite molding preforms. Compos Part A-Appl S 2003;34(5):431-444.
- 37. Hammami A, Gauvin R, Trochu F, Touret O, Ferland P. Analysis of the edge effect on flow patterns in liquid composites molding. Appl Compos Mater 1998;5(3):161-173.
- Schneider J, Hello G, Aboura Z, Benzeggagh ML, Marsal D. A meso-FR voxel model of an interlock woven composite. In: Proceedings of ICCM 17 Conference. Edinburgh, Scotland, 2009.

# CHAPITRE 6 ADAPTATION DE LA STRATÉGIE DE PRÉFORMAGE À LA FABRICATION DU CARTER LEAP

# 6.1 Problématique et objectifs

### 6.1.1 Problématique

Il faut d'abord rappeler que le cas du carter était particulièrement intéressant puisqu'il différait du cas plan en plusieurs points. Tout d'abord, la principale particularité de la préforme de cette pièce axisymétrique réside dans le fait qu'elle est constituée de quatre plis de renforts 3D enroulés sous tension sur un moule cylindrique. La tension et l'empilement successif étaient donc de nouveaux paramètres dont l'influence sur le comportement en compaction et les performances du préformage n'a pas été abordée dans l'étude sur le cas plan. Par exemple, une composante de glissement interpli est susceptible de s'ajouter au comportement en compaction. De plus, aucune étude n'a à priori été réalisée pour estimer ou caractériser l'effet de la tension sur le comportement en compaction et au préformage d'un renfort. La préforme était aussi constituée de plusieurs tissages différents afin de s'adapter aux changements d'épaisseur de la pièce dans sa largeur, comme montré sur la Figure 6-1. Or chaque tissage a un comportement en compaction différent. Comme le préformage doit être réalisé avec la membrane, ce qui signifie qu'une seule et même pression est appliquée sur ces différents tissages, des hétérogénéités de  $V_f$  pourraient être crées.



Figure 6-1 : Évolution de l'épaisseur dans la largeur de la préforme du carter LEAP.

Cette étude a été réalisée sur une version simplifiée et à échelle ½ de ce carter. C'est-à-dire que le diamètre de la pièce était constant (ce qui ne donnait pas une forme évolutive comme montré sur la Figure 6-1) et les brides (renvois à angle droit aux deux extrémités de la pièce) ont été retirées.

## 6.1.2 Objectifs

Cette partie de l'étude répond au quatrième et dernier objectif qui consiste à définir une stratégie de préformage à la membrane pour le cas du carter échelle ½. Cet objectif principal a été divisé en plusieurs sous-objectifs :

- Compacter la préforme à  $V_{f,p} = 58 \pm 2$  %.
- Maintenir ce V<sub>f</sub> quand la préforme n'est plus contrainte à haute température (simulation de la phase de chauffage du moule).
- Préformer deux tissages différents à un même V<sub>f</sub>.
- Proposer une démarche permettant de définir la stratégie de préformage applicable au carter échelle 1.

À noter qu'une seule des deux conditions de fabrications susceptible de créer une décompaction de la préforme pendant la fabrication a été testée. En effet, s'il était possible de mesurer la préforme après qu'elle ait subit de hautes températures, il était techniquement difficile de la lubrifier à chaud pour observer une éventuelle décompaction, comme cela a été fait dans le Chapitre 5. De plus, aucune pièce composite n'a été fabriquée avec ces préformes, le moule utilisé ne le permettant pas. L'épaisseur des préformes ainsi que leur aspect visuel a donc été caractérisé.

# 6.2 Description du système expérimental

Les principales parties du système expérimental sont décrites dans cette section, à savoir le moule de fabrication, la machine d'enroulement, les systèmes de chauffage, de mesure et de cuisson locale. Il faut par ailleurs noter que cette partie du projet a été réalisée au LCGD à Laval dont les locaux sont communs à l'École Polytechnique et à la compagnie ERFT Composites. En effet, compte tenu de la grande dimension des systèmes utilisés, il a été nécessaire de travailler dans un grand laboratoire équipé de moyens de manutention adaptés.

#### 6.2.1 Moule de fabrication

Le moule d'injection flexible, montré sur la Figure 6-2, a été utilisé par Ferreira Benevides (2011) qui visait à montrer la possibilité de fabriquer le carter à échelle réduite avec le procédé IF. Il avait été fabriqué par AEC au début du projet carter pour une utilisation avec le procédé RTM, puis adapté au procédé IF par la suite.



Figure 6-2 : Vue éclatée du moule carter à demi échelle.

Le moule a subi de nouvelles modifications pour ce projet. La partie de la cavité réservée aux brides a par exemple été comblée avec des pièces métalliques fixées au moule. Dans cette configuration, la cavité de la pièce faisait 200 mm de large par 910 mm de diamètre. De plus, la flasque inférieure et le fût ont été assemblés et scellés de manière « définitive », de même pour le contre-moule, originellement en deux parties, pour qu'ils n'aient pas à être démontés lors des différentes opérations de fabrication et pour assurer une meilleure étanchéité. La seule pièce à démonter était finalement la flasque supérieure, ce qui permettait de mettre ou d'enlever la membrane et le contre moule ou encore de démouler la préforme.

# 6.2.2 Système d'enroulement

### 6.2.2.1 Machine d'enroulement

Tout comme le moule, la machine d'enroulement montrée sur la Figure 6-3 a été conçue au début du projet carter par AEC. Elle diffère de celles utilisées actuellement pour enrouler la préforme du carter échelle 1, notamment au niveau de la technologie utilisée pour créer une tension d'enroulement.



Figure 6-3 : Machine d'enroulement du carter demi-échelle.

Cette machine est constituée d'une structure en profilés d'aluminium qui supportent deux axes parallèles. Le moule (fût et flasques assemblés) est monté sur l'un d'eux et est entrainé en rotation par un moteur électrique. La bobine de renfort 3D est montée sur l'autre axe qui est lié à un frein pneumatique, ce qui permet de créer la tension d'enroulement. La bobine est constituée d'un mandrin en aluminium sur lequel est enroulé le renfort 3D directement après tissage. Un laser installé sur la machine permettait d'assurer l'alignement de l'enroulement en continu en se référant

au traceur d'alignement en fibres de verre présent sur le renfort. L'axe de la bobine était monté sur un chariot actionné à l'aide d'une manivelle, ce qui permettait de le translater pour aligner le traceur avec le laser. Enfin, le renfort était mouillé à saturation par un opérateur à l'aide d'un pulvérisateur de jardin, en continu pendant l'enroulement. Ceci permet de faciliter l'enroulement en favorisant la compaction et la déformation du renfort. À noter qu'aucune tension d'enroulement n'était appliquée pendant le premier demi-tour, la pression au frein était progressivement amenée à son maximum lors du deuxième demi-tour puis maintenue pour le reste de l'enroulement. Ceci signifie que la tension d'enroulement variait en continu à cause du changement de diamètre de la bobine (déroulement) et du moule (enroulement).

#### 6.2.2.2 Système de mesure d'épaisseur

La machine d'enroulement a été modifiée afin d'y inclure le système de mesure d'épaisseur de la préforme, montré sur la Figure 6-4. Une mesure par contact a été utilisée grâce à un palpeur de mesure (Logic ALG A2720, CDI Chicago).



Figure 6-4 : Système de mesure monté sur la machine d'enroulement.

Ce palpeur permettait une amplitude de mesure de 50,8 mm, une résolution de 0,002 mm et erreur de mesure maximale certifiée de  $\pm$  0,004 mm. Le point de contact avec la préforme était sphérique pour éviter tout accrochage dans les torons ou les fibres. Ce palpeur était relié à un ordinateur qui permettait une acquisition continue. Enfin, il était monté sur un chariot qui pouvait se déplacer sur une barre parallèle à l'axe du moule afin de pouvoir prendre plusieurs points de mesure sur la largeur. Une fois en position, le chariot était maintenu en place grâce à un système vissé à un couple de 6 N.m (contrôlé à la clé dynamométrique), cette valeur influant la position du palpeur par rapport au moule et donc la mesure elle-même. La hauteur de cette barre transversale était réglée de façon à ce que la tige du palpeur coïncide avec le plan horizontal passant par le centre du moule.

#### 6.2.3 Système de chauffage

Le système de chauffage montré sur la Figure 6-5 permettait de contrôler la température du moule afin de polymériser le tackifiant et sécher la préforme. Il était constitué de deux plaques d'aluminium dans lesquelles un réseau de circulation d'huile était percé. Ces plaques étaient alimentées en huile par une machine de chauffage d'une puissance de 45 kW. Les plaques chauffantes étant en contact avec les flasques du moule, ce dernier était donc majoritairement chauffé par conduction. Les deux plaques chauffantes étaient montées sur une structure à vérins pneumatiques qui permettaient l'ouverture ou la fermeture du système. Les vérins n'assuraient toutefois pas le maintien du moule sous pression pendant la fabrication. Ceci était réalisé par le serrage de 4 boulons disposés aux quatre coins des plaques chauffantes et serrés à 150 N.m. Pour finir, une boite d'isolation thermique fabriquée pour l'occasion était installée lors du chauffage afin de limiter les pertes thermiques.



Figure 6-5 : Système de chauffage ouvert avec le moule à l'intérieur.

# 6.2.4 Système d'acquisition des données

Les données de pression, de vide et de température étaient enregistrées au moyen d'un système d'acquisition (GL900 midi Logger, Graphtec) lors des étapes de préformage et de réchauffage. Le moule était équipé de deux thermocouples de contrôle, un capteur de pression dans la cavité de compaction (entre le contre-moule et la membrane) et un capteur de vide dans la cavité d'injection (entre le moule et la membrane), comme montré sur la Figure 6-6. Il est aussi possible d'y voir où étaient situés les arrivées de pression et de vide. Les ports non utilisés ont été bouchés. À noter qu'un port est laissé ouvert dans la cavité d'injection pour créer une circulation d'air dans la préforme et possiblement faciliter son séchage.



Figure 6-6 : Schéma de l'emplacement des différents capteurs et ports de pressions.

# 6.2.5 Système de préformage local

La technique d'enroulement maitrisée par AEC était adaptée à la fabrication avec le procédé RTM. Dans ce cas, en fin d'enroulement, un clamp (montré sur la Figure 6-7) était appliqué alors que la tension d'enroulement était encore maintenue. La tension dans le brin entre la bobine et le clamp était alors enlevée et le brin coupé au plus proche du clamp. Ce dernier, en comprimant localement le renfort, permettait de conserver la tension d'enroulement dans la préforme pendant que les contre-moules étaient assemblés. Ces derniers, au nombre de 6 dans le moule RTM échelle 1, étaient assemblés de manière à ce que le dernier soit celui situé à l'endroit où est le clamp. La tension étant maintenue par les 5 autres contre-moules qui comprimaient eux même le renfort, il était possible d'enlever le clamp et de terminer l'assemblage. Dans le cas de l'injection flexible, cette technique n'est pas envisageable du fait que les contre moules n'appliquent aucune pression sur le renfort et que la membrane est faite en un seul morceau. Durant l'assemblage du moule, aucune tension ne peut être appliquée à la préforme, il n'est pas non plus possible de laisser le clamp. Il est donc possible que la tension dans la préforme diminue, voire qu'elle se déroule, si la friction entre les plis de renfort n'est pas suffisante. Afin de remédier à cette problématique, il a été proposé de réaliser un préformage localisé à l'endroit de la découpe. La polymérisation du tackifiant entre la dernière couche et l'avant dernière permettrait d'éviter le glissement inter-couche pour maintenir la tension dans la préforme quand le clamp serait enlevée. Cette solution a d'abord été validée en laboratoire (voir annexe B) puis utilisée sur le carter demi-échelle. Pour cela, le clamp montré sur la Figure 6-7 a été utilisé en insérant deux plaques chauffantes en silicone entre

la plaque d'appui et le renfort. Un contrôleur gérait le chauffage des plaques à l'aide d'un thermocouple de contrôle inséré entre la plaque de chauffage et le renfort. Un deuxième thermocouple placé au même endroit permettait de faire l'acquisition de température pendant cette étape.





# 6.3 Mesure d'épaisseur

La principale caractérisation de la préforme était une mesure d'épaisseur sur 360° qui était réalisée en trois positions sur la largeur de la préforme, comme montré sur la Figure 6-8. Le fait d'utiliser un palpeur fixe par rapport au moule en rotation (voir sur la Figure 6-4) implique de devoir réaliser plusieurs mesures de hauteur pour en déduire l'épaisseur de préforme. Le détail des mesures et des calculs est montré sur la Figure 6-8.



Figure 6-8 : Détail des mesures et du calcul de l'épaisseur d'une préforme.

La référence (Ref) est une zone dans le moule qui ne contient jamais de renfort. Comme il peut y avoir un démontage du moule de la machine d'enroulement entre la mesure sans renfort et avec, le moule est susceptible de bouger par rapport au palpeur. Considérant que la référence ne peut bouger par rapport au moule, chaque série de mesure de hauteur (sans renfort, avec renfort) est repérée par rapport à cette zone. Pour une position donnée, la hauteur du moule ( $h_{moule}$ ) est d'abord mesurée lorsqu'il ne contient pas de renfort ainsi que la référence ( $h_{ref,1}$ ). Le renfort est alors enroulé sur le moule puis une nouvelle mesure est réalisée ( $h_{pref}$ ) ainsi que la nouvelle référence ( $h_{ref,2}$ ). Le détail des mesures réalisées pour obtenir une épaisseur est montré dans la Figure 6-9 dans le cas d'une mesure après préformage (« appref ») en position 2.



Figure 6-9 : Courbes de hauteur et construction de la courbe d'épaisseur d'une préforme.

Il faut d'abord noter que pour chaque position, les mesures sont faites sur deux tours (720°) puis moyennées après traitement pour avoir l'épaisseur de préforme sur un tour (360°). Le palpeur donnant une information de hauteur par rapport au temps, il est nécessaire de les traduire par rapport à l'angle en divisant le temps total de mesure par 720°. Différents traitements sont ensuite réalisés pour obtenir la courbe d'épaisseur finale de préforme (magenta):

- Les courbes de hauteur sont lissées.
- Le moteur qui met le moule en rotation lors de la mesure ne tourne pas à une vitesse de rotation constante. Pour limiter l'erreur induite, les courbes sont recalées au demi-tour grâce à une vidéo réalisée pour chaque mesure.

Dans le calcul d'épaisseur, les deux courbes de référence sont soustraites. Or, la surface de référence n'est pas régulière car constituée de quatre quarts de cercle joints autour du moule. Le passage aux jonctions crée des sauts de hauteur visibles dans les courbes (bleu et verte). La hauteur des sauts n'est pas la même dans les deux mesures, si bien que la différence des deux références crée des erreurs dans la courbe finale. Pour remédier à ce problème, la moyenne de la différence des références a été calculée sur l'ensemble des points mesurées puis appliquée au calcul, quel que soit l'angle.

Le rayon du moule n'est pas régulier, surtout à l'angle 260° où il existe un creux. Ce défaut se répercute sur le renfort lors de son enroulement et son préformage, ce qui est visible sur la courbe noire. Différentes solutions ont été envisagées pour corriger ce problème mais aucune n'a été satisfaisante. Il a donc été décidé de laisser ce résultat tel quel. Le résultat est calculé sur un tour, ou 360°, en moyennant l'épaisseur obtenue aux deux tours à un angle donné. L'épaisseur est alors convertie en  $V_f$  (équation 1.2) puis les courbes aux trois étapes de la fabrication (avant préformage ou après enroulement, après préformage et après réchauffage) sont tracées ensemble, comme montré sur la Figure 6-10.



Figure 6-10 : Résultat typique de l'évolution du  $V_f$  de la préforme sur 360° à différentes étapes.

À noter qu'une zone grisée sur un tel graphique est considérée comme non exploitable car elle représente un zone de recouvrement réalisé en fin d'enroulement (5<sup>e</sup> pli) qui est difficile à corriger lors du calcul de  $V_{f}$ . En effet, il existe une zone de transition lors du passage de 4 à 5 plis qui rend le calcul approximatif, comme montré sur la Figure 6-11.



Figure 6-11 : Schéma montrant les différentes zones d'empilement de couches de tissu à l'endroit du recouvrement.

Il est possible de constater sur cette figure qu'il existe plusieurs variations du nombre de plis au niveau du recouvrement. Il est d'abord difficile de repérer les frontières entre les différentes zones sur les courbes expérimentales (Figure 6-10). De plus, il existe une zone où les empilements se succèdent pour laquelle le nombre de plis exact est difficile à connaitre. Pour ces raisons, il a été considéré que la préforme était constituée de 4 plis sur les 360°, ce qui crée une erreur (chute de  $V_f$ ) sur la zone de recouvrement.

Pour finir, les courbes d'évolution du  $V_f$  exploitées dans ce document représentent les mesures en position 2, c'est-à-dire au centre de la largeur de la préforme. Pour plus de lisibilité, les mesures en positions 1 et 3 ne sont pas montrées mais il faut savoir que la préforme est généralement moins épaisse aux bords qu'au centre. Ceci vient de l'enroulement pendant lequel la tension n'était pas parfaitement répartie sur la largeur, ce qui impactait l'épaisseur sur toutes les étapes suivantes. À noter que l'erreur de mesure a été analysée dans l'annexe C. Pour une mesure à  $V_f = 58$  %, l'amplitude de l'erreur est 0,1 % de  $V_f$  (c'est à dire relative). Seule l'erreur due au palpeur est prise en compte dans ce calcul. Il n'a pas été tenu compte des erreurs dues aux manipulations (déformation du moule pendant le chauffage et la manipulation, déplacement de la surface de référence par rapport au moule, déplacement du palpeur par rapport à l'axe du moule) qui sont difficilement mesurables. Une attention particulière a toutefois été pour les éviter.

*N.B.* : Parler d'erreur par rapport à une valeur cible en  $V_f$  porte souvent à confusion car cette dernière est exprimée en pourcentage, de même que l'erreur. Par exemple, si la valeur cible est de 60 % et que la valeur obtenue est de 54 %, il est possible de dire que l'erreur absolue est de 10 % ou que l'erreur relative est de 6 % de V<sub>f</sub>. La dernière façon est la plus souvent employée dans l'analyse suivante.

# 6.4 Description des étapes de la fabrication et de la caractérisation d'une préforme

Les étapes de la fabrication et de la caractérisation d'une préforme sont décrites dans cette section par ordre chronologique. À titre d'information, environ cinq jours consécutifs étaient nécessaires à la réalisation d'un essai.

#### 1. Préparation de surface du moule et de la membrane (scellant + démoulant)

Le moule et la membrane étaient traités avec 2 couches de scellant (Chemlease 15, Chem-Trend) espacées de 30 minutes. Après 1h de séchage, 4 couches de démoulant (Chemlease 70-90, Chem-Trend) étaient appliquées sur le moule et (McLube 1711L, McLube) sur la membrane, espacées de 15 minutes.

2. Mesure de hauteur du moule (h<sub>moule</sub>)

Voir section 6.3.

#### 3. Enroulement + pulvérisation (pendant ou après selon le type de pulvérisation)

La pulvérisation du tackifiant sur le renfort était réalisée avec un pistolet à peinture. Le débit était limité grâce aux réglages du pistolet de sorte à éviter les projections en dehors du renfort. Pour cela, avant chaque enroulement, le robinet de débit était fermé (pas de pulvérisation possible) puis progressivement ouvert jusqu'à avoir une qualité de pulvérisation satisfaisante. Le contrôle de la quantité projetée était réalisé en pesant le pistolet. La masse de tackifiant était en effet contrôlée par zone en utilisant les traceurs de fibres de verre perpendiculaires à la direction d'enroulement sur le renfort. Un tableur était préparé au préalable et permettait de contrôler la quantité projetée et d'enregistrer les valeurs de pesée du pistolet. Pour un préformage type « coque » (tackifiant réparti sur le 4<sup>e</sup> tour seulement), la pulvérisation avait lieu en fin d'enroulement. Pour un préformage type

« continu », elle avait lieu pendant toute la durée de l'enroulement. Si cette dernière solution est plus longue à réaliser, la pulvérisation permet d'assurer une meilleure répartition du tackifiant à travers l'épaisseur de la préforme. La masse de tackifiant à pulvériser était calculée en utilisant la même méthode que dans le Chapitre 5, le détail des calculs est donné en annexe D. Pour finir, une colle d'enroulement en spray a été utilisée sur le premier et le dernier 1/8<sup>e</sup> de tour pour éviter tout glissement du renfort. À noter que la pulvérisation était réalisée juste après le mouillage du renfort. En effet, l'eau était appliquée sur la bobine alors que le tackifiant était pulvérisé sur le brin tendu. L'inverse n'a pas été essayé.

#### 4. Préformage local

La quantité surfacique de tackifiant à l'endroit du préformage local était la même que sur le reste de la préforme. Les plaques chauffantes étaient installées juste avant l'endroit de la découpe puis le clamp était posé et serré par-dessus. L'ensemble était chauffé à 180 °C puis un maintien minimum de 2h à cette température état respecté, comme montré sur la Figure 6-12.



Figure 6-12 : Courbe de température appliquée au renfort pour la cuisson locale.

À noter que la rampe de chauffage à 180 °C n'était pas directe du fait que le renfort était mouillé. Ainsi, la température stagnait autour de 100 °C à cause de l'ébullition de l'eau pendant 30 à 40 minutes puis remontait par après. Une rampe par pallier était réalisée pour ne pas risquer de griller les plaques de chauffage. La tension d'enroulement était retirée une fois le clamp serré mais la découpe du bout de la préforme avait lieu une fois l'ensemble refroidi et le clamp retiré.

#### 5. Mesure de hauteur de la préforme (h<sub>pref</sub>) avant préformage (« avpref »)

La mesure détaillée dans la section 6.3 était réalisée après découpe et avant assemblage du moule.

#### 6. Compaction/cuisson de la préforme

Le moule était d'abord sorti de la machine d'enroulement, assemblé avec le contre-moule et la membrane puis installé dans la structure chauffante. Des tests d'étanchéité étaient réalisés puis le chauffage était lancé en même temps que la pression d'air était appliquée dans la cavité de compaction et la pression de vide dans la cavité pièce. Les différentes pressions et températures étaient enregistrées pendant cette étape, un exemple de relevé est montré sur la Figure 6-13. À noter que le tackifiant était polymérisé à 160 °C, les durées de chauffage ont été calculées grâce au modèle cinétique de la résine avec l'objectif d'amener le tackifiant à un degré de polymérisation de 95 %. Ce critère a été déterminé selon l'hypothèse que le tackifiant doit être le plus polymérisé possible pour maximiser la tenue du préformage.



Figure 6-13 : Cycle de température et de pression appliqué pendant la compaction/cuisson de la préforme.

La pression tracée correspond à celle appliquée sur le renfort, c'est-à-dire qu'elle correspond à la somme de la pression de compaction et de vide. À noter que, comme dans la cuisson locale, l'ébullition de l'eau dans la préforme avait tendance à ralentir le chauffage. En effet, un plateau à 100 °C visible entre 1h30 et 2h témoigne de ce phénomène. Dans ce cas, la consigne de chauffage n'était pas modifiée en conséquence. Avant de passer à l'étape suivante, un refroidissement complet sous pression avait lieu.

#### 7. Mesure de hauteur de la préforme $(h_{pref})$ après préformage (« appref »)

Pour cette étape, le moule était démonté pour enlever le contre-moule et la membrane puis installé sur la machine d'enroulement pour réaliser une mesure détaillée dans la section 6.3.

#### 8. Réchauffage

Cette étape visait à caractériser la décompaction de la préforme lorsqu'elle est soumise à de hautes températures. Elle simule ainsi l'étape précédant l'injection de la résine où la préforme est dans un moule chaud sans aucune contrainte. Le moule était à nouveau sorti de la machine d'enroulement, assemblé avec le contre-moule et la membrane et monté dans la structure chauffante. Les conditions de températures et de pression imposées lors de cette étape sont montrées sur la Figure 6-14.



Figure 6-14 : Cycle de température et de pression appliqué pendant le réchauffage de la préforme.
Une pression de compaction et de vide étaient appliquées sur la préforme pendant la montée en température, puis enlevée une fois arrivé à 160 °C. Le chauffage était alors maintenu pendant 10 minutes puis éteint à son tour. Comme pour le chauffage, un refroidissement complet était attendu pour passer à l'étape suivante. Il aurait bien entendu été plus représentatif de pouvoir réaliser la mesure d'épaisseur à 160 °C, mais l'opération aurait été difficile et dangereuse. En effet, le temps passé par la préforme sans contrainte à haute température est en général très court en fabrication réelle, de l'ordre de la minute. Cependant, il a été montré dans le Chapitre 5 que la décompaction à sec et à chaud était quasi-instantanée dans le cas plan avec ce même renfort. Ceci amène à penser que la décompaction mesurée dans l'étude du carter ½ était réellement celle qui arriverait en situation réelle. Il faudrait toutefois valider que les conclusions énoncées dans le cas plan sont valables dans un cas sous tension et multi-pli.

#### 9. Mesure de hauteur de la préforme (h<sub>pref</sub>) après réchauffage (« aprech »)

Cette étape est identique à l'étape 7.

### 10. Démoulage

Une fois la dernière mesure effectuée, la préforme était démoulée après avoir enlevé le moule de la machine d'enroulement. Dans le cas d'une pulvérisation continue, les 4 plis se tenaient entre eux et facilitaient la manipulation de la préforme (voir sur la Figure 6-15). C'était moins vrai dans le cas d'une pulvérisation coque car les plis internes ne tenaient pas forcément entre eux. De plus, il pouvait exister un espace entre le moule et la préforme dû au fait que le moule se dilatait pendant le réchauffage et que la préforme n'était pas contrainte pendant le refroidissement. En effet, cet espace n'était pas présent après l'étape de cuisson car la préforme était contrainte pendant le refroidissement. Si cet espace facilitait le démoulage, il venait aussi fausser la mesure d'épaisseur faite au palpeur après réchauffage. Il était alors nécessaire de mesurer la préforme à nouveau après démoulage avec un micromètre d'épaisseur.



Figure 6-15 : Préforme démoulée.

## 11. Mesure de l'épaisseur de la préforme au micromètre

Comme pour la mesure au palpeur, 3 positions de mesure étaient prises sur la largeur et ce, tous les 1/8 de tour. Cette mesure était répétée deux fois immédiatement après démoulage puis moyennée. À noter que cette mesure n'a pas pu être réalisée dans certains cas car la préforme a été détériorée au démoulage. Toutefois, dans ces cas, la mesure au palpeur n'était pas faussée car il n'existait pas d'espace entre la préforme et le moule.

## 12. Nettoyage du moule

Le moule était nettoyé à l'acétone avant de recommencer une fabrication.

# 6.5 Description du plan d'expériences

## 6.5.1 Matériaux utilisés

Le renfort utilisé était fourni par AEC, il a aussi été utilisé dans le Chapitre 5. Ses paramètres de tissage sont détaillés dans la section 5.2.1. Le renfort était mouillé avec de l'eau distillée. Le tackifiant était constitué de la résine présentée dans la section 2.6 mélangée à de l'acétone à un

taux de dilution dr = 20 PHR. Enfin, la colle de préformage en spray (Super 77, 3M) a été utilisée (voir section 6.4). Deux types de tissus ont été utilisés, ceux avec un tissage identique sur toute la largeur (« épaisseur constante ») et ceux avec deux tissages différents sur la largeur (« épaisseur variable »). Pour ce faire, le même tissage était utilisé d'un côté de la largeur (« zone épaisse »), de l'autre côté se trouvait un tissage avec les mêmes paramètres excepté le nombre de fils dans le sens chaine qui était de 24 K (« zone fine »). Entre les deux se trouvait une zone de transition qui créait une variation progressive d'épaisseur entre les deux tissages. Une illustration d'une coupe d'un renfort à épaisseur variable est montrée sur la Figure 6-16.



Figure 6-16 : Schéma de la coupe d'une largeur de tissu à épaisseur variable.

## 6.5.2 Plan d'expériences

Le plan d'expériences original comprenait la fabrication de 9 préformes, 6 à épaisseur constante et 3 à épaisseur variable. Finalement, une erreur de tissage sur les 6 premières bobines à épaisseur constante a obligé à modifier ce plan dès le début. En effet, bien que 6 nouvelles bobines aient été tissées, les délais de production ont obligé à travailler sur celles avec erreur dans un premier temps pour se former. Ces dernières étant plus courtes que prévu à cause de l'erreur de tissage, il fallait utiliser deux bobines pour fabriquer une préforme. En effet, le renfort était livré en bobines contenant la longueur nécessaire pour faire deux préformes plus une zone tampon au milieu. Il a donc été décidé de faire des enroulements de 4 tours (comme prévu) qui inclurait la longueur d'une préforme plus la zone tampon plus une partie de la longueur de la deuxième préforme de cette bobine. Le fait d'inclure la zone tampon, constituée de renforts différents que celui supposé être dans la préforme, allait donc créer des hétérogénéités d'épaisseur qui ne seront pas prise en compte dans l'analyse. Bien qu'un plan initial ait été rédigé, les paramètres de chaque fabrication dépendaient du résultat obtenu dans la précédente. Pour ces raisons, le plan expérimental réel sera détaillé lors de la présentation des résultats. Les paramètres de l'étude étaient les suivants :

- *Type de pulvérisation* : continue ou coque.

- Pression de préformage P<sub>p</sub> : ajustée en fonction des résultats pour obtenir un V<sub>f</sub> de 58 ± 2
  % après préformage.
- *Cycle de cuisson* : court (4h de rampe à 160 °C et 2h de maintien, voir Figure 6-13) ou long (10h de rampe à 160 °C, pas de maintien).
- *Taux de tackifiant rc* : 1,5 ; 0,5 ; 0 % du volume de résine dans le composite à  $V_f = 58$  %.

# 6.6 Résultats de l'étude

L'évolution du  $V_f$  de la préforme à différents stades de sa fabrication est d'abord analysée. Les tableaux présentés dans cette section contiennent des valeurs moyennes de  $V_f$  calculées sur les courbes montrées sur la Figure 6-10 en excluant les zones de recouvrement et tampon (pour les préformes 1 et 2). À noter que les figures d'évolution du  $V_f$  ne sont pas montrées dans ce document pour ne pas l'alourdir. L'impact du type de pulvérisation sur l'aspect de surface de la préforme sera enfin discuté dans la dernière partie. L'interprétation des résultats donnée dans cette section est à lire en gardant à l'esprit que cette étude est à caractère fortement industriel. Si 9 essais peuvent constituer un gros plan expérimental en développement industriel, il reste qu'il n'a pas été possible de répéter les essais pour des raisons de coût et de temps. Pour ces raisons, les écarts entre les résultats comparés peuvent être discutables d'un point de vue scientifique.

## 6.6.1 Résultats sur les préformes à épaisseur constante

Dans un premier temps, les résultats des préformes à épaisseur constante sont présentés dans le Tableau 6-1 avec les principaux paramètres de fabrication (rc, type de cycle de chauffage,  $P_p$ , type de pulvérisation). De plus, les  $V_f$  moyens aux différents moments de la fabrication (avant préformage, après préformage, après réchauffage, après réchauffage au micromètre) sont affichés. Enfin, le gain de  $V_f$  au préformage ( $\Delta V_{f,préf.}$ ) ainsi que la perte de  $V_f$  au réchauffage ( $\Delta V_{f,réch.}$ ) sont calculés avec les équations suivantes à partir des valeurs moyennes du  $V_f$  avant préformage ( $V_{f,av.pref.}$ ), après préformage ( $V_{f,ap.pref.}$ ) et après réchauffage ( $V_{f,ap.réch.}$ , mesure au micromètre, considérée plus proche de la réalité).

$$\Delta V_{f,pr\acute{e}f.} = V_{f,ap.pref.} - V_{f,av.pref.}$$
(6.1)

$$\Delta V_{f,r\acute{e}ch.} = V_{f,ap.r\acute{e}ch.} - V_{f,ap.pref.}$$
(6.2)

Cette approche permet une analyse plus fine des résultats car le  $V_f$  d'enroulement peut varier d'un essai à l'autre et impacter les résultats subséquents. Or les connaissances actuelles sur le comportement en compaction des renforts sous tension ne permettent cependant pas d'anticiper l'impact d'un changement de  $V_f$  initial (après enroulement dans ce cas) sur le préformage.

Tableau 6-1 : Résumé des  $V_f$  moyens mesurés lors des différentes étapes de fabrication pour<br/>chaque préforme à épaisseur constante.

N° préf.	rc (%)	Cycle chauff.	Pp (kPa)	Pulv.	V <sub>f</sub> av. préf. (%)	<i>V<sub>f</sub></i> ap. préf. (%)	<i>V<sub>f</sub></i> ap. réch. (%)	V <sub>f</sub> ap. réch. µmètre (%)	∆V <sub>f,préf.</sub> (%)	$\Delta V_{f,r\acute{e}ch.}$ (%)
1*	1,5	Court	140	Coque	46,01 ± 0,30	55,49 ± 0,43	51,76± 0,85	53,37 ± 0,57	9,48	2,12
2*	1,5	Court	140	Continue	45,27 ± 0,41	54,18 ± 0,36	50,39 ± 0,79	52,31 ± 0,43	8,91	1,87
3	1,5	Court	280	Continue	48,36 ± 0,33	60,33 ± 0,47	54,23 ± 0,39	54,85 ± 0,79	11,97	5,48
4	1,5	Court	210	Continue	46,85 ± 0,26	57,13 ± 0,49	53,07 ± 0,47	$54{,}56\pm\\0{,}40$	10,28	2,57
6	1,5	Long	210	Continue	48,26 ± 0,46	56,00 ± 0,31	51,81 ± 0,59	52,05 ± 0,60	7,74	3,95
8	0,5	Court	210	Continue	47,80 ± 0,34	56,81 ± 0,43	52,63 ± 0,29	53,43 ± 0,61	9,01	3,38

\* : Tissage avec erreur

### 6.6.1.1 Impact du type de pulvérisation

Les deux premières préformes, pour lesquelles le renfort avec erreur a été utilisé, ont permis de comparer le type de pulvérisation. À noter que la première a servi à faire un enroulement de démonstration. Elle a été ensuite déroulée puis enroulée à nouveau et préformée pour avoir ces résultats, ce qui peut les impacter. De plus, pour ces deux essais, des fuites d'air importantes dans le moule n'ont pas permis d'appliquer la pression voulue de 300 kPa. Le problème d'étanchéité a

été résolu pour les essais suivants. Ceci explique pourquoi  $V_{f,ap,pref}$  est inférieur à 58 %. De plus, le réchauffage provoque une décompaction de la préforme qui est légèrement plus faible dans le cas de la pulvérisation continue. Or il a été montré dans le Chapitre 5 que le tackifiant reste majoritairement en surface d'un pli de renfort. Cette différence de comportement pourrait donc venir du fait qu'il y a du tackifiant entre les plis de renfort dans le cas d'une pulvérisation continue alors qu'il n'y a qu'en surface du dernier pli avec une coque. Selon cette étude, le type de pulvérisation aurait peu d'influence sur le comportement de la préforme au préformage et au réchauffage. En se basant sur l'hypothèse qu'une pulvérisation continue était plus logique du point de vue des propriétés mécaniques du composite final (car la même quantité de tackifiant est mieux répartie), il a été décidé de garder ce type de pulvérisation pour le reste de l'étude. Ce choix a de plus été motivé par la différence d'état de surface de la préforme, qui sera discuté dans la section 6.6.3.

#### **6.6.1.2** Impact de la pression de préformage $(P_p)$

Ce paramètre a été étudié sur les préformes 3 et 4. La préforme 3 a été compactée à  $P_p = 280$  kPa, ce qui permis d'obtenir un  $V_{f,ap.pref.}$  d'environ 60 %. C'est pourquoi il a été décidé de réduire la pression à 210 kPa pour la préforme 4, ce qui a permis de s'approcher de l'objectif de 58 %. À noter que cette préforme respectait d'ailleurs le critère demandé par Safran, à savoir un  $V_f$  de 58  $\pm$  2 % sur l'ensemble de la préforme. Le réchauffage a encore une fois créé une décompaction dans les deux cas. Toutefois,  $\Delta V_{f,réch.}$  obtenu dans le 3<sup>e</sup> essai est important et assez incohérent avec celui obtenu dans les autres préformes. La conclusion de cette partie est donc similaire à celle déjà émise dans le cas plan (Chapitre 5), à savoir qu'augmenter  $P_p$  permet d'augmenter  $V_{f,ap.pref.}$ .

## 6.6.1.3 Impact du cycle de cuisson

Le cycle de cuisson (décrit en section 6.5.2) a été étudié en comparant les résultats des préformes 4 (cycle court) et 6 (cycle long). Le  $\Delta V_{f,préf}$  obtenu avec un cycle long est inférieur à celui résultant d'un cycle court. Or,  $P_p$  étant égal dans les deux cas, le  $V_f$  en fin de fluage (et donc après préformage) devrait être le même. Deux hypothèses peuvent donc être émises pour expliquer cette différence. Soit il existe une forte décompaction dans le cas du cycle long lorsque la pression de préformage est enlevée avant la mesure d'épaisseur. Soit le comportement en compaction du renfort avec un cycle long est différent d'avec un cycle court (par exemple, à cause d'un temps de

séchage différent). Dans ce cas, le renfort serait plus facile à compacter avec un cycle court qu'avec un cycle long. Ceci va à l'inverse de ce qui a été montré dans le cas plan (voir Chapitre 4). Toutefois, les temps caractéristiques des cycles testés dans le cas plan n'étaient pas les mêmes. En effet, dans le cas plan, un cycle court représentait environ 30 min de rampe de chauffage pour atteindre 160 °C et un cycle long environ 2h (voir Figure 4-3). Il avait été conclu dans cette étude que le renfort se compactait moins avec un cycle court car l'eau s'évaporait trop vite et ne lubrifiait plus le renfort. Dans l'étude sur le carter échelle <sup>1</sup>/<sub>2</sub>, un cycle court représente une rampe de 4h et un cycle long 10h (voir section 6.5.2). Donc dans les deux cas, la compaction du renfort devrait être maximale, ce qui invaliderait l'hypothèse d'une différence de compaction et laisserait croire qu'il y a une plus forte décompaction avant mesure avec le cycle long. De plus, la préforme carter ayant subi un cycle long s'est plus décompactée lors du réchauffage, ce qui laisse entendre que le préformage était moins résistant à la température dans ce cas. Ceci pourrait être expliqué par le fait que le cycle de cuisson de la résine de préformage est très différent dans ce cas. Dans le cycle long, la résine solidifie pendant la rampe (autour de 140 °C) par exemple. Si ce changement entrainait une modification des propriétés mécaniques de la résine, le préformage serait alors moins résistant (rupture plus facile des liens fibre-fibre). Il est ainsi possible de conclure qu'au vu de ces résultats, un cycle de cuisson court (mais pas trop, sinon la compaction du renfort serait moins bonne) pourrait permettre d'obtenir une préforme plus résistante à la température et avec un  $V_{f,ap,pref}$  plus élevé.

#### 6.6.1.4 Impact du taux de résine de préformage rc

L'effet du changement de *rc* a été observé sur les résultats des préformes 4 et 8. Les conclusions sont assez similaires à celles énoncées pour l'impact du cycle de cuisson. En effet, augmenter *rc* a permis de diminuer  $\Delta V_{f,réch.}$ , ce qui est cohérent avec les résultats du Chapitre 5. De plus, augmenter *rc* a aussi permis d'augmenter  $\Delta V_{f,préf.}$ , ce qui pourrait indiquer que le tackifiant a agit comme un lubrifiant pour faciliter la compaction du renfort, au même titre que l'eau. Cette hypothèse n'a toutefois pas été vérifiée dans le cas plan (voir Chapitre 5). Dans ce cas précis, un *rc* de 1,5 % semble avoir permis de compacter le renfort à plus haut  $V_f$  et a diminué sa décompaction lors du réchauffage, par rapport à un cas avec un *rc* de 0,5 %.

## 6.6.2 Résultats sur les préformes à épaisseur variable

Trois préformes à épaisseur variable ont été fabriquées et caractérisées au cours de ce projet. Il faut d'abord préciser que le système utilisé n'était pas adapté à leur fabrication. En effet, les deux renforts constituant la préforme ayant une épaisseur différente, il est nécessaire d'avoir un mandrin d'enroulement et un moule avec la bonne forme pour permettre de répartir équitablement la tension d'enroulement dans les deux sections. Pour cela, il faut de compenser la variation de diamètre qui apparait entre les deux sections lors de l'enroulement. C'est fait pour le cas du carter échelle 1 en réalisant des mandrins et des moules aux formes adaptées. Cependant, le système du carter  $\frac{1}{2}$  utilisait un mandrin et un moule avec un diamètre constant dans la largeur. Il a donc fallu apporter des modifications pour essayer de répartir au mieux la tension lors de l'enroulement. Côté bobine, cela a été fait par AEC en insérant une épaisseur de néoprène en feuille sous la zone fine lors de l'enroulement du renfort sur le mandrin. Le premier essai a été réalisé avec cette modification seulement (préforme 5), mais n'a pas apporté de résultats satisfaisant car la différence de  $V_{f,av.pref.}$  entre les deux zones était importante (voir Tableau 6-2). Il a alors été décidé de modifier moule en collant une épaisseur le moule sous la zone fine, comme montré sur la Figure 6-17.



Figure 6-17 : Modification du moule carter ½ pour permettre l'enroulement de renfort à épaisseur variable (a) et résultat (b).

L'épaisseur de silicone correspondait à la moitié de la différence d'épaisseur des renforts à  $V_f = 58$ %, soit environ 3,2 mm. Ceci a permis de diminuer la différence de  $V_f$  entre les deux zones, sans toutefois être encore satisfaisant. La différence de tension était d'ailleurs visible en observant les traceurs de fibres de verre sur le renfort pendant l'enroulement, comme montré sur la Figure 6-17. Aucune autre modification n'a été apportée par la suite, les résultats affichés dans cette section sont donc à analyser en gardant cette limitation à l'esprit.

Tableau 6-2: Résumé des  $V_f$  moyens mesurés lors des différentes étapes de fabrication pour<br/>chaque préforme à épaisseur variable.

N° préf.	rc (%)	Cycle chauff.	Pp (kPa)	Pulv.	Zone	V <sub>f</sub> av. préf. (%)	V <sub>f</sub> ap. préf. (%)	V <sub>f</sub> ap. réch. (%)	V <sub>f</sub> ap. réch. µmètre (%)	ΔV <sub>f,préf.</sub> (%)	∆V <sub>f,réch.</sub> (%)
5*	1,5	Court	210	Coque	Épaisse	50,32 ± 0,43	57,80 ± 0,46	53,38 ± 0,32	N.A.**	7,48	4,42
					Fine	38,14 ± 0,63	56,59 ± 0,45	46,03 ± 0,43	N.A.**	18,45	10,56
7	1,5	Court	210	Continue	Épaisse	47,71 ± 0,78	57,62 ± 0,52	52,06 ± 0,64	53,07 ± 0,81	9,91	4,55
					Fine	42,63 ± 0,92	54,89 ± 0,73	46,68 ± 0,75	47,87 ± 1,06	12,26	7,02
9	0	Court	210	N.A.	Épaisse	47,75 ± 0,52	53,99 ± 0,31	51,41 ± 0,37	N.A.**	6,24	2,58
					Fine	43,49 ± 0,82	49,49 ± 0,89	46,80 ± 0,79	N.A.**	6,00	2,69

\* : Pas de compensation d'épaisseur

\*\* : Préforme endommagée lors du démoulage

### 6.6.2.1 Impact de la tension d'enroulement

La tension d'enroulement dans les préformes 5 et 7 a été répartie de manière différente à cause de la modification apportée au moule (voir Figure 6-17). Cette dernière a permis de réduire la différence de  $V_{f,av,pref.}$  entre les deux zones de tissage de 12 à 5 %. La zone épaisse était donc moins tendue (donc à priori plus facile à compacter) dans la préforme 7 que dans la 5. À l'inverse,

la zone fine était plus facile à compacter dans la préforme 5 que dans la 7. Ainsi,  $\Delta V_{f,préf.}$  en zone épaisse est plus grand dans la préforme 7 que dans la 5 et inversement pour la zone fine. Il est cependant assez étonnant de constater que  $V_{f,ap,pref.}$  dans la zone épaisse est le même dans les deux cas malgré deux conditions initiales différentes. Plus étonnant encore dans la zone fine, ce  $V_f$ est plus important dans la préforme 5 alors que  $V_{f,av,pref.}$  est plus faible que dans la 7. Il est clair que la tension dans le renfort lors de l'enroulement a tendance à augmenter  $V_{f,av,pref.}$  Son influence sur le comportement en compaction du renfort est cependant plus difficile à comprendre. Des essais complémentaires seraient nécessaires pour mieux comprendre ce phénomène.

La décompaction due au réchauffage semble aussi liée à la tension d'enroulement. En effet, si  $\Delta V_{f,réch.}$  mesuré dans la zone épaisse est sensiblement le même dans les deux cas, il reste plus important dans la zone fine pour la préforme 5. Or cette zone est moins tendue dans cet essai que dans le 7. Ces résultats indiquent que la tension d'enroulement contribuerait au préformage en limitant la décompaction à haute température.

#### 6.6.2.2 Utilité du tackifiant

La préforme 9 a été fabriquée sans tackifiant (préformage à l'eau) à la suite de l'analyse des résultats de la préforme 8. En effet, cette dernière montrait bien un léger impact de la quantité de tackifiant sur  $V_{f,ap,pref.}$ , mais plus faible qu'attendu. Il a donc été décidé de faire un essai sans tackifiant pour confirmer la tendance. Il a de plus été décidé de faire cet essai sur une préforme à épaisseur variable pour envisager ce cas sur une situation plus proche de la situation du carter à échelle 1. Cet essai est donc à comparer à la préforme 7 qui a été réalisée dans les mêmes conditions, avec un *rc* de 1,5 %. À la lumière des résultats obtenus dans le cas plan (Chapitre 5), il était attendu que le préformage à l'eau ne résiste pas aux hautes températures. Cependant, la tension dans le renfort pouvait influencer cette tendance.

Il faut d'abord noter que  $V_{f,av.pref.}$  en zone épaisse et en zone fine sont proches pour les préformes 7 et 9, ce qui rend leur comparaison plus aisée. Lors du préformage,  $\Delta V_{f,préf.}$  est plus faible lorsqu'il n'y a pas de tackifiant (préforme 9) que lorsqu'il y en a (préforme 7). Ceci peut d'une part indiquer que le tackifiant agit comme un lubrifiant. Cette hypothèse a aussi énoncée dans la section 6.6.1.4 mais a été invalidée car ce phénomène n'a pas été caractérisé dans le cas plan. D'autre part, la décompaction de la préforme pourrait être importante entre l'enlèvement de la pression de préformage et la mesure d'épaisseur après préformage, dans le cas sans tackifiant, puisqu'il n'y a pas de lien entre les fibres qui ont été créés avec le tackifiant. Cette situation n'ayant toutefois pas été testée dans l'étude du préformage dans le cas plan (Chapitre 5), c'est à dire qu'une mesure après refroidissement sous compaction n'était pas faite, il n'est pas possible de confirmer ce phénomène.

De plus, les résultats de décompaction après réchauffage indiquent que  $V_{f,ap,réch}$  est proche dans les deux situations de préformage, que ce soit dans la zone épaisse ou dans la fine. Ce résultat amène à discuter de l'intérêt d'utiliser du tackifiant pour préformer ce renfort, et entre en contradiction avec les observations réalisées dans la section 6.6.1.4. Toutefois, comme expliqué dans le cas plan (voir Chapitre 5), les temps de décompaction mesurés sont très longs par rapport à ce qui a lieu dans une fabrication réelle. Même si cette analyse était faite pour la décompaction lubrifiée dans le cas plan, elle pourrait aussi être réalisée pour la décompaction à sec ici. Il s'avère donc que l'essai de réchauffage réalisé n'était peut-être pas suffisant pour caractériser complètement le comportement en décompaction de la préforme, puisqu'il manque la mesure de son évolution par rapport au temps et la lubrification par la résine. Il faut quand même préciser qu'il n'était pas possible de réaliser ces caractérisations dans ce cas, car il aurait fallu ouvrir le moule à chaud pour pouvoir accéder à la préforme, ce qui est dangereux. En se basant sur les résultats mesurés ici après préformage, sur les observations réalisées sur l'épaisseur constante (section 6.6.1.4) et dans le cas plan (Chapitre 5), il a été décidé de faire une choix conservateur en concluant que le préformage à l'eau (c'est-à-dire sans tackifiant) n'est pas envisageable dans le cadre du projet carter.

## 6.6.3 Impact du type de pulvérisation sur l'aspect de surface de la préforme

Le critère principal de cette étude concernait le  $V_f$  de la préforme après différentes opérations, son aspect de surface entrant assez peu en compte. Il est toutefois intéressant de constater que le type de pulvérisation change grandement ce paramètre. Pour ce faire, la Figure 6-18 montre les différences entre une pulvérisation coque et continue avant et après préformage.



Figure 6-18 : État de surface de la préforme avec pulvérisation coque avant préformage (i.e. tackifiant non polymérisé) (a) et après (tackifiant polymérisé) (b), avec pulvérisation continue avant préformage (c) et après (d).

Une pulvérisation coque donne une surface très blanche après préformage, principalement due au fait que beaucoup de résine s'est accumulée dans les espaces entre les torons. Ce n'est pas le cas avec une pulvérisation continue où la surface est légèrement blanchie par rapport au tissu non préformé. Ce blanchiement est expliqué par le fait que la résine pénètre peu à travers l'épaisseur du renfort, comme montré dans le Chapitre 5. La différence observée vient du fait que 4 fois plus de résine de préformage est pulvérisée sur le dernier pli lors d'une pulvérisation coque. La concentration en surface théorique de tackifiant est donc de 6 % dans le cas d'un préformage à *rc* 

= 1,5 %. Si l'état actuel des connaissances ne permet pas d'affirmer si cette différence peut influencer les propriétés mécaniques du composite, il est important de noter qu'elle peut modifier son état de surface. En effet, comme montré sur la Figure 6-19, la différence d'aspect entre un composite avec renfort 3D de carbone avec et sans préformage est visible sur les torons de surface. Dans ce cas, une seule pulvérisation à rc = 1,5 % a été réalisée, il est pourtant possible de voir des résidus de tackifiant sur la surface des torons.



Figure 6-19 : Différence d'état de surface entre un composite avec renfort 3D de carbone sans préformage (a) et avec (b).

# 6.7 Préformage du carter échelle 1

# 6.7.1 Recommandations faites à la suite de l'étude sur l'échelle ½

Tout d'abord, il faut garder à l'esprit que l'étude sur le carter demi échelle n'est qu'en partie représentative du cas du carter échelle 1. Il se peut donc que les observations diffèrent dans les deux cas. Les principales similitudes et différences sont les suivantes :

- Le tissu utilisé dans l'étude (préforme à épaisseur constante et zone épaisse des préformes à épaisseur variables) a des paramètres de tissage proches de la zone de rétention du carter échelle 1. C'est la zone au centre de la largeur de la pièce, elle est considérée comme la plus critique en terme de  $V_f$  et de propriétés mécaniques puisque c'est ici qu'aurait lieu l'impact avec une aube de soufflante qui se détacherait en fonctionnement.

- La tension d'enroulement dans la largeur du carter échelle 1 est mieux répartie que dans le cas du carter demi échelle dû à un système d'enroulement plus évolué et à un moule aux formes adaptées.
- La tension d'enroulement dans le carter échelle 1 est constante pendant tout l'enroulement (sauf dans le premier demi-tour, comme expliqué en section 6.2.2.1) contrairement au cas présent grâce à un système d'enroulement plus évolué. La tension obtenue en fin d'enroulement du carter <sup>1</sup>/<sub>2</sub> était par contre représentative de celle du carter échelle 1.
- Les défauts de conception du moule demi-échelle ont été modifiés dans l'échelle 1.

À la lumière des résultats précédemment exposés, les recommandations pour le préformage du carter échelle 1 sont les suivantes :

- Tackifiant = résine diluée à 20 PHR d'acétone.
- rc = 1.5 % du volume de résine dans le composite à  $V_f = 58$  %.
- $P_p$  comprise entre 210 et 280 kPa.
- Pulvérisation du tackifiant en continu.
- Pulvérisation du tackifiant après le mouillage du tissu lors de l'enroulement (l'inverse n'a pas été essayé).
- Utilisation du préformage local en fin d'enroulement à *rc* identique à celui dans le reste de la pièce.
- Rampe de chauffage la plus rapide possible.

# 6.7.2 Stratégie de préformage utilisée

À la suite de cette étude, 3 carters à échelle réelle ont été fabriqués en injection flexible par le partenaire industriel. La stratégie énoncée dans la section précédente a été utilisée à l'exception de la pulvérisation qui a été réalisée en coque pour des raisons techniques. Il n'a pas été possible de comparer les résultats obtenus lors de ces essais puisque seulement une mesure d'épaisseur de préforme a été réalisée après enroulement. Les trois pièces ont été fabriquées avec succès et de manière répétable, ce qui indiquerait que l'objectif du préformage était rempli (même si aucune pièce sans tackifiant n'a été réalisée). Les défauts typiques d'un préformage insuffisant, tels que les variations d'épaisseur, zones sèches ou pressions insuffisantes dans la résine lors de la consolidation, n'ont pas été observés.

# 6.8 Lien avec les résultats du cas plan

Il existe des similitudes et contradictions entre l'étude du cas plan et du carter  $\frac{1}{2}$  qui ont été énoncées lors de l'analyse des résultats. Il est toutefois intéressant de discuter de l'utilité du préformage dans le cas du carter en comparant les conclusions de l'étude sur le préformage dans le cas plan (Chapitre 5) et dans le carter  $\frac{1}{2}$ . Le renfort étant le même dans les deux études, il est possible de comparer les valeurs de  $V_f$  entre elles.

Dans le cas plan, le renfort préformé sans tackifiant décompactait après lubrification par la résine jusqu'à revenir au  $V_f$  initial d'environ 35 %, qui correspond à l'épaisseur naturelle du renfort. Or, dans le cas du carter  $\frac{1}{2}$ , le renfort est compacté grâce à la tension d'enroulement à un  $V_f$  initial plus élevé d'environ 48 % (voir valeurs de  $V_{f,av,pref}$  dans le Tableau 6-1). S'il est considéré que le renfort ne peut pas décompacter après lubrification par la résine à une valeur inférieure au  $V_f$  initial, il serait possible d'affirmer que la préforme dans le cas du carter ne peut pas décompacter à un  $V_f$  inférieur à 48 % et ce, même sans tackifiant (ce qui n'a pas été testé expérimentalement). Dans le cas plan, la stratégie de préformage qui minimisait la décompaction finale de la préforme permettait d'obtenir un  $V_f$  décompacté après lubrification de 42.52 % ( $V_{f,lub}$  dans la Table 5-1). Il a de plus été montré avec le calcul analytique de la décompaction que cette stratégie de préformage devrait permettre la fabrication sans défaut, même à de faibles débits d'injection. L'utilité du préformage dans le cas du carter pourrait donc être remise en cause dans le cas où la tension d'enroulement compacte suffisamment le renfort.

Il faut toutefois modérer la conclusion précédente puisqu'il reste des inconnues dans la compréhension de l'effet du préformage sur la fabrication du carter. D'un côté, la tension d'enroulement n'est pas parfaitement répartie dans le carter et le renfort caractérisé dans le cas plan n'est représentatif que d'une partie de la préforme réelle (la plus importante d'un point de vue mécanique). S'il s'avère qu'une zone est très peu tendue ou que sa décompaction est plus importante que ce qui a été caractérisé, des problèmes pourraient arriver pendant la fabrication. De l'autre côté, le cas plan peut s'avérer être pessimiste par rapport au cas du carter car, en plus de ne pas être tendu, le renfort est libre aux quatre bords de l'échantillon et peut donc facilement se décompacter. La préforme du carter, enroulée sur un moule cylindrique et de plus grande dimension, a donc des effets de bord moins favorables à la décompaction. Finalement, dans l'état

actuel des connaissances, conserver une étape de préformage pourrait permettre de prévenir des problèmes de fabrication tant que toutes ces inconnues ne sont pas maitrisées.

# CHAPITRE 7 DISCUSSION GÉNÉRALE ET RECOMMANDATIONS

La discussion et les recommandations seront divisées en trois parties. La définition de la stratégie de préformage dans le cas plan et dans le cas du carter sera d'abord abordée. Les possibles applications de l'effet de la température sur le comportement en compaction des renforts sera ensuite discutée. Enfin, une mise en évidence du mouvement de l'ensimage lors de la compaction de renforts à haute température sera présentée afin de justifier des résultats présentés dans les Chapitres 4 et 5.

# 7.1 Définition de la stratégie de préformage

## 7.1.1 Sélection du tackifiant et de la stratégie d'application

Le choix du tackifiant pour cette étude était principalement limité par la certification du carter qui était déjà réalisée. Il était donc difficile de choisir une résine de préformage différente de la matrice de la pièce. L'idée première était de garder une stratégie de préformage similaire à ce qui était fait dans les travaux précédents sur le procédé IF, c'est à dire que le tackifiant était appliqué par pulvérisation sur chaque face de chaque couche de renfort. Toutefois, la plupart de ces travaux ont été réalisés sur des renforts 2D. De ce fait, la répartition du tackifiant à travers l'épaisseur était suffisante pour obtenir des préformes rigides et à priori avec peu de décompaction, même avec des tackifiant avec des viscosités plutôt élevées (les résines époxy utilisées pour préformer n'étaient pas diluées). Dans cette étude, il a été décidé de diluer la résine de préformage suffisamment pour la rendre pulvérisable, en considérant que la dilution favoriserait l'imprégnation du tackifiant à travers l'épaisseur du renfort 3D, qui est très épais par rapport à un 2D. Il a été montré dans le Chapitre 5 que ce n'a pas été suffisant car le tackifiant restait dans les torons de surface, ce qui limitait grandement l'effet du préformage sur la décompaction de la préforme lors de la fabrication.

Une première solution pour améliorer la répartition du tackifiant à travers l'épaisseur d'une couche pourrait être d'étudier plus finement les propriétés capillaires du tackifiant avec la fibre de carbone pour définir un diluant et un taux de dilution adéquats. Toutefois, le tackifiant pénètre par capillarité dans les torons. Or ces derniers sont principalement orientés dans le plan (même le fil interlock qui, dans ce renfort, ne traverse pas toute l'épaisseur d'une couche), ce qui signifie que la pénétration du tackifiant à travers l'épaisseur ne pourra pas être maximisée, à moins d'appliquer un très grand volume de tackifiant sur le renfort. Cette dernière idée amène une deuxième solution pour améliorer le préformage. Plutôt que de pulvériser un petit volume d'une solution fortement concentrée en résine de préformage, il pourrait être préférable d'appliquer un grand volume d'une solution faiblement concentrée. Le tackifiant pourrait de plus agir comme un lubrifiant et remplacer l'eau pour favoriser la compaction du renfort au début du préformage, jusqu'à évaporation du solvant à cause de la haute température. Un point de départ consisterait à garder la même résine de préformage et le même rc (1.5 % par exemple), et d'augmenter dr pour obtenir la saturation théorique du renfort compacté à un  $V_f$  de 58 % avec le tackifiant. Cette solution permettrait théoriquement de faciliter la création de liens entre les fibres avec le tackifiant à travers toute l'épaisseur du renfort. Il faut tout de même porter attention au type de diluant utilisé, car saturer un renfort d'acétone pourrait le désensimer, ce qui n'est pas souhaitable. Il se pourrait aussi que la résine de préformage soit filtrée de son diluant par les fibres, ce qui causerait une accumulation dans les torons du dessus, là où est versé le tackifiant. La résine de préformage pourrait aussi s'accumuler sur les couches du dessous si, dans le cas contraire, elle passe au travers du renfort sans adhérer aux fibres.

## 7.1.2 Validation de la stratégie de préformage

La méthode employée dans le Chapitre 5 peut être vue comme un moyen de valider qu'une stratégie de préformage est adaptée à la fabrication avec le procédé IF. Elle pourrait d'ailleurs être réutilisée pour d'autres renforts et stratégies de préformage. Toutefois, cette méthode présente des limitations qu'il faut prendre en compte.

Concernant la partie expérimentale dans la machine d'essai, il faut d'abord noter que les temps de décompaction testés dans cette étude étaient très longs et ne représentaient pas des cas de fabrication réels, car il a été préféré de caractériser complètement ces phénomènes. Dans un cas réel, la décompaction de la préforme pendant le réchauffage du moule peut être évitée en appliquant une pression de compaction sur la préforme. Cette pression devra être retirée juste avant d'injecter la résine pour pouvoir appliquer la pression de vide dans les deux cavités du moule. La décompaction à sec serait donc plus courte en théorie, typiquement de l'ordre de la minute (le temps que la pression de vide soit établie dans le moule) pour la zone du renfort proche du port d'injection. Il faudra ajouter le temps d'injection de la résine pour la zone proche du port d'évent. Le temps d'injection de résine est aussi de l'ordre de la minute. Les temps de décompaction à sec

la pression de vide dans le moule (qui peut être mesuré expérimentalement) et du temps d'injection de résine (peut être simulé numériquement). De plus, le débit d'injection de résine dans cet essai était très bas comparé à ceux utilisés en fabrication et ce pour éviter que l'échantillon ne se soulève pendant l'injection, comme il n'était soumis qu'à la force de mesure de 5N. Il faudrait donc savoir si le comportement en décompaction lubrifié dépend du débit d'injection et ajuster l'essai en conséquence. Il a de plus été décidé de réaliser une imprégnation longitudinale radiale divergente de la préforme (injection par le centre sous l'échantillon) pour s'assurer de son mouillage complet par la résine. Ceci diffère d'une imprégnation typiquement utilisée dans le procédé IF, qui est transverse allant d'un bord du moule à un autre et passant par-dessus le renfort. Si le résultat final est le même (le renfort est saturé de résine), le phénomène transitoire pourrait différer. Dans le même ordre d'idée, Simacek et al. (2016) simulaient récemment la fabrication en C-RTM et, pendant la phase d'injection, prenaient en compte la compaction de la préforme par la résine pressurisée lorsqu'elle l'imprègne à travers l'épaisseur. Le cas de figure avec le procédé IF est exactement le même mais ce phénomène n'a pas été pris en compte. Il pourrait être intéressant d'estimer comment les phénomènes de décompaction de la préforme due à la lubrification et de compaction due à l'imprégnation transverse peuvent se compenser. Il faut aussi noter que les décompactions mesurées en machine d'essai sur un échantillon plan sont susceptibles d'être plus grandes qu'en fabrication réelle. En effet, l'échantillon n'était pas contraint au quatre bords par le moule comme c'est le cas en fabrication. De plus, draper un renfort sur une forme 3D tend à le contraindre, ce qui pourrait participer à limiter sa décompaction. La principale limitation du calcul analytique, au-delà du fait que des hypothèses fortes sont prises pour estimer les perméabilités requises pour le calcul, vient du fait que l'étape d'injection du fluide de compaction n'est pas simulée. C'est en effet une tâche techniquement difficile qui requiert de prendre en compte différents écoulements simultanés, la déformation d'une membrane flexible en plus de devoir actualiser le maillage à chaque pas de calcul. Des travaux ont été réalisés dans ce sens par Touraine (2005) mais n'ont pas été poursuivis. De plus, il a été considéré que le comportement en décompaction et la perméabilité de la préforme étaient invariables à travers son épaisseur. Or, dans le cas simulé, il y avait une forte concentration de tackifiant en surface de la préforme, si bien que cette zone est susceptible d'être moins perméable et de moins décompacter. Le calcul pourrait être modifié en créant une zone avec un comportement en compaction et une perméabilité différente que dans le reste de la préforme.

Tenter de représenter une fabrication réelle par l'expérience en machine d'essai et le calcul analytique apporte donc son lot d'approximations et de questionnements qui font qu'ils ne permettent pas d'être certain que la solution développée fonctionnera en fabrication. Le moyen le plus sûr serait donc de réaliser des fabrications dans un moule instrumenté pour valider le bon fonctionnement d'une stratégie développée avec la méthode précédente et de l'ajuster au besoin.

# 7.1.3 Effet de l'empilement de couches et de la tension d'enroulement sur le préformage (cas du carter)

Lors de cette étude, des caractérisations du préformage dans un cas plan avec un pli de renfort 3D ont été utilisées pour guider le préformage sur le cas du carter à demi-échelle. Or dans ce dernier cas, plusieurs plis de renfort sont enroulés sous tension sur un mandrin cylindrique. Tout d'abord, l'effet de la tension sur le comportement en compaction et au préformage de renforts n'est pas connu et à priori non caractérisé dans la littérature. Il semblerait que la tension peut participer à la compaction du renfort et au maintien de son épaisseur lorsqu'il n'est plus compacté (donc en fabrication). Il serait alors intéressant de pouvoir découpler l'effet de la tension du reste de l'étude réalisée sur le carter en réalisant des essais similaires faits dans les Chapitres 4 et 5. L'étude pourrait se faire avec un niveau de complexité graduel. Tout d'abord, l'impact de la tension simple d'un pli de renfort plan. La composante d'enroulement sur un moule cylindrique pourrait ensuite être ajoutée, car la tension vient théoriquement écraser le renfort sur le moule. Le cas d'enroulement de plusieurs plis sur un moule cylindrique pourrait enfin être réalisé pour ajouter les composantes de glissement entre les couches et de compaction des couches inférieures lors de l'empilement sous tension. Ces différents comportements étant susceptibles d'évoluer avec la température et la lubrification à l'eau, il faudrait aussi ajouter ces paramètres à l'étude. Si la tension participe à la compaction du renfort, il serait par exemple possible de réduire la quantité d'eau nécessaire à l'enroulement. Si la tension participe au préformage, il serait alors possible d'utiliser moins de tackifiant pour retenir la décompaction de la préforme lors de la décompaction. Il faudrait finalement vérifier l'influence de la tension sur le comportement en compaction de la préforme lors de la consolidation du composite, pour s'assurer que les pressions de consolidation prévues permettent de suffisamment pressuriser la résine.

## 7.1.4 Effet du préformage sur la qualité des composites

Comme expliqué dans le Chapitre 1, le préformage à base de tackifiant est susceptible de modifier les propriétés mécaniques du composite mais les tendances ne sont pas claires dans la littérature tant les cas testés sont différents. Il serait donc nécessaire de tester l'influence de la stratégie de préformage développée dans ce travail sur les propriétés mécaniques du composite, en le comparant par exemple à une pièce équivalente (même renfort, résine et  $V_f$ ) fabriquée en RTM. Il serait particulièrement intéressant de caractériser les propriétés interlaminaires d'un empilement de renfort. En effet, il a été montré que le tackifiant était principalement situé en surface des couches de renfort, c'est donc là que les défauts potentiels pourraient arriver. De plus, ces propriétés devraient être testées en fatigue car, dans le cas d'une mauvaise adhésion entre le tackifiant et la matrice, chaque zone de contact entre ces deux composants peut être vu comme favorable à l'initiation et la propagation de fissures. Enfin, comme le carter est principalement conçu pour contenir un arrachage d'une aube de soufflante, les propriétés à l'impact devraient être vérifiées.

S'il s'avère que le préformage affecte négativement les propriétés mécaniques importantes de la pièce finale, différentes avenues seraient à explorer pour réduire cet effet. La première consiste à travailler sur la répartition du tackifiant à travers l'épaisseur d'une couche de renfort (voir les avenues proposées dans la section 7.1.1). Cette solution présente différents avantages, le premier étant de continuer à travailler avec une résine déjà certifiée. Cela permet de plus de diminuer la concentration locale de résine de préformage entre les couches de renfort, ce qui pourrait avantager les propriétés interlaminaires du composite. Enfin, améliorer la répartition à travers l'épaisseur pourrait permettre un meilleur contrôle de la décompaction de la préforme pendant la fabrication, et donc possiblement de réduire la quantité de résine de préformage nécessaire.

Toujours dans l'idée de conserver la résine certifiée comme base du tackifiant utilisé, il serait intéressant de travailler sur la co-polymérisation de la résine de préformage et de la matrice lors de la fabrication. Cette idée, avancée par White et al. (1998), permettrait de favoriser l'adhésion entre ces deux composantes et donc, théoriquement, de moins influencer les propriétés mécaniques du composite. Avec la résine utilisée dans ce projet, le seul moyen est d'arrêter le chauffage de la préforme au bon moment pour contrôler le degré de polymérisation de la préforme en fin de préformage (et donc au début de la fabrication). Il faudrait donc déterminer à partir de quel degré

de polymérisation la résine de préformage est assez résistante pour que les liens entre les fibres retiennent la décompaction de la préforme.

# 7.2 Applications tirant profit de l'effet de la température sur le comportement en compaction des renforts

Il a été montré dans le Chapitre 4 que chauffer le renfort à haute température permet de faciliter sa compaction, c'est à dire que la force requise pour compacter le renfort à une épaisseur (ou un  $V_f$ ) donnée est réduite ou qu'à force de compaction fixée, le renfort est plus compacté. Si au départ la température n'est pas utilisée dans ce but, mais plutôt dans celui de polymériser le tackifiant, sécher la préforme ou tout simplement préchauffer le moule, cet effet peut avantager le préformage ou la fabrication dans plusieurs cas. En effet, diminuer la force requise pour compacter un renfort peut amener à réduire la taille de moules et des systèmes de fermeture, ce qui amène à des gains de temps et d'argent. Cette solution peut aussi être intéressante pour aider à la déformation du renfort lors du drapage dans le moule. En effet, dans différentes situations comme dans le carter, le tissu est saturé d'eau afin d'aider à sa déformation. Il faut toutefois retirer cette eau avant la fabrication en chauffant le renfort et/ou en tirant le vide dans le moule. Ceci peut causer la corrosion des moules métalliques et diminuer leur durée de vie. Il pourrait alors être envisagé de chauffer le renfort, plutôt que de le mouiller, pendant l'enroulement sur le moule. Cette solution permettrait de plus de réduire les temps de fabrication en retirant l'étape de séchage de la préforme. De manière plus générale, il est parfois difficile de draper des renforts sur des surfaces complexes, surtout pour certains types de renfort qui n'ont pas une bonne drapabilité. Il serait alors possible de chauffer le renfort, localement ou globalement, afin de faciliter sa déformation.

# 7.3 Mise en évidence du mouvement de l'ensimage lors de la compaction de renforts à haute température

Le rôle lubrifiant de l'ensimage lors de la compaction à chaud de renforts 3D interlock de carbone a été mis en évidence dans le Chapitre 4 en comparant des résultats de compaction du même renfort ensimé et désensimé. Dans le Chapitre 5, il a été supposé que des liens entre les fibres pouvaient être créés avec l'ensimage lors du préformage. Il faut d'abord rappeler que l'ensimage représente une couche relativement uniforme sur la fibre d'une épaisseur allant de 0.1 µm à 1 µm. Lorsque le renfort est chauffé à haute température, l'ensimage est susceptible de passer d'un état solide à visqueux. Ceci expliquerait qu'il puisse agir comme un lubrifiant aux contacts entre les fibres lors de la compaction à haute température et comme un adhésif une fois la compaction retirée. Il faut quand même noter que, si la pression de compaction est retirée alors que le renfort est encore chaud, la résistance de l'adhésif (i.e. l'ensimage) ne devrait pas être suffisante pour retenir la décompaction du renfort, car il n'est pas revenu à l'état solide. Cela pourrait être le cas si la pression était enlevée après refroidissement.

D'après ces observations et hypothèses, la compaction à chaud d'un renfort est susceptible de modifier la répartition de l'ensimage sur la fibre aux contacts entre les fibres. En effet, la force d'écrasement d'une fibre sur une autre pourrait être telle que l'ensimage visqueux serait déplacé à l'endroit du contact. Cette possibilité a été vérifiée sur un empilement de 12 plis de renfort 2D de carbone (SC622, Sigmatex) compacté à sec sous presse pendant 2h à un  $V_f$  de 62.25 % et à 160 °C. L'épaisseur a été maintenue pendant le refroidissement et l'ensemble a été caractérisé par la suite. Il était d'abord intéressant de constater que l'empilement était rigide à température ambiante et que les plis adhéraient entre eux (ce qui n'était pas le cas avant compaction). Les couches ont ensuite été dissociées manuellement puis leur surface a été observée au MEB. Plus précisément, les zones de croisement entre deux torons perpendiculaires ont été recherchées. Le résultat, montré sur la Figure 7-1, permet de valider l'hypothèse précédente.



Figure 7-1 : Observation au MEB du phénomène de raclage et d'accumulation d'ensimage aux contacts entre deux fibres perpendiculaires avec un grossissement x 1000 (a) et x 20000 (b).

En effet, à faible grossissement (Figure 7-1a), il est possible de détecter des marques sur les fibres qui sont espacées de manière régulière. Ces marques représentent l'emplacement des fibres du toron perpendiculaire (appartenant à la couche du dessus dans ce cas) puisque, en passant d'une fibre à sa voisine, les marques sont parfaitement alignées comme l'indique la ligne en pointillé. Il est possible de comprendre le phénomène de création de ces marques en réalisant des observations à plus fort grossissement (Figure 7-1b). Il semblerait qu'une partie de l'ensimage a été raclé par la fibre perpendiculaire lors de la compaction, créant une accumulation d'ensimage autour de l'endroit où elle s'est arrêtée. Sur la Figure 7-1b, la quantité d'ensimage accumulée peut sembler faible par rapport à la quantité raclée. Il faut toutefois penser que ce phénomène a aussi lieu sur la fibre perpendiculaire et il peut donc y avoir transfert d'ensimage. D'ailleurs, la taille de la zone raclée et de l'accumulation peut varier d'un contact fibre-fibre à un autre, comme indiqué sur la Figure 7-1a. Cette observation a été réalisée avec succès sur l'ensemble des 12 plis, ce qui prouve la répétabilité du phénomène à travers l'épaisseur.

Cette observation permet en premier lieu de justifier physiquement les hypothèses et conclusions énoncées dans les Chapitres 4 et 5. Elle permet de plus d'améliorer la compréhension des phénomènes apparaissant aux contacts des fibres lors de la compaction de tissus à haute température, ce qui a lieu dans bon nombre de fabrications de pièces aéronautiques aujourd'hui. Aucun essai supplémentaire n'a été réalisé afin de caractériser ce phénomène. Il serait toutefois intéressant de caractériser comment il est influencé par différents paramètres comme le matériau de la fibre, le type d'ensimage, le taux de compaction ou la pression de compaction (qui influencent la force d'écrasement d'une fibre sur l'autre) ainsi que la température de compaction. De plus, il serait pertinent de réfléchir à l'impact que peut avoir ce déplacement d'ensimage sur les propriétés mécaniques du composite final. Comme expliqué dans la section 1.6.1, l'ensimage permet d'améliorer l'adhésion entre la fibre et la matrice pour des composites renforcés avec de la fibre de verre, mais pas avec des fibres de carbone. En théorie, la modification locale de la répartition de l'ensimage sur la fibre pourrait donc modifier certaines propriétés mécaniques du composite avec renfort de verre, mais pas de carbone.

## CONCLUSION

Ce projet de recherche était principalement motivé par la fabrication du carter de soufflante de moteur d'avion LEAP avec le procédé d'Injection Flexible (IF). Cette pièce est en effet actuellement fabriquée avec le procédé de moulage par transfert de résine (RTM). Le manufacturier et partenaire industriel de ce projet, Safran, envisage d'autres procédés de fabrication. Des travaux précédents avaient démontré la possibilité de réaliser cette fabrication mais l'étape de préformage, indispensable au bon fonctionnement du procédé, était encore mal comprise. Les travaux présentés dans ce document avaient donc pour but d'améliorer la compréhension des phénomènes qui régissent l'étape de préformage puis de définir une stratégie de préformage pour la fabrication du carter. Pour cela, différentes études ont été réalisées en complexifiant petit à petit les cas traités pour se rapprocher du cas de fabrication réel.

Des travaux préliminaires ont d'abord été réalisés pour préparer le projet. Une première étape a consisté à caractériser les performances du procédé IF en terme de qualité d'imprégnation, d'abord sans préformage et avec des matériaux simples (renfort 2D de verre, résine époxy). Il a été montré que, pour des paramètres de fabrication peu favorables, un défaut est créé dans la pièce sous la forme d'une zone sèche proche du port d'évent. Il a été supposé que, pour contrôler ce défaut, il est nécessaire de limiter la décompaction de la préforme lors de la fabrication. Une étape de préformage a alors été testée dans ce but et a permis, pour des mêmes paramètres de fabrication, d'éliminer la zone sèche. Puisque préformer consiste à insérer des liens mécaniques entre les fibres à l'intérieur du renfort pour contraindre son épaisseur, cette étape est aussi susceptible de modifier le comportement en compaction de la préforme. Or ce comportement influence directement l'étape de consolidation dans le procédé IF, ce qui détermine grandement la qualité de la pièce finale. Une étude a donc été réalisée pour montrer que préformer facilite la compaction du renfort pour des  $V_f$ inférieurs au  $V_f$  de préformage, mais la rend plus difficile pour des valeurs supérieures. Il est donc recommandé de préformer à un  $V_f$  supérieur au  $V_f$  de fabrication afin de maximiser la pression dans la résine lors de l'étape de consolidation. La deuxième étape des travaux préliminaires consistait à sélectionner le tackifiant adapté à la fabrication avec les matériaux utilisés dans la fabrication du carter, car ce cas d'étude sert de référence à ce projet. Étant limités par la certification de cette pièce, seule la matrice du composite certifié était utilisable. Il a donc fallu définir une dilution (diluant et taux de dilution) permettant de pulvériser cette résine à température ambiante avec un pistolet à peinture tout en affectant le moins possible ses propriétés mécaniques. Le tackifiant a été défini, après une étude rhéologique et mécanique, comme étant un mélange de résine et d'acétone à un taux de dilution de 20 PHR. Il a été utilisé pour le reste de l'étude.

L'étape suivante du projet consistait à étudier l'étape de préformage avec les matériaux du carter (résine et renfort 3D interlock de carbone) dans une machine d'essai. Comme le renfort est compacté à pression fixée dans le cas du carter (i.e. avec la membrane pressurisée), une première étude a été réalisée pour caractériser le comportement en compaction en fluage du renfort lors de l'étape de préformage. Ce dernier étant lubrifié à l'eau et chauffé pendant la compaction, il était nécessaire de comprendre comment ces deux paramètres allaient influencer le comportement en compaction du renfort afin de déterminer quelle pression appliquer sur ce dernier pour obtenir le  $V_f$  de préformage voulu. Il a principalement été montré que la lubrification à l'eau et la haute température permettent de faciliter la compaction du renfort, c'est-à-dire de le compacter à plus haut  $V_f$  pour une pression de compaction donnée. De plus, ces deux effets se sont avérés être cumulatifs puisque la compaction est encore facilitée pour un renfort mouillé à haute température. L'effet de la température sur le comportement en compaction représente l'avancée majeure de cette partie du travail, il a donc été caractérisé plus en détail. Il a été montré qu'il vient du fait que l'ensimage qui recouvre les fibres (substance permettant de faciliter leur manipulation et le tissage) passe d'un état solide à température ambiante à liquide à haute température. Il agit donc comme un lubrifiant pour faciliter la compaction. Cette partie de l'étude a fait l'objet d'un article scientifique publié dans le journal « Composites Part A: Applied Science and Manufacturing ».

Une fois l'étape de compaction lors du préformage caractérisée, l'effet des paramètres de préformage sur le comportement de la préforme en fabrication a été étudié. Ce comportement a été caractérisé en reproduisant une fabrication dans une machine d'essai grâce à des plateaux de compaction spécifiques permettant l'injection de résine dans l'échantillon pendant l'essai. Après une étape de compaction à haute température pendant laquelle la résine de préformage polymérisait et le tissu séchait, la pression de compaction était retirée pour mesurer la décompaction à chaud et à sec, simulant ainsi l'étape précédant l'injection de résine. La résine était ensuite injectée dans l'échantillon pour mesurer sa décompaction lubrifiée. Enfin, l'échantillon imbibé de résine était compacté à nouveau à un  $V_f$  de 58 % pour mesurer la force de compaction nécessaire à appliquer sur le renfort pendant l'étape de consolidation. Il a d'abord été montré que le renfort préformé sans tackifiant subissait une trop forte décompaction pour permettre la fabrication. L'effet du taux de résine de préformage, du taux de dilution du tackifiant et de la pression de préformage a ensuite

été caractérisé indépendamment, montrant une réduction des deux décompactions, avec un effet plus important sur celle lubrifiée. Toutefois, une décompaction importante était toujours mesurable, même en maximisant les valeurs des paramètres de préformage sur un même essai. Il a donc été décidé d'estimer l'effet de ces décompactions sur un cas de fabrication typique de ce qui est fait en laboratoire en utilisant un calcul analytique basé sur les résultats de décompaction expérimentaux. Cette étape consistait d'abord à réaliser une simulation de remplissage avec le logiciel PAM-RTM pour estimer la portion de la préforme mouillée par la résine lors de l'étape d'injection. Un code Matlab a ensuite été développé pour calculer la décompaction réelle de la préforme. Il était alors possible de juger si un défaut d'écoulement serait susceptible d'arriver. Cette étude a permis de montrer qu'augmenter le débit d'injection de résine permet de fortement diminuer la décompaction de la préforme (puisque cette dernière dépend du temps). Pour des débits d'injection typiques d'une fabrication de laboratoire, un taux de résine de préformage de 1.5 % de la quantité de résine dans le composite final à un  $V_f$  de 58 %, un taux de dilution de 20 PHR et une pression de préformage de 350 kPa permettrait théoriquement une fabrication sans défaut. Cette partie de l'étude a fait l'objet d'un article scientifique soumis au journal « Composites Part A: Applied Science and Manufacturing ».

La dernière étape de ce projet concernait la définition d'une stratégie de préformage pour la fabrication du carter avec le procédé IF, en se basant sur les résultats obtenus précédemment dans le cas plan. Ce cas d'étude différait du précédent car le renfort du carter est constitué de plusieurs plis enroulés sous tension sur un moule cylindrique, l'influence de l'empilement et de la tension sur le comportement au préformage étaient alors inconnus. L'étude a été réalisée sur une version simplifiée et à demi-échelle de la pièce carter et a permis d'énoncer des recommandations pour la fabrication de la pièce réelle. Il a été conseillé d'utiliser le même tackifiant que précédemment, un taux de résine de préformage de 1,5 %, une pression de préformage comprise entre 210 et 280 kPa, une pulvérisation du tackifiant en continu pendant l'enroulement et après mouillage du renfort à l'eau et une rampe de chauffage la plus rapide possible. Une méthode permettant le maintien de la tension d'enroulement dans la préforme lors de l'assemblage du moule, appelée préformage local, a aussi été développée au cours de ce projet. La plupart des méthodes et recommandations ont été utilisées pour la fabrication de trois pièces réelles avec succès.

Ce projet de doctorat a été multi-disciplinaire, c'est-à-dire que les sujets allaient de la caractérisation des résines, du renfort et du composite jusqu'à la fabrication en passant par l'analyse

numérique. Il a aussi été multi-échelle puisque des analyses microscopiques ont été réalisées, aussi bien que la caractérisation de comportements macroscopiques et à l'échelle de pièces réelles de grande dimension. Les contributions scientifiques de cette recherche concernent principalement l'influence de la température sur le comportement en compaction des renforts 3D interlock de carbone ainsi que l'identification et la caractérisation des phénomènes qui régissent le préformage de ces renforts. Concernant l'aspect technique et industriel, ce travail a permis d'élaborer une stratégie et des méthodes de préformage utilisées pour la fabrication du carter de soufflante du moteur d'avion LEAP. La méthode utilisée pour développer cette stratégie de préformage pourrait être réutilisée pour d'autres matériaux ou d'autres pièces. Il semble toutefois important de compléter l'étude sur deux voies principales. La première concerne l'amélioration de la répartition du tackifiant à travers l'épaisseur afin de mieux contrôler la décompaction des préformage sur les propriétés mécaniques du composite final. Ces deux axes de recherche sont d'ailleurs reliés et pourraient permettre de converger vers une stratégie de préformage plus performante que celle développée dans ce projet.

#### **BIBLIOGRAPHIE**

- Abdellaoui, C. (2008). Étude expérimentale du contrôle en pression et en température de la *fabrication de composites par injection flexible*. (Mémoire de maîtrise, École Polytechnique de Montréal, Montréal, Canada).
- Abrate, S. (2002). Resin flow in fiber preforms. Applied Mechanics Reviews, 55(6), 579.
- Acheson, J. A., Simacek, P., & Advani, S. G. (2004). The implications of fiber compaction and saturation on fully coupled VARTM simulation. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 35(2), 159-169.
- Adanur, S., & Andrew Tam, C. (1997). On-machine interlocking of 3D laminate structures for composites. *Composites Part B: Engineering*, 28(5-6), 497-506.
- Allard, É. (2006). Analyse expérimentale et optimisation d'un procédé d'injection flexible pour la fabrication rapide des composites. (Mémoire de maîtrise, École Polytechnique de Montréal, Montréal, Canada).
- Ansar, M., Xinwei, W., & Chouwei, Z. (2011). Modeling strategies of 3D woven composites: a review. *Composite Structures*, 93(8), 1947-1963.
- Aranda, S., Klunker, F., & Ziegmann, G. (2009). Compaction response of fiber reinforcements depending on processing temperatures. Communication présentée à ICCM 17, Edinburgh, Scotland.
- Aranda, S., Klunker, F., & Ziegmann, G. (2011). Influence of the binding system on the compaction behaviour of NCF carbon fibre reinforcements. Communication présentée à ICCM 18, Jeju, South Korea.
- Ballata, W. O., Walsh, S. M., & Advani, S. G. (1999). Determination of the Transverse Permeability of a Fiber Preform. *Journal of Reinforced Plastics and Composites*, 18(16), 1450-1464.
- Bayldon, J. M., & Daniel, I. M. (2009). Flow modeling of the VARTM process including progressive saturation effects. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 40(8), 1044-1052.

- Bickerton, S., Buntain, M. J., & Somashekar, A. A. (2003). The viscoelastic compression behavior of liquid composite molding preforms. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 34(5), 431-444.
- BMC-Switzerland. Consulté le 28 Avril 2016, tiré de <u>http://www.bmc-switzerland.com/us-</u> en/experience/bmc-tempo/our\_best\_kept\_secret\_the\_impec\_advanced\_rd\_lab/
- Briones, L. R. (2005). Injection flexible dans moule isotherme : conception et analyse d'un nouveau procédé de fabrication de composites. (Mémoire de maîtrise, École Polytechnique de Montréal, Montréal, Canada).
- Brody, J. C., & Gillespie, J. W. (2005). Reactive and non-reactive binders in glass/vinyl ester composites. *Polymer Composites*, 26(3), 377-387.
- Buntain, M. J., & Bickerton, S. (2003). Prediction of tooling forces in liquid composite moulding processes. SAMPE Journal, 39(1), 8-15.
- Cai, Z., & Gutowski, T. (1992). The 3-D Deformation Behavior of a Lubricated Fiber Bundle. Journal of Composite Materials, 26(8), 1207-1237.
- Callus, P. J., Mouritz, A. P., Bannister, M. K., & Leong, K. H. (1999). Tensile properties and failure mechanisms of 3D woven GRP composites. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 30(11), 1277-1287.
- Cantwell, W. K., & Morton, J. (1991). The impact resistance of composite materials—a review. *Composites*, 22(5), 347-362.
- Carnaby, G. A., & Pan, N. (1989). Theory of the compression hysteresis of fibrous assemblies. *Textile Research Journal*, 59(5), 275-284.
- Causse, P. (2011). Développement et analyse du procédé d'injection flexible pour la mise en forme de pièces composites fortement courbées. (Thèse de doctorat, École Polytechnique de Montréal, Montréal, Canada).
- Causse, P., Ruiz, E., & Trochu, F. (2013). Influence of preforming on the quality of curved composite parts manufactured by flexible injection. *International Journal of Material Forming*, 6(3), 341-362.

- Chambers, A., Earl, J., Squires, C., & Suhot, M. (2006). The effect of voids on the flexural fatigue performance of unidirectional carbon fibre composites developed for wind turbine applications. *International Journal of Fatigue*, 28(10), 1389-1398.
- Chen, B., & Chou, T. W. (1999). Compaction of woven-fabric preforms in liquid composite molding processes: single-layer deformation. *Composite Science and Technology*, 59(10), 1519-1526.
- Chen, B., & Chou, T. W. (2000). Compaction of woven-fabric preforms: nesting and multi-layer deformation. *Composite Science and Technology*, *60*(12-13), 2223-2231.
- Chen, J., Backes, D., & Jayaraman, K. (1996). Dynamics of binder displacement in liquid molding. *Polymer Composites*, 17(1), 23-33.
- Chen, Z. R., & Ye, L. (2006). A micromechanical compaction model for woven fabric preforms. Part II: Multilayer. *Composites Science and Technology*, 66(16), 3263-3272.
- Chen, Z. R., Ye, L., & Kruckenberg, T. (2006). A micromechanical compaction model for woven fabric preforms. Part I: Single layer. *Composites Science and Technology*, 66(16), 3254-3262.
- Cornelissen, B., Rietman, B., & Akkerman, R. (2012). Frictional behaviour of high performance fibrous tows: Friction experiments. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 44, 95-104.
- Correia, N. C., Robitaille, F., Long, A. C., Rudd, C. D., Šimáček, P., & Advani, S. G. (2005). Analysis of the vacuum infusion moulding process: I. Analytical formulation. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 36(12), 1645-1656.
- Costa, M. L., De Almeida, S. F., & Rezende, M. C. (2001). The influence of porosity on the interlaminar shear strength of carbon-epoxy and carbon-bismaleimide fabric laminates. *Composites Science and Technology*, 61, 2101-2108.
- Cox, B. N., Dadkhah, M. S., & Morris, W. L. (1996). On the tensile failure of 3D woven composites. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 27(6), 447-458.

- Dai, Z., Shi, F., Zhang, B., Li, M., & Zhang, Z. (2011). Effect of sizing on carbon fiber surface properties and fibers/epoxy interfacial adhesion. *Applied Surface Science*, 257(15), 6980-6985.
- Daqoune, T. (2007). Analyse expérimentale sur des renforts tissés d'un procédé d'injection flexible pour la fabrication rapide des composites. (Mémoire de maîtrise, École Polytechnique de Montréal, Montréal, Canada).
- Debnath, S., & Madhusoothanan, M. (2012). Compression Creep Behaviour of Polyester Needle-Punched Nonwoven Fabrics. *The Journal of The Textile Institute*, *103*(12), 1328-1334.
- Drouin, E., & Hemberger, M. Consulté le 28 Avril 2016, tiré de http://www.cfmaeroengines.com/files/brochures/LEAP-Brochure-2015.pdf
- Drycomposites. Consulté le 28 Avril 2016, tiré de <u>http://www.drycomposites.com/aerospace-</u> looking-to-dry-fiberinfused-composites/
- Endruweit, A., & Long, A. C. (2010). Analysis of compressibility and permeability of selected 3D woven reinforcements. *Journal of Composite Materials*, 44(24), 2833-2862.
- Estrada, G., Vieux-Pernon, C., & Advani, S. G. (2002). Experimental Characterization of the Influence of Tackifier Material on Preform Permeability. *Journal of Composite Materials*, *36*(19), 2297-2310.
- Ferreira Benevides, A. (2011). Fabrication d'une pièce composite axisymétrique 3D à haut taux de fibres et à haute température par le procédé Polyflex. (Mémoire de maîtrise, École Polytechnique de Montréal, Montréal, Canada).
- Gauvin, R., Trochu, F., Lemenn, Y., & Diallo, L. (1996). Permeability Measurement and Flow Simulation Through Fiber Reinforcement. *Polymer Composites*, *17*(1), 34-42.
- Govignon, Q., Bickerton, S., & Kelly, P. A. (2010). Simulation of the reinforcement compaction and resin flow during the complete resin infusion process. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 41(1), 45-57.
- Gu, H., & Zhili, Z. (2002). Tensile behavior of 3D woven composites by using different fabric structures. *Materials & Design*, 23(7), 671-674.

- Guo, Z. S., Liu, L., Zhang, B. M., & Du, S. (2006). Critical Void Content for Thermoset Composite Laminates. *Journal of Composite Materials*, *43*(17), 1775-1790.
- Gutiérrez, J., Ruiz, E., & Trochu, F. (2013). High-frequency vibrations on the compaction of dry fibrous reinforcements. *Advanced Composite Materials*, 22(1), 13-27.
- Gutowski, T., & Cai, Z. (1988). *The Consolidation of Composites*. Communication présentée à Proceedings of Manufacturing International '88 (p. 13-25).
- Gutowski, T. G., Cai, Z., Kingery, J., & Wineman, S. J. (1986). *Resin flow/fiber deformation experiments*. Communication présentée à SAMPE Q., United States.
- Gutowski, T. G., Kingery, J., & Boucher, D. (1986). *Experiments in composites consolidation: fiber deformation*. Communication présentée à ANTEC 86.
- Hamidi, Y. K., Aktas, L., & Altan, M. C. (2005). Effect of packing on void morphology in resin transfer molded E-glass/epoxy composites. *Polymer Composites*, 26(5), 614-627.
- Hayward, J. S., & Harris, B. (1990). The effect of vacuum assistance in resin transfer moulding. *Composites Manufacturing*, 1(3), 161-166.
- Hillermeier, R. W., & Seferis, J. C. (2001). Interlayer toughening of resin transfer molding composites. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 32(5), 721-729.
- Hivet, G., Allaoui, S., Cam, B. T., Ouagne, P., & Soulat, D. (2012). Design and potentiality of an apparatus for measuring yarn/yarn and fabric/fabric friction. *Experimental mechanics*, 52(8), 1123-1136.
- Jansen, R. Consulté le 3 Mai 2016, tiré de <u>http://www.materialstoday.com/composite-</u> applications/features/wind-energy-and-vacuum-infusion/
- Joubaud, L., Achim, V., & Trochu, F. (2005). Numerical simulation of resin infusion and reinforcement consolidation under flexible cover. *Polymer Composites*, 26(4), 417-427.
- Kardos, J. L., Dudukovic, M. P., & Dave, R. (1986). Void growth and resin transport during processing of thermosetting - matrix composite. *Advances in Polymer Science*, 80, 101-123.

- Kaynak, C., Akgul, E., & Isitman, N. A. (2008). Effects of RTM Mold Temperature and Vacuum on the Mechanical Properties of Epoxy/Glass Fiber Composite Plates. *Journal of Composite Materials*, 42(15), 1505-1521.
- Kelly, P. A., Umer, R., & Bickerton, S. (2006). Viscoelastic response of dry and wet fibrous materials during infusion processes. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 37(6), 868-873.
- Knight, J. C., Backes, D., & Jayaraman, K. (1996). Consolidation and relaxation behavior of continuous strand random glass mats with thermoplastic binders. *Polymer Composites*, 17(3), 451-457.
- Komori, T., & Itoh, M. (1991). A New Approach to the Theory of the Compression of Fiber Assemblies. *Textile Research Journal*, *61*(7), 420-428.
- Komori, T., & Makishima, K. (1977). Numbers of Fiber-to-Fiber Contacts in General Fiber Assemblies. *Textile Research Journal*, 47(1), 13-17.
- Kruckenberg, T., Ye, L., & Paton, R. (2008). Static and vibration compaction and microstructure analysis on plain-woven textile fabrics. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 39(3), 488-502.
- Kuentzer, N., Simacek, P., Advani, S. G., & Walsh, S. (2007). Correlation of void distribution to VARTM manufacturing techniques. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 38(3), 802-813.
- Lamborghini. Consulté le 28 Avril 2016, tiré de <u>http://www.lamborghini.com/en/models/aventador-lp-700-4-roadster/innovation-</u> <u>technology/roof/</u>
- LeBel, F., Fanaei, A. E., Ruiz, É., & Trochu, F. (2012). Prediction of optimal flow front velocity to minimize void formation in dual scale fibrous reinforcements. *International Journal of Material Forming*.
- Leclerc, J. S., & Ruiz, E. (2008). Porosity reduction using optimized flow velocity in Resin Transfer Molding. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 39(12), 1859-1868.

- Lee, D. H., & Lee, J. K. (1985). Initial Compressional Behaviour of Fibre Assembly. Kawabata S., Postle R. et Niwa M. (Édit.) Objective measurement: Applications to Product Design and Procees Control. *The Textile Machinery Society of Japan*, 613-622.
- Li, J., Zhang, C., Liang, R., Wang, B., & Walsh, S. (2008). Modeling and analysis of thickness gradient and variations in vacuum-assisted resin transfer molding process. *Polymer Composites*, 29(5), 473-482.
- Liu, L., Zhang, B.-M., Wang, D.-F., & Wu, Z.-J. (2006). Effects of cure cycles on void content and mechanical properties of composite laminates. *Composite Structures*, *73*(3), 303-309.
- Liu, Y., Lv, L., Sun, B., Hu, H., & Gu, B. (2006). Dynamic response of 3D biaxial spacer weftknitted composite under transverse impact. *Journal of Reinforced Plastics and Composites*, 25(15), 1629-1641.
- Lomov, S. V., & Verpoest, I. (2000). Compression of woven reinforcements: a mathematical model. *Journal of Reinforced Plastics and Composites*, 19(16), 1329-1350.
- Lomov, S. V., Verpoest, I., Barburski, M., & Laperre, J. (2003). Carbon composites based on multiaxial multiply stitched preforms. Part 2. KES-F characterisation of the deformability of the preforms at low loads. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 34(4), 359-370.
- Luo, Y., Zhao, Y., Duan, Y., & Du, S. (2011). Surface and wettability property analysis of CCF300 carbon fibers with different sizing or without sizing. *Materials & Design*, *32*(2), 941-946.
- Mahadik, Y., Brown, K. A. R., & Hallett, S. R. (2010). Characterisation of 3D woven composite internal architecture and effect of compaction. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 41(7), 872-880.
- Mahadik, Y., & Hallett, S. R. (2010). Finite element modelling of tow geometry in 3D woven fabrics. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, *41*(9), 1192-1200.
- Mouritz, A. P., Bannister, M. K., Falzon, P. J., & Leong, K. H. (1999). Review of applications for advanced three-dimensional fibre textile composites. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 30(12), 1445-1461.

- Nie, J., Xu, Y., Zhang, L., Yin, X., Cheng, L., & Ma, J. (2008). Effect of stitch spacing on mechanical properties of carbon/silicon carbide composites. *Composites Science and Technology*, 68(12), 2425-2432.
- Olivier, P., Cottu, J. P., & Ferret, B. (1995). Effects of cure cycle pressure and voids on some mechanical properties of carbon-epoxy laminates. *Composites*, 26(7), 509-515.
- Palmese, G. R., Andersen, O. A., & Karbhari, V. M. (1999). Effect of glass fiber sizing on the cure kinetics of vinyl-ester resins. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 30(1), 11-18.
- Pan, N., & Carnaby, G. A. (1989). Theory of the Shear Deformation of Fibrous Assemblies. *Textile Research Journal*, 59(5), 285-292.
- Patel, L., & Lee, L. J. (1995). Effects of fiber mat architecture on void formation and removal in liquid composite molding. *Polymer Composites*, 16(5), 386-399.
- Pillai, K. M. (2004). Modeling the Unsaturated Flow in Liquid Composite Molding Processes: A Review and Some Thoughts. *Journal of Composite Materials*, 38(23), 2097-2118.
- Plonka, R., M\u00e4der, E., Gao, S., Bellmann, C., Dutschk, V., & Zhandarov, S. (2004). Adhesion of epoxy/glass fibre composites influenced by aging effects on sizings. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 35(10), 1207-1216.
- Renaud, J., Causse, P., Ruiz, E., & Trochu, F. (2013). A study of consolidation equilibrium in composites made by flexible injection. Communication présentée à ICCM 19, Montréal, Canada.
- Renaud, J., Ruiz, E., & Laberge Lebel, L. (2016). Preforming of 3D carbon interlock fabrics for the manufacturing of composite parts with the flexible injection process. Communication présentée à SAMPE Long Beach, Long Beach, California.
- Renaud, J., Vernet, N., Ruiz, E., & Laberge Lebel, L. (2016). Creep compaction behavior of 3D carbon interlock fabrics with lubrication and temperature. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 86, 87-96.
- Renaud, J., Vernet, N., Trochu, F., Ruiz, E., & Laberge Lebel, L. (2015). *Study of the creep compaction behavior of a 3D carbon interlock fabric*. Communication présentée à Texcomp-12, Raleigh, North Carolina.
- Rifay, M. (2010). *Fabrication de panneaux auto-raidis par injection flexible*. (Mémoire de maîtrise, École Polytechnique de Montréal, Montréal, Canada).
- Robitaille, F., & Gauvin, R. (1998a). Compaction of Textile Reinforcements for Composites.Manufacturing. I: Review of Experimental Results. *Polymer Composites*, 19(2), 198-216.
- Robitaille, F., & Gauvin, R. (1998b). Compaction of Textile Reinforcements for Composites. Manufacturing. II: Compaction and Relaxation of Dry and H2O Saturated Woven Reinforcements. *Polymer Composites*, 19(5), 543-557.
- Robitaille, F., & Gauvin, R. (1999). Compaction of Textile Reinforcements for Composites.
  Manufacturing. III: Reoganization of the Fiber Network. *Polymer Composites*, 20(1), 48-61.
- Rohatgi, V., & Lee, L. J. (1997). Moldability of Tackified Fiber Preforms in Liquid Composite Molding. *Journal of Composite Materials*, 31(7), 720-744.
- Roselman, I. C., & Tabor, D. (1976). The friction of carbon fibers. *Journal of Physics D: Applied Physics*, 9(17), 2517-2532.
- Rudd, C. D., Long, A. C., McGeehin, P., & Smith, P. (1996). In-Plane Permeability Determination for Simulation of Liquid Composite Molding of Complex Shapes. *Polymer Composites*, 17(1), 52-59.
- Rudov-Clark, S., & Mouritz, A. P. (2008). Tensile fatigue properties of a 3D orthogonal woven composite. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, *39*(6), 1018-1024.
- Rugg, K. L., & Cox, B. N. (2004). Deformation Mechanisms of Dry Textile Preforms under Mixed Compressive and Shear Loading. *Journal of Reinforced Plastics and Composites*, 23(13), 1425-1442.
- Ruiz, E., Achim, V., Soukane, S., Trochu, F., & Breard, J. (2006). Optimization of injection flow rate to minimize micro/macro-voids formation in resin transfer molded composites. *Composites Science and Technology*, 66(3-4), 475-486.

Ruiz, E., & Trochu, F. (2011). Brevet 7,866,969 B2.

- Samadi, R., & Robitaille, F. (2014). Particle-based modeling of the compaction of fiber yarns and woven textiles. *Textile Research Journal*, 84(11), 1159-1173.
- Saunders, R. A., Lekakou, C., & Bader, M. G. (1999). Compression in the processing of polymer composites 1. A mechanical and microstructural study for different glass fabrics and resins. *Composite Science and Technology*, 59(7), 983-993.
- Shebib Loiselle, V. (2013). Fabrication par injection flexible de pièces coniques pour des applications aérospatiales. (Mémoire de maîtrise, École Polytechnique de Montréal, Montréal, Canada).
- Shih, C. H., & Lee, L. J. (2001). Tackification of textile fiber preforms in resin transfer molding. *Journal of Composite Materials*, 35(21), 1954-1981.
- Shih, C. H., Liu, Q., & Lee, L. J. (2001). Vacuum-assisted resin transfer molding using tackified fiber preforms. *Polymer Composites*, 22(6), 721-729.
- Shyr, T. W., & Pan, Y. H. (2003). Impact resistance and damage characteristics of composite laminates. *Composite Structures*, 62(2), 193-203.
- Simacek, P., & Advani, S. G. (2005). Simulating three-dimensional flow in compression resin transfer molding process. *Revue Européenne des Eléments*, *14*(6-7), 777-802.
- Simacek, P., Merotte, J., & Advani, S. G. (2016). Compression Resin Transfer Molding Simulation for Net Shape Manufacturing of Composite Structures for Automotive Applications. *SAMPE JOURNAL*, 52(1), 19-29.
- Sloan, J. Consulté le 28 Avril 2016, tiré de <u>http://www.compositesworld.com/articles/bmw-</u> leipzig-the-epicenter-of-i3-production-
- Somashekar, A., Bickerton, S., & Bhattacharyya, D. (2007). Exploring the non-elastic compression deformation of dry glass fibre reinforcements. *Composites Science and Technology*, 67(2), 183-200.
- Somashekar, A. A., Bickerton, S., & Bhattacharyya, D. (2006). An experimental investigation of non-elastic deformation of fibrous reinforcements in composites manufacturing. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 37(6), 858-867.

- Soutis, C. (2005). Carbon fiber reinforced plastics in aircraft construction. *Materials Science and Engineering: A, 412*(1), 171-176.
- Stig, F., & Hallström, S. (2013). Influence of crimp on 3D-woven fibre reinforced composites. Composite Structures, 95, 114-122.
- Sun, X., & Sun, C. (2004). Mechanical properties of three-dimensional braided composites. Composite Structures, 65(3), 485-492.
- Tang, L. G., & Kardos, J. L. (1997). A review of methods for improving the interfacial adhesion between carbon fiber and polymer matrix. *Polymer Composites*, *18*(1), 100-113.
- Tanoğlu, M., Robert, S., Heider, D., McKnight, S. H., Brachos, V., & Gillepsie, J. W. (2001). Effects of thermoplastic preforming binder on the properties of S2-glass fabric reinforced epoxy composites. *International Journal of Adhesion & Adhesives*, 21(3), 187-195.
- Tanoğlu, M., & Tuğrul Seyhan, A. (2003a). Compressive mechanical behaviour of Eglass/polyester composite laminates tailored with a thermoplastic preforming binder. *Materials Science and Engineering: A, 363*(1), 335-344.
- Tanoğlu, M., & Tuğrul Seyhan, A. (2003b). Investigating the effects of a polyester preforming binder on the mechanical and ballistic performance of E-glass fiber reinforced polyester composites. *International Journal of Adhesion & Adhesives*, 23(1), 1-8.
- Thomas, M. M., Joseph, B., & Kardos, J. L. (1997). Experimental characterization of autoclavecured glass-epoxy composite laminates: Cure cycle effects upon thickness, void content, and related phenomena. *Polymer Composites*, 18(3).
- Thomason, J. L., & Adzima, L. J. (2001). Sizing up the interphase: an insider's guide to the science of sizing. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, *32*(3), 313-321.
- TIME-Sport. Consulté le 28 Avril 2016, tiré de https://<u>www.time-sport.com/technologies/resin-</u> transfer-molding
- Toll, S. (1998). Packing Mechanics of Fiber Reinforcements. *Polymer Engineering & Science*, 38(8), 1337-1350.
- Touraine, B. (2005). *Modélisation d'un procédé d'injection sous paroi flexible*. (Mémoire de maîtrise, École Polytechnique de Montréal, Montréal, Canada).

- Van Wyk, C. M. (1946). Note on the Compressibility of Wool. *Journal of the Textile Institute*, *37*(12), T285-T292.
- Vernet, N., & Trochu, F. (2016). Analysis and modeling of 3D Interlock fabric compaction behavior. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 80, 182-193.
- Weitzenböck, J. R., Shenoi, R. A., & Wilson, P. A. (1998). Measurement of three-dimensional permeability. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 29(1-2), 159-169.
- White, W. D., Barron, J. H., & Gendreau, J. P. (1998). Brevet US 5,766,534.
- Wu, W., Jiang, B., Xie, L., Klunker, F., Aranda, S., & Ziegmann, G. (2013). Effect of Compaction and Preforming Parameters on the Compaction Behavior of Bindered Textile Preforms for Automated Composite Manufacturing. *Applied Composite Materials*, 20(5), 907-926.
- Yang, J., Xiao, J., Zeng, J., Jiang, D., & Peng, C. (2011). Compaction Behavior and Part Thickness Variation in Vacuum Infusion Molding Process. *Applied Composite Materials*, 19(3-4), 443-458.
- Yanjun, C., Guiqiong, J., Bo, W., & Wei, L. (2006). Elastic behavior analysis of 3D angle-interlock woven ceramic composites. 2006, 19(2), 152-159.
- Yenilmez, B., Senan, M., & Murat Sozer, E. (2009). Variation of part thickness and compaction pressure in vacuum infusion process. *Composites Science and Technology*, 69(11-12), 1710-1719.
- Yenilmez, B., & Sozer, E. M. (2009). Compaction of e-glass fabric preforms in the Vacuum Infusion Process, A: Characterization experiments. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 40(4), 499-510.
- Young, W. B. (1995). Compacting pressure and cure cycle for processing of thick composite laminates. *Composite Science and Technology*, *54*(3), 299-306.

#### ANNEXES

# ANNEXE A – CARACTÉRISATION DE L'IMPACT DE LA DILUTION SUR LES PROPRIÉTÉS EN FLEXION À LA RUPTURE DE LA RÉSINE DE PRÉFORMAGE

### 1 Objectifs de l'étude

L'impact de la dilution sur les propriétés mécaniques de la résine polymérisée a été testé avec les trois diluants sélectionnés (Acétone, MEK et Heloxy 61) à différentes concentrations. Il faut tout d'abord s'intéresser aux conditions de cuisson du tackifiant lors d'un préformage afin de pouvoir les reproduire dans ces essais. Lors de cette étape, une pression de vide est appliquée dans la cavité pièce. Un diluant volatile a donc l'occasion de s'évaporer pendant que la résine polymérise. De plus, dans le cas industriel du carter, le temps de chauffe étant très long, il a été supposé qu'un diluant volatile serait complètement évaporé avant la solidification de la résine. Le tackifiant restant dans la préforme est donc seulement constitué de résine. L'étude revient donc à étudier les propriétés mécaniques de la résine après dilution et dégazage sous vide à haute température, une fois la totalité du diluant éliminé de la solution.

#### 2 Essais d'évaporation préliminaires

Des essais ont été réalisés dans une cloche à vide chauffante afin de déterminer le cycle de dégazage requis pour complètement retirer le diluant dans les différents mélanges. Les résultats décrivant la masse du mélange avant et après le cycle d'évaporation, sont montrés dans le Tableau A-1.

	Masse résine (g)	Masse mélange (g)	Masse mélange après dégazage (g)	Masse de diluant résiduelle (g)
Acétone	97.27	121.59	95.23	-2.04
MEK	89.06	111.33	88.82	-0.24
Heloxy 61	101.62	127.03	125.01	23.39

Tableau A-1 : Caractérisation de l'évaporation des diluants lors d'un cycle de dégazage sous vide (mélanges à 25 PHR).

Les diluants réactifs (acétone, MEK) peuvent être totalement retirés du mélange après 30 min à  $T_{amb}$  et 1h à 100 °C (température prise dans le liquide), sous un vide de -95 kPa. Il semblerait même que ce cycle ait enlevé une partie des volatiles présents dans la résine puisque la masse de diluant résiduelle est négative dans les deux cas. Cependant, l'Heloxy 61 étant non volatil dans ces conditions, ce même cycle ne permettait pas de le faire évaporer de manière significative.

### 3 Plan d'expériences

18 échantillons ont été testés mécaniquement pour chacun des mélanges suivants :

- Résine pure.
- Résine + acétone : 15, 20 et 25 PHR.
- Résine + MEK : 15, 20 et 25 PHR.
- Résine + Heloxy 61 : 25, 30 et 35 PHR.

## 4 Procédure expérimentale

Les échantillons ont été testés en flexion 3 points. Habituellement, les échantillons testés sont des pavés. Cependant, la résine devant être polymérisée sous haute pression, la solution la plus simple était de la faire polymériser dans des tuyaux en téflon pressurisés et maintenus droits par un système adapté. Le processus pour fabriquer les échantillons cylindriques est décrit illustré sur la Figure A-1. Les différentes étapes sont décrites comme suit :

1. Le mélange est réalisé dans un bécher, aux proportions désirées.

- Le bécher est ensuite placé dans une cloche à vide chauffante afin de dégazer le mélange à température ambiante pendant 30 min puis à 100 °C durant 1h30. Le mélange est alors pesé pour mesurer l'évaporation du diluant.
- 3. Le mélange est injecté dans 6 tubes en téflon, placés dans un support, à l'aide d'une seringue chauffée à 80 °C. Le bas des tubes est scellé pour éviter toute fuite lors de la mise sous pression. Les tuyaux sont placés dans un four à 180 °C pendant 3h et pressurisés à 6 bar pendant la durée de la polymérisation.
- 4. Les cylindres de résine sont sortis de leur support, démoulés et découpés pour en faire des échantillons de 5 cm de long pour un diamètre de 6,35 mm.



Figure A-1 : Étapes de préparation des échantillons de tackifiant pour les essais mécaniques : mélange (a), dégazage (b), injection (c), découpage des cylindres avec une scie à diamant (d).

Les échantillons de mélange étaient alors testés en flexion 3 points, selon le schéma montré dans la Figure A-2a, dans une machine de traction/compression MTS hydraulique équipée d'une cellule de charge de 50 kN. La procédure d'essai consistait à mettre en contact l'appui supérieur avec l'échantillon en imposant une force d'environ 5N, puis imposer un déplacement à 50 mm/min jusqu'à la rupture. Lors des premiers essais, il a été constaté que l'échantillon glissait sur ses appuis lors de sa sollicitation, ce qui faussait les résultats. Il a alors été décidé de contraindre l'échantillon à ses deux extrémités pour éviter ce glissement en utilisant des appuis encastrés, comme montré sur la Figure A-2b.



Figure A-2 : Schéma (a) et photo (b) du montage de flexion 3 points à appuis encastrés.

Si cette solution a permis de corriger le problème du glissement, elle a aussi apporté certaines difficultés liées au serrage de l'échantillon dans les mors qui n'était pas contrôlé (avec une clé dynamométrique par exemple). L'échantillon pouvait parfois casser au niveau des mors. Les résultats de ces essais n'ont pas été pris en compte dans l'analyse qui suit, ils ont de plus été répétés pour s'assurer d'avoir 8 essais valides par condition. La procédure d'essai suivante permettait d'obtenir le résultat typique (force-déplacement) montré sur la Figure A-3.



Figure A-3 : Courbe force-déplacement typique d'un essai sur un cylindre de tackifiant.

Il est possible d'y voir une zone linéaire jusqu'à un déplacement d'environ 1.5 mm, une zone nonlinéaire et la rupture à environ 4 mm. Une analyse plus détaillée a permis de montrer que la zone linéaire était en réalité non linéaire et ce, à cause de la déformation des appuis encastrés lors des essais. Ces appuis, fabriqués pour ce plan d'expériences, étaient en réalité trop fins et subissaient une déformation en flexion visible à l'œil nu. Cette particularité a été remarquée en fin de plan d'expériences, si bien qu'il était trop tard pour le recommencer. Comme tous les essais ont été réalisés dans les mêmes conditions, il a été décidé de les exploiter tout de même, le but étant de les comparer entre eux. Cependant, aucune conclusion sur l'évolution du module d'élasticité n'a pu être émise. Seule la force de rupture a été exploitée, les résultats de cette force moyennée sur l'ensemble des essais sont montrés sur la Figure A-4.



Figure A-4 : Forces de ruptures obtenues sur les différents mélanges.

Ces résultats ne montrent pas de dégradation claire du comportement mécanique de la résine à cause de la dilution à l'acétone et au MEK. Ce n'est pas le cas pour l'Heloxy 61 dont les échantillons étaient si fragiles qu'ils n'ont pas pu être testés. Le fait qu'il participe à la réaction de polymérisation de la résine et qu'il ait été utilisé à des grandes concentrations peut expliquer ce résultat.

# ANNEXE B – VALIDATION DE LA SOLUTION DE PRÉFORMAGE LOCAL

Deux essais ont été réalisés en laboratoire pour valider cette possibilité. Un renfort 3D interlock de carbone à été utilisé. Il était composé de 4 couches interlock, de torons de 48 000 fibres dans le sens chaîne et trame et d'un ratio chaîne/trame de 47.5/53.5. Ce renfort a été préformé avec le tackifiant habituel (résine + 20 PHR d'acétone) à rc = 1.5 %. Deux carrés de 10 cm x 10 cm ont été préparés puis superposés sur la moitié de leur surface, comme montré sur la Figure A-5. Deux plaques en aluminium d'une épaisseur correspondant à l'épaisseur du renfort à  $V_f = 58$  % ont permis de combler l'espace manquant.



Figure A-5 : Échantillon de validation de la cuisson locale avant préformage (a) et après (b).

L'ensemble a été comprimé sous deux plaques parallèles au même  $V_f$ , chauffé à 180 °C puis maintenu pendant 2h à cette température. La compaction était arrêtée seulement après le refroidissement complet. Deux échantillons seulement ont été fabriqués, le premier en répartissant le tackifiant sur les deux faces de chaque carré, le second en ne le mettant que sur la face supérieure de chacun d'eux. Ces échantillons ont ensuite été testés dans une machine de traction/compression MTS hydraulique équipée d'une cellule de charge de 50 kN. Le but était de mesurer la force d'arrachage et de la comparer à la tension d'enroulement dans le carter. L'échantillon était ainsi sollicité en tension en veillant à ce que l'effort soit appliqué dans le plan du collage. La préforme était alors pincée à ses deux extrémités par des plaques métalliques comprimées par des serres joint, comme montré sur la Figure A-6. À noter que les contraintes d'emploi du temps n'ont pas permis de réaliser de montage d'essai spécifique ni de répéter ces essais.



Figure A-6 : Montage utilisé pour la caractérisation du collage de renfort par préformage.

La procédure d'essai consistait à imposer un déplacement en tension à 1 mm/min jusqu'à la rupture correspondant au décollage des deux carrés préformés. Les résultats d'essais, sous forme de courbes force-déplacement, sont montrés sur la Figure A-7.



Figure A-7 : Résultats d'essais en tension de tissus 3D collés par préformage.

Les renforts pulvérisés d'un seul côté ont cassé pour un faible déplacement à une force d'environ 1700 N alors que ceux pulvérisés des deux côtés ont cassé après une plus grande déformation et à une force d'environ 2740 N. La force de tension dans le cas du carter ½ a ensuite été calculée pour estimer si le collage était suffisant pour retenir cette force en fin d'enroulement. À noter qu'en réalité, seule une partie de cette force contraint le collage puisqu'il existe une friction entre l'avant dernier pli et le dernier. Selon ce calcul, le collage devrait résister à une force de 1320 N pour soutenir la tension d'enroulement, validant donc les deux cas d'essais sur échantillon. Ce calcul théorique a été réalisé alors que la tension connue dans l'échelle 1 qui a été calculé. Pour cela, il a été supposé que seules les fibres dans l'axe d'enroulement étaient sollicitées par la tension d'enroulement. Le maximum atteignable était du même ordre de grandeur que celui obtenu dans le calcul, ce qui confortait la conclusion selon laquelle <u>la cuisson locale était une solution acceptable pour retenir la tension d'enroulement lors des étapes de manutention et d'assemblage du moule.</u>

# ANNEXE C – CALCUL DE L'ERREUR DE MESURE DE L'ÉPAISSEUR DES PRÉFORMES DU CARTER <sup>1</sup>/<sub>2</sub>

Le palpeur utilisé a une résolution de 0,002 mm et une erreur maximale certifiée de plus ou moins deux fois la résolution. Une mesure est donc certifiée à plus ou moins 0,004 mm. D'après la Figure 6-8, le calcul de l'épaisseur de préforme est réalisé comme suit :

$$e_{pref} = h_{moule} - h_{ref,1} + h_{pref} - h_{ref,2}$$
(A.1)

Il est donc possible de calculer la propagation d'erreur :

$$\Delta e_{pref} = \Delta h_{moule} + \Delta h_{ref,1} + \Delta h_{pref} + \Delta h_{ref,2}$$
(A.2)

Or l'amplitude de l'erreur de chaque mesure est la même :

$$\Delta h_{moule} = \Delta h_{ref,1} = \Delta h_{pref} = \Delta h_{ref,2} = 0,008 \ mm \tag{A.3}$$

D'où :

$$\Delta e_{pref} = 0,032 \ mm \tag{A.4}$$

Il faut maintenant calculer la propagation d'erreur sur le calcul du  $V_f$ :

$$V_f = \frac{n * \rho_s}{\rho_v * e}, \, \mathrm{d'où} \, \Delta V_f = \frac{\Delta e}{e} \tag{A.5}$$

À titre d'exemple, il est possible de calculer l'amplitude de l'erreur à  $V_f = 58$  %. Il faut commencer par connaitre l'épaisseur à ce taux de fibres :

$$e = \frac{n * \rho_s}{\rho_v * V_f} = \frac{4 * 4,6724}{1,78 * 0,58} = 18,1031 \, mm \tag{A.6}$$

D'où :

$$\Delta V_f = \frac{0,032}{18,1031} = 0,1025 \% \tag{A.6}$$

D'après ce calcul, le taux de fibres et alors décrit comme suit :  $V_f = 58 \pm 0.05$  %.

# ANNEXE D – CALCUL DE LA QUANTITÉ DE TACKIFIANT DANS LE CARTER <sup>1</sup>/<sub>2</sub>

Calcul de la masse surfacique		
Masse renfort (g)	243,32	
Surface renfort (mm <sup>2</sup> )	46410	
Masse surfacique (g/mm <sup>2</sup> )	0,00524284	

Calcul de la quantité de tackifiant		
Largeur renfort (mm)	200,00	
Diamètre moule (mm)	910,50	
Épaisseur renfort à $V_f$ = 58 % (mm)	5,08	
Longueur renfort (mm)	11696,94	
Volume renfort (mm <sup>3</sup> )	11880114,72	
Volume de résine à $V_f$ = 58 % (mm <sup>3</sup> )	4989648,18	
Masse de renfort (kg)	12,27	
rc (%)	1,50	
Volume de résine de préformage (mm <sup>3</sup> )	74844,72	
Masse de résine de préformage (g)	92,88	
Masse de mélange à 20 PHR d'acétone (g)	111,46	
Masse d'acétone (g)	18,58	

Répartition du tackifiant (pulv. continue)		
Distance entre deux traceurs (mm)	75,00	
Nombre d'intervalles sur la longueur	158,54	
Nombre d'intervalle avant vérification	4,00	
Nombre de vérification	39,64	
Masse de tackifiant par vérification (g)	2,81	

Répartition du tackifiant (pulv. coque)		
Longueur du dernier tour (mm)	2988,05	
Nombre d'intervalles sur la longueur	39,84	
Nombre d'intervalle avant vérification	4,00	
Nombre de vérification	9,96	
Masse de tackifiant par vérification (g)	11,19	

Masse de tackifiant pour la cuisson locale		
Longueur à pulvériser (mm)	70,00	
Masse à pulvériser (g)	0,67	

Longeur renfort =  $\pi \cdot (4 \cdot \phi_{moule} + 16 \cdot e_{renfort}) + \frac{\pi}{8} \cdot (\phi_{moule} + 9 \cdot e_{renfort})$  (A.7)

 $Volume \ résine \ de \ préf. = Volume \ résine \ \cdot \frac{rc}{100}$ (A.8)