POLYPUBLIE
Polytechnique Montréal

POLYTECHNIQUE MONTRÉAL
UNIVERSITÉ D'INGÉNIERIE

Titre: Title:	Évaluation de la dégradation thermique de structures en composites assemblées par rivetage à haute température
Auteur: Author:	Laurent Pouliot Laforte
Date:	2018
Type:	Mémoire ou thèse / Dissertation or Thesis
Référence: Citation:	Pouliot Laforte, L. (2018). Évaluation de la dégradation thermique de structures en composites assemblées par rivetage à haute température [Mémoire de maîtrise, École Polytechnique de Montréal]. PolyPublie. https://publications.polymtl.ca/3071/

Document en libre accès dans PolyPublie
Open Access document in PolyPublie

URL de PolyPublie: PolyPublie URL:	https://publications.polymtl.ca/3071/
Directeurs de recherche: Advisors:	Louis Laberge Lebel
Programme: Program:	Génie mécanique

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

https://publications.polymtl.ca

UNIVERSITÉ DE MONTRÉAL

ÉVALUATION DE LA DÉGRADATION THERMIQUE DE STRUCTURES EN COMPOSITES ASSEMBLÉES PAR RIVETAGE À HAUTE TEMPÉRATURE

LAURENT POULIOT LAFORTE

DÉPARTEMENT DE GÉNIE MÉCANIQUE

ÉCOLE POLYTECHNIQUE DE MONTRÉAL

MÉMOIRE PRÉSENTÉ EN VUE DE L'OBTENTION

DU DIPLÔME DE MAÎTRISE ÈS SCIENCES APPLIQUÉES

(GÉNIE MÉCANIQUE)

JANVIER 2018

© Laurent Pouliot Laforte, 2018.

UNIVERSITÉ DE MONTRÉAL

ÉCOLE POLYTECHNIQUE DE MONTRÉAL

Ce mémoire intitulé :

ÉVALUATION DE LA DÉGRADATION THERMIQUE DE STRUCTURES EN COMPOSITES ASSEMBLÉES PAR RIVETAGE À HAUTE TEMPÉRATURE

présenté par : POULIOT LAFORTE Laurent

en vue de l'obtention du diplôme de : Maîtrise ès sciences appliquées

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

M. LÉVESQUE Martin, Ph. D., président

M. LABERGE LEBEL Louis, Ph. D., membre et directeur de recherche

M. HUBERT Pascal, Ph. D., membre

DÉDICACE

À mes parents, Claude et Christine

REMERCIEMENTS

Je tiens d'abord à remercier mon directeur de recherche Louis Laberge-Lebel. Tout au long du projet, dans les hauts et les bas, il a fait preuve d'un soutien infaillible et il a su se montrer présent, dévoué et conciliant. Les compétences et les connaissances acquises sous sa supervision me permettront d'entamer bien outillé de nouveaux défis.

Merci à toute l'équipe du Laboratoire de Structures de Fibres et Composites Avancés, Vincent Fortier, Félix Lapointe et Mohammad Ghaedsharaf du projet de rivet thermoplastique ainsi qu'à Julien Brazeau-Séguin, Yohan Gendreau, Félix Lessard, Philippe Monot, Nawaf Alsinani et Boris Burgarella. Ils ont contribué à une belle atmosphère de travail en plus de m'aider dans mes travaux.

Je tiens aussi à remercier l'équipe du rivet thermoplastique chez Bombardier Aéronautique, Jean-Evrard Brunel, Mario Simard, Adèle Lyprendi, Hasan Salek et Nicolas Alglave. Leur expérience a été d'une grande aide tout au long du projet.

Finalement, je tiens à remercier ma famille et mes amis. Merci à mes parents Claude Laforte et Christine Pouliot pour leur soutien inconditionnel. Merci à ma sœur Annie Pouliot Laforte et à Olivier Arvisais. Avoir partagé avec moi leurs expériences aux études supérieures m'a aidé à venir à bout de la tâche.

RÉSUMÉ

La nécessité d'alléger les avions de ligne, pour des raisons économiques et environnementales, entraine les concepteurs à utiliser davantage de matériaux composites dans les structures de leurs aéronefs. Cependant, les méthodes d'assemblage usuelles ont de nombreux désavantages lorsqu'appliquées aux structures composites. La corrosion galvanique, le risque d'étincelle, le poids et les coûts élevés sont des inconvénients de l'une ou l'autre des attaches métalliques conventionnelles, soit les rivets en aluminium et les boulons en titane.

Un rivet en composites à matrice thermoplastique moulé in situ à haute température présente une solution innovatrice aux problèmes d'assemblage des structures composites par les méthodes usuelles. La température nécessaire à la mise en forme du rivet dépasse toutefois la température de service des matrices époxy employées dans les structures composites aéronautiques.

Pour étudier le transfert thermique et la dégradation de la matrice époxy lors du rivetage, un modèle d'éléments finis du cycle thermique du rivetage a été mis au point. La conductivité thermique des composites a préalablement été caractérisée avec une méthode inverse développée pour ce projet. Des essais en matage sur des échantillons soumis au cycle thermique du rivetage ont permis d'évaluer les effets de la dégradation thermique de la matrice sur les propriétés mécaniques de la structure composite.

Les résultats indiquent que la dégradation de la matrice est gouvernée par un phénomène de thermolyse se déclenchant seulement à température très élevée. La thermolyse de la matrice entraine une baisse de la résistance en matage de la structure en composite. Si la température du procédé de rivetage reste sous la température de thermolyse, le cycle thermique n'affecterait pas les propriétés en matage de la structure composite.

ABSTRACT

The necessity to make commercial aircrafts lighter, for environmental and economic reasons, pushes designers to use more composite materials in the structures of their aircrafts. However, the usual joining methods have numerous disadvantages when applied to composite structures. Galvanic corrosion, sparking hazard, increased weight and cost are issues associated to either of the conventional joining methods, the aluminum rivet and the titanium bolt.

A thermoplastic matrix composite rivet molded in-situ at high temperature presents an innovative solution to the problems of joining aeronautical composite structures with traditional joining methods. However, the processing temperature required to install the rivet exceeds the maximum service temperature of the epoxy matrix used in aeronautical composite structures.

To study the heat transfer and the thermal degradation of the epoxy matrix during riveting, a finite elements model of the riveting thermal cycle was elaborated. The thermal conductivity of the composite materials was characterized beforehand by an inverse method developed specifically for this project. Pin-loaded tests conducted on composite coupons exposed to the riveting thermal cycle allowed to study the effect of matrix degradation on the bearing properties of the composite structure.

Results indicate that matrix degradation is driven by a thermolysis phenomenon activated only at very high temperatures. The matrix thermolysis results in a decrease of the composite's bearing strength. If the process temperature remains below the thermolysis temperature, the riveting thermal cycle does not seem to affect the bearing properties of the composite structure.

TABLE DES MATIÈRES

DÉDICACE III

REMERCIEMENTS IV

RÉSUMÉ V

ABSTRACT VI

TABLE DES MATIÈRES VII

LISTE DES TABLEAUX XI

LISTE DES FIGURES XII

LISTE DES SIGLES ET ABRÉVIATIONS XIV

CHAPITRE 1 INTRODUCTION 1

1.1 Contexte scientifique et industriel 1

1.2 Procédé de rivetage à haute température pour structures en composites 2

1.3 Définition de la problématique 4

1.4 Organisation du mémoire 5

CHAPITRE 2 REVUE DE LA LITTÉRATURE 7

2.1 Caractérisation des propriétés thermiques des composites à renforts fibreux 7

2.1.1 Propriétés d'intérêts 7

2.1.2 Modèles analytiques et homogénéisation 8

2.1.3 Mesures expérimentales de la conductivité 9

2.1.4 Méthodes inverses 10

2.2 Phénomènes de transfert thermique dans les composites laminés 12

2.2.1 Approches de modélisation des composites laminés 12

2.2.2 Dégradation thermique de la matrice 14

2.3 Évaluation de l'effet de la dégradation thermique sur les propriétés du joint..... 16

2.3.1 Défaillance en matage 16

2.3.2 Effets du vieillissement et des températures élevées sur les propriétés en matage 17

2.4 Sommaire 18

CHAPITRE 3 DÉVELOPPEMENT D'UNE MÉTHODE INVERSE POUR LA CARACTÉRISATION THERMIQUE DES MATÉRIAUX COMPOSITES 20

3.1 Procédure et algorithme 21

3.1.1 Problème direct 22

3.1.2 Algorithme d'optimisation 23

3.1.3 Procédure inverse à expérience double 25

3.2 Études numériques de l'algorithme d'optimisation 27

3.2.1 Résultats des études numériques 29

3.3 Caractérisation d'un échantillon à renforts unidirectionnels..... 33

3.3.1 Paramètres des modèles EF de l'essai 33

3.3.2 Résultats de la caractérisation 35

3.3.3 Obstacles et solution alternative 36

CHAPITRE 4 ARTICLE 1 : THERMAL ANALYSIS AND DEGRADATION OF PROPERTIES IN CARBON FIBER/EPOXY LAMINATE RIVETING AT HIGH TEMPERATURES 38

4.1 Abstract 38

4.2 Keywords 38

4.3 Introduction 38

4.4 Materials and methods 41

4.4.1 Characterization of emissivity 41

4.4.2 Characterization of thermal conductivity 42

4.4.3 Heat treatment and mechanical testing 46

4.4.4 Heat treatment modelling 48

4.5 Results and discussion 48

4.5.1 Emissivity 48

4.5.2 Thermal conductivity and validation 49

4.5.3 Mechanical testing and heat treatment FE model 51

4.6 Conclusions 54

4.7 Acknowledgements 55

CHAPITRE 5 DISCUSSION GÉNÉRALE 56

5.1 Méthode inverse 56

5.2 Résultats des essais mécaniques 58

CHAPITRE 6 CONCLUSION ET RECOMMANDATIONS 60

6.1 Caractérisation des paramètres influençant le transfert thermique 60

6.1.1 Algorithme d'optimisation et mise en service 60

6.1.2 Fonction d'erreur 61

6.1.3 Mesures expérimentales 61

6.2 Étude des phénomènes de transfert de chaleur dans les composites 62

6.3 Évaluation des propriétés du joint en composites 62

6.3.1 Différents paramètres pour les essais en matage 63

6.3.2 Autres essais mécaniques 64

RÉFÉRENCES 66

ANNEXES 74

LISTE DES TABLEAUX

Tableau 3-1 : Conductivités thermiques des constituants. Valeurs tirées de [25] 27

Tableau 3-2 : Valeurs exactes des conductivités pour l'étude numérique. Adapté de [65] 27

Tableau 3-3 : Paramètres étudiés dans les simulations réalisées. Adapté de [65] 28

Tableau 3-4 : Résultats et données d'analyse pour les simulations 1 à 6. Adapté de [65] 30

Table 4-1 : Characterized emissivity of composite laminate at various temperatures 48

Table 4-2 : Characterized thermal conductivity of composite laminate in principal directions 49

Table 4-3 : Time and temperature exposure during heat treatment as calculated by the FE model 54

Tableau 5-1 : Comparaison des ressources informatiques nécessaires à la caractérisation des conductivités 57

Tableau 5-2 : Comparaison des conductivités de composites dans la littérature 58

LISTE DES FIGURES

Figure 1.1 : Schéma de l'installation d'un rivet en composite thermoplastique à haute température. Adapté de [6] 3

Figure 2.1 : Schéma de fonctionnement d'une méthode inverse 10

Figure 2.2 : Microstructure des polymères a) thermoplastique et b) thermodurcissable 14

Figure 3.1 : Directions des conductivités thermiques par rapport aux fibres unidirectionnelles de l'échantillon 20

Figure 3.2 : Géométrie de l'échantillon et des modèles d'EF. Adapté de [65] 22

Figure 3.3 : Étapes de l'algorithme d'optimisation BFGS. Adapté de [65] 24

Figure 3.4 : Stades de la méthode inverse à expérience double. Adapté de [65] 26

Figure 3.5 : Évolution des conductivités et de la fonction d'erreur durant la simulation 1 de la méthode inverse. Adapté de [65] 29

Figure 3.6 : Évolution des conductivité et de la fonction d'erreur durant la méthode inverse et historique du critère d'arrêt, a) et d) Simulation 2, b) et e) Simulation 3, c) et f) Simulation 4. Adapté de [65] 32

Figure 3.7 : Détail de la zone tronquée dans la géométrie du modèle EF dans le plan 34

Figure 3.8 : Évolution des conductivités du composite et de la fonction d'erreur pour la caractérisation d'un échantillon à renforts unidirectionnels 35

Figure 4.1 : Infrared image analysis for emissivity characterization of composite laminate at 75˚C 41

Figure 4.2 : Out-of-plane thermal conductivity characterization 43

Figure 4.3 : In-plane thermal conductivity characterization..... 44

Figure 4.4 : Validation of the thermal conductivity characterization 45

Figure 4.5 : Mesured and applied temperature for the validation experiment..... 46

Figure 4.6 : Heat treatment of composite coupon..... 47

Figure 4.7 : Results of the validation FE model, showing the experimental measurements in full lines and the simulated temperatures in dashed lines..... 50

Figure 4.8 : a) Typical heat treatment temperature measurement and set points and b) typical stress-strain curves of the 4 groups for the pin-loaded test 51

Figure 4.9 : Pin-loaded test results for the 4 groups 52

Figure 4.10 : Typical appearance of coupons before pin-loaded test (first row) and after test (second row). Heat affected zone can be seen slightly on HT350 and is obvious on HT450. Similar failure can be observed in BL, HT250 and HT350. HT450 failure behavior is different and shows large deformation around the hole. 52

Figure 6.1 : Modes de défaillance possibles pour des essais mécanique de matage. Adapté de la norme ASTM D5961-17..... 64

Figure 6.2 : Modes de défaillance acceptés pour des essais mécaniques *open-hole* en tension. Adapté de la norme ASTM D5766-11..... 65

LISTE DES SIGLES ET ABRÉVIATIONS

ACM3	*3rd International Symposium on Automated Composite Manufacturing*
ASTM	*American Society for Testing of Materials*
BFGS	Broyden-Fletcher-Goldfarb-Shanno, une méthode d'optimisation
BL	Groupe contrôle pour essais mécaniques (*Baseline*)
c_p	Chaleur spécifique (J/m^3K)
CRFP	Polymère renforcé de fibres de carbone (*Carbon Fiber Reinforced Polymer*)
$\boldsymbol{d}$	Direction de recherche, un paramètre vectoriel de l'algorithme d'optimisation
E	Tolérance de convergence pour le critère d'arrêt de l'algorithme d'optimisation
EF ou FE	Éléments finis (*Finite Elements*)
f	Fonction d'erreur (K^2)
$\boldsymbol{\nabla f}$	Dérivées de la fonction d'erreur selon les paramètres à optimiser
h	Coefficient de convection (W/m^2K)
$\boldsymbol{H}$	Estimation des secondes dérivées de la fonction d'erreur, ou matrice de Hess
HT250	Groupe d'échantillons traité thermiquement à 250°C
HT350	Groupe d'échantillons traité thermiquement à 350°C
HT450	Groupe d'échantillons traité thermiquement à 450°C
$\boldsymbol{K}$	Tenseur de second ordre des conductivités thermiques (W/mK)
$\boldsymbol{k}$	Vecteur des conductivités thermiques pour calculs d'optimisation (W/mK)
k_{air}	Conductivité thermique de l'air ambiant (W/mK)
k_{eff}	Conductivité thermique effective d'un composite (W/mK)
k_f	Conductivité thermique des fibres (W/mK)
k_m	Conductivité thermique de la matrice (W/mK)
k_x, k_y, k_z	Conductivités thermiques selon les directions x, y et z (W/mK)

LabSFCA	Laboratoire de Structures de Fibres et Composites Avancés
$\boldsymbol{n}$	Vecteur unitaire normal à une surface
N	Nombre de thermocouples
NSERC	Conseil de Recherche National en Sciences Naturelles et Génie (*National Science and Engineering Research Council*)
Nu_L	Nombre de Nusselt (-)
PA	Polyamide
PEEK	Polyether ether ketone
PID	Contrôleur proportionnel-intégral-dérivé
PEI	Polyetherimide
PI	Polyimide
PPS	Polyphenylene Sulfide
Pr	Nombre de Prandtl (-)
PSA	Ruban adhésif autocollant (*Pressure Sensitive Adhesive*)
q	Taux de transfert de chaleur (W/m^2)
Ra_L	Nombre de Rayleigh (-)
T	Température (°C)
∇T	Gradient de température selon les directions x, y et z (°C/m)
$T_{control}$	Consigne de température appliquée lors des expériences (°C)
T_{exp}	Températures mesurées expérimentalement (°C)
T_{INF}	Température ambiante (°C)
T_g	Température de transition vitreuse (°C)
T_s	Température de la surface (°C)
T_{sim}	Températures simulées par les modèles d'éléments finis (°C)

V_f	Taux volumique de fibre (-)
x, y, z	3 principaux axes pour les conductivités et les modèles d'éléments finis
α	Longueur de pas, un paramètre de l'algorithme d'optimisation
$\Gamma_{1\text{-}6}$	Domaines frontière des modèles d'éléments finis
ε	Émissivité (-)
ρ	Masse volumique (kg/m^3)
σ	Constante de Stefan-Boltzmann, 5.67×10^{-8} W/m^2K^{-4}
Ω_s	Domaine du volume géométrique des modèles d'éléments finis

LISTE DES ANNEXES

Annexe A – Code Python……74

CHAPITRE 1 INTRODUCTION

1.1 Contexte scientifique et industriel

Durant les dernières décennies, le contexte environnemental et économique a poussé l'industrie aéronautique vers des conceptions laissant une part de plus en plus grande aux polymères renforcés de fibres de carbone (CFRP). Par exemple, les dernières générations d'aéronefs des principaux manufacturiers, Boeing, Bombardier et Airbus présentent tous une large utilisation de matériaux composites dans leurs structures, respectivement 50%, 46% et 53% [1]–[3]. Les excellentes propriétés spécifiques de ces matériaux en font une alternative intéressante aux matériaux métalliques traditionnellement utilisés dans les structures aéronautiques. Elles permettent de réduire le poids des structures aéronautiques, diminuant ainsi la consommation de carburant des aéronefs et réduisant de ce fait, à la fois l'émission de gaz à effets de serre et les coûts directs de fonctionnement.

Ces propriétés spécifiques élevées sont atteintes grâce à l'ajout de fibres de carbone dans une matrice polymère thermodurcissable pour obtenir un CFRP. Les fibres fournissent la majeure partie des propriétés mécaniques du matériau composite tandis que le rôle de la matrice est de transmettre les efforts entre les fibres et de maintenir la forme de la structure. La combinaison de ces constituants rend ces matériaux anisotropes. Leur comportement est donc plus complexe que celui des matériaux métalliques, qui sont généralement isotropes.

Ces caractéristiques font que les approches traditionnelles de conception, d'assemblage et de réparation des matériaux métalliques ne s'appliquent pas aux CFRP. Dans le cas de l'assemblage, les rivets en aluminium très répandus en aéronautique risquent d'endommager le laminé durant l'installation [4]. Les joints collés sont une autre possibilité pour les structures en composites. Cependant, ils sont difficiles à inspecter et limités à des applications non critiques par la réglementation [5]. L'utilisation de boulons en titane est une autre alternative aux rivets en aluminium. Cependant, leur utilisation requiert des tolérances serrées et des méthodes de perçage avancées pour le trou, ce qui peut engendrer des surcoûts [6].

Les attaches métalliques sont aussi sujettes à la corrosion galvanique lorsque couplées avec les CFRP. C'est un problème particulièrement sérieux pour les rivets en aluminium [7], [8]. Finalement, les attaches métalliques sont de bons conducteurs électriques et représentent un risque

d'étincelle lorsque l'avion est frappé par la foudre [6]. Dans un réservoir de carburant, une telle étincelle serait catastrophique. L'utilisation de scellant sur chaque attache [9] et de maillage conducteur sur la totalité de la structure [10] permettent toutefois de réduire considérablement les risques d'étincelles.

Il existe des méthodes pour remédier à ces problèmes. La fabrication de larges structures par autoclave, par exemple, permet de réduire le nombre d'attaches nécessaire. Il existe toutefois des limites à l'intégration de toutes les pièces en une seule, notamment pour le transport et le désassemblage requis pour l'inspection.

Les attaches en composites sont une alternative aux méthodes d'assemblage traditionnelles qui ont connu des avancements significatifs durant les dernières années [11]. L'utilisation de matériaux similaires dans les attaches et dans la structure élimine les problèmes d'incompatibilités comme la corrosion galvanique, le risque d'étincelle et les problèmes liés aux coefficients d'expansion thermique différents. Plus particulièrement, un rivet en composite à matrice thermoplastique installé à haute température pourrait permettre d'accroitre la part de matériaux composites dans la conception des aéronefs, et ainsi produire des avions encore plus légers et plus propres.

1.2 Procédé de rivetage à haute température pour structures en composites

Le procédé de rivetage auquel se réfère ce mémoire fait actuellement l'objet de plusieurs études au sein de l'équipe du Laboratoire de Structures de Fibres et Composites Avancés (LabSFCA) en partenariat avec Bombardier Aéronautique et Pultrusion Technique. La méthode de fabrication du rivet, la modélisation de sa microstructure et de sa déformation ainsi que le procédé et l'équipement d'installation sont l'objet de différents projets de recherche. Ce procédé fait par ailleurs l'objet de deux brevets [6], [12] déposés par Bombardier Inc.

L'utilisation d'une matrice thermoplastique dans le rivet permet de mettre en forme le rivet à haute température. Au-delà de sa température de fusion, le polymère thermoplastique se liquéfie et peut former la tête cylindrique et la tête chanfreinée du rivet.

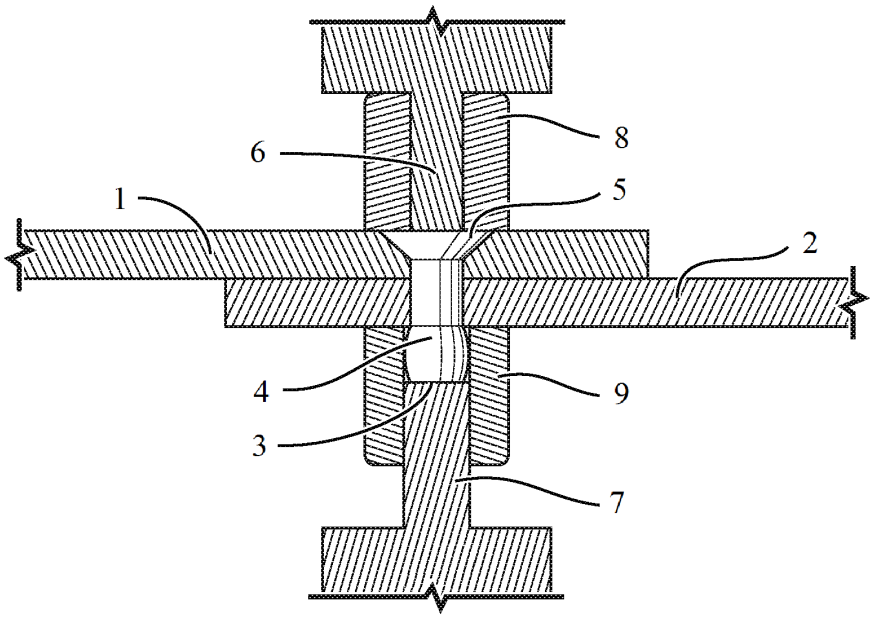

Figure 1.1 : Schéma de l'installation d'un rivet en composite thermoplastique à haute température. Adapté de [6]

Avant son installation, le rivet se présente sous forme d'un court cylindre. Il est inséré dans un trou percé dans les pièces à assembler. Dans un récent développement, le chauffage de la matrice du rivet est effectué *in situ* à l'aide de chauffage résistif [12]. La chaleur est ainsi générée directement dans le rivet ce qui permet de limiter la durée du procédé. La Figure 1.1 montre un schéma de l'équipement requis pour effectuer l'assemblage. On peut y voir les pièces à assembler (1 et 2), le rivet une fois formé (3), dont la tête cylindrique (4) et la tête chanfreinée (5). De part et d'autre du rivet, des douilles (8 et 9) contiennent l'écoulement de la matrice thermoplastique. Les tiges de déformation (6 et 7) appliquent une pression pour déformer et consolider le rivet durant l'installation. Elles servent aussi à transmettre le courant électrique pour le chauffage résistif.

La séquence d'installation est divisée en plusieurs étapes. Une fois le rivet inséré et l'outillage refermé, une puissance électrique constante est appliquée sur le rivet. Les tiges de déformation

appliquent aussi une force sur le rivet durant toute la durée du procédé. Lorsque la matrice atteint sa température de fusion, la tête chanfreinée et le corps du rivet sont mis en forme. À ce moment, la puissance électrique est réduite et la douille du côté de la tête cylindrique se retire pour libérer un espace près du rivet. La force appliquée sur le rivet par les tiges de déformation forme ainsi la seconde tête. Pour finir, la puissance électrique est coupée et le rivet refroidit.

Le cycle thermique du procédé de rivetage consiste donc en une phase de chauffage jusqu'à la température de procédé, suffisante pour liquéfier la matrice thermoplastique, suivie d'une phase de maintien à cette température pour la formation des têtes. Le cycle thermique prend au total environ 40 secondes. Aucun système de refroidissement n'est prévu, la dissipation de chaleur dans l'outillage et les pièces à joindre ainsi que par convection dans l'air ambiant étant privilégiée.

La température du procédé requise pour la mise en forme du rivet dépend de la matrice thermoplastique utilisée. La température doit être suffisamment élevée pour réduire la viscosité de la matrice. Un thermoplastique polyamide (PA) requiert une température de procédé assez basse (autour de 250°C), mais des thermoplastiques à hautes performances comme le polyethylenimine (PEI) et le polyether ether ketone (PEEK) requièrent des températures de procédé bien plus élevées (près de 350°C et 380°C respectivement). La température du procédé est donc au-delà de la température de transition vitreuse (T_g) de la matrice thermodurcissable (environ 180°C pour un époxy de grade aérospatial) de la structure assemblée.

1.3 Définition de la problématique

À la lumière des faits énoncés plus haut, le procédé de rivetage à haute température représente une solution intéressante aux problématiques liées à l'assemblage des structures aéronautiques en matériaux composites. Toutefois, le procédé de rivetage présente aussi un risque pour la matrice thermodurcissable des structures en composites assemblées. Au-delà de la T_g d'un polymère, il peut y avoir des phénomènes de vieillissement qui influencent les propriétés mécaniques [13].

Une vérification des effets du cycle thermique du procédé de rivetage sur l'intégrité de la structure assemblée est donc de mise. Dans le cadre du projet, trois objectifs sont fixés pour mener à bien l'analyse thermique du procédé de rivetage.

1. Caractériser les paramètres influençant les transferts thermiques dans des matériaux composites à renfort fibreux;

2. Étudier les phénomènes de transfert thermique durant le rivetage à haute température;
3. Évaluer les effets de l'exposition à de hautes températures sur les structures composites assemblées par le procédé de rivetage.

Pour remplir ces objectifs, une méthode inverse de caractérisation des propriétés thermiques a été développée et étudiée. Le cycle thermique du procédé de rivetage a été modélisé par la méthode des éléments finis (EF). Finalement, des essais mécaniques ont été conduits sur des échantillons en matériaux composites soumis au cycle thermique du procédé de rivetage.

1.4 Organisation du mémoire

Le présent mémoire est constitué de 6 différents chapitres organisés comme suit :

- Chapitre 2 : revue de la littérature portant sur les sujets importants pour le développement méthodologique et la compréhension des travaux présentés. Les différentes méthodes de caractérisation des propriétés thermiques des composites, les phénomènes de dégradation et de vieillissement des polymères à haute température et l'évaluation des propriétés de joints en composites y sont abordés.
- Chapitre 3 : présentation du développement de la procédure de caractérisation de la conductivité thermique des matériaux étudiés. Ce chapitre détaille les études numériques réalisées sur l'algorithme d'optimisation Broyden-Fletcher-Goldfarb-Shanno (BFGS) et prend pour exemple explicatif la caractérisation d'un échantillon en composite.
- Chapitre 4 : article scientifique soumis au journal *Composite Part B : Engineering* le 9 novembre 2017 se concentrant sur l'analyse thermique du procédé de rivetage. Il présente la caractérisation et validation des propriétés thermiques d'un échantillon de CFRP, la modélisation du cycle thermique et les résultats d'essais mécaniques en matage. L'article a été rédigé en grande majorité par l'étudiant Laurent Pouliot Laforte. Les expériences qui y sont décrites ont été élaborées et réalisées par l'étudiant sous la supervision du professeur Louis Laberge-Lebel. Celui-ci a aussi été impliqué dans la rédaction et la révision de l'article.
- Chapitre 5 : discussion générale sur les apports, limites, et perspectives des travaux réalisés. Une critique sur le développement de la méthode inverse et sur les résultats du chapitre 4 sera incluse.

- Chapitre 6 : les conclusions du projet et des recommandations relatives à la poursuite des travaux présentés pour chaque objectif spécifique du projet.

CHAPITRE 2 REVUE DE LA LITTÉRATURE

Ce chapitre présente une revue de la littérature pour mieux comprendre et justifier les choix méthodologiques qui ont été faits pour répondre aux objectifs spécifiques de ce projet.

La notation des variables mathématiques dans ce mémoire est la suivante : les scalaires sont dénotés par des lettres italiques majuscules ou minuscules, par exemple k_x ou E; les vecteurs sont dénotés par des lettres italiques minuscules en gras, par exemple $\boldsymbol{q}$; les matrices sont dénotées par des lettres italiques majuscules en gras, par exemple $\boldsymbol{H_0}$. De plus, il faut noter que l'opérateur ∇ assemble en un vecteur les dérivées d'une variable, par exemple $\nabla \boldsymbol{T}$.

2.1 Caractérisation des propriétés thermiques des composites à renforts fibreux

2.1.1 Propriétés d'intérêts

Les phénomènes de conduction de chaleur peuvent être décrits par deux lois [14], [15]. La première décrit le transfert thermique non stationnaire de façon générale. La seconde, appelée loi de Fourier, est une version simplifiée et décrit le transfert de chaleur en régime stationnaire. Les deux lois sont explicitées dans les équations :

$$\rho c_p \frac{dT}{dt} = \boldsymbol{\nabla} \cdot (\boldsymbol{K} \cdot \boldsymbol{\nabla} T), \tag{2.1}$$

$$\boldsymbol{q} = -\boldsymbol{K} \cdot \boldsymbol{\nabla} T, \tag{2.2}$$

dans lesquelles ρ représente la masse volumique, c_p la chaleur spécifique, et $\boldsymbol{K}$ la conductivité thermique. Pour prendre en compte les pertes de chaleur par convection et radiation, deux équations supplémentaires peuvent exprimer le taux de transfert de chaleur :

$$q = h(T_s - T_{INF}), \tag{2.3}$$

$$q = \varepsilon\sigma(T_s^4 - T_{INF}^4), \tag{2.4}$$

dans lesquelles h est le coefficient de convection, ε est l'émissivité et σ est la constante de Stefan-Boltzmann. Les températures de la surface et de l'environnement sont représentées par T_s et T_{INF} respectivement.

L'émissivité est mesurable à l'aide d'un réflectomètre et dépend du fini de surface, de la direction et de la longueur d'onde émise [16]. Madding [17] a cependant utilisé une caméra thermique pour caractériser celle d'un autre matériau à l'aide d'un matériau de référence, un ruban adhésif autocollant 3M Scotch Super 88, dont l'émissivité est connue. Sa technique a permis de déterminer l'émissivité avec 5.3% d'erreur, limité par l'erreur sur l'émissivité du matériau de référence. Il rapporte qu'une émissivité plus élevée et qu'une différence de température plus élevée par rapport à la température ambiante contribuent à réduire l'erreur de mesure.

Dans le cas des matériaux composites à renforts fibreux, la masse volumique et la chaleur spécifique dépendent principalement du taux volumique de fibres que l'on retrouve dans le matériau. Le degré de polymérisation et le taux de porosité sont parmi d'autres facteurs qui influencent ces propriétés. Celles-ci sont assez faciles à évaluer à l'aide de modèles analytiques, par exemple la loi des mélanges. La conductivité thermique est en revanche plus difficile à mesurer.

En effet, cette dernière dépend non seulement des propriétés des constituants et du taux volumique de fibres, mais aussi de leurs formes et orientations. De plus, les fibres présentent un comportement anisotrope et leurs conductivités thermiques varient beaucoup selon le précurseur utilisé dans leur élaboration. Les propriétés thermiques transverses des fibres ne sont que très rarement incluses dans leurs spécifications. Par ailleurs, à des taux volumiques de fibres élevés, de la percolation peut se produire. Dans le cas de transferts thermiques, les fibres rapprochées, beaucoup plus conductrices que la matrice, forment des ponts thermiques, augmentant la conductivité du laminé.

2.1.2 Modèles analytiques et homogénéisation

Il existe plusieurs approches pour caractériser les propriétés thermiques d'un matériau orthotrope. Les modèles analytiques utilisent les propriétés des constituants pour estimer les propriétés effectives d'un matériau. Les modèles les plus courants sont présentés dans les travaux de Pietrak et al. [18]. Parmi les modèles présentés, la loi des mélanges mentionnée plus haut calcule une conductivité effective pour le composite avec le rapport volumique des constituants :

$$k_{eff1} = V_f * k_{f1} + \left(1 - V_f\right) * k_m, \tag{2.5}$$

où V_f est le taux volumique de fibres et k_{f1} et k_m sont les conductivités parallèles des fibres et de la matrice respectivement. Les modèles de Maxwell et de Rayleigh tiennent compte non seulement du rapport volumique des constituants, mais aussi de la forme des renforts, sphérique ou

cylindrique. Le modèle de Rayleigh pour la conductivité effective transverse d'un composite à renforts cylindriques est défini comme suit :

$$k_{eff2}/k_m = 1 + \frac{2*V_f}{c_1 - V_f + c_2*(0.30584*V_f^4 + 0.013363*V_f^8 + \cdots)}, \quad 2.6$$

$$\text{où } c_1 = \frac{k_{f2}+k_m}{k_{f2}-k_m} \text{ et } c_2 = \frac{k_{f2}-k_m}{k_{f2}+k_m}.$$

L'indice 2 représente la direction transverse des fibres pour la conductivité effective du composite k_{eff} et la conductivité des fibres k_f. Hasselman et Johnson [19] ont développé un modèle incluant une résistance thermique à l'interface fibre/matrice. Ils considèrent des fibres cylindriques disposées uniformément dans la matrice pour le calcul de la conductivité thermique transverse.

L'homogénéisation permet aussi d'estimer les propriétés effectives du composite à partir des propriétés individuelles des constituants, mais nécessite une étude plus approfondie de forme et disposition des renforts dans la matrice. Il existe des approches analytiques pour l'homogénéisation comme les travaux de Han et Cosner [20] et des adaptations du modèle de Mori-Tanaka par Stransky et al. [21]. Le modèle de Mori-Tanaka, habituellement utilisé pour les propriétés mécaniques effectives en tenant compte du rapport de forme des renforts, a été adapté au calcul de la conductivité thermique. L'approche par EF a aussi été explorée dans les travaux de Rocha [22] et Ozdemir et al. [23].

Toutes ces approches analytiques et d'homogénéisation ont cependant des limitations. Comme mentionné plus haut, il est souvent difficile d'avoir les propriétés thermiques transverses des fibres et une mesure de la résistance à l'interface fibre/matrice. De plus, comme rapportée par Mirmira et al. [24], la reproduction de résultats expérimentaux à l'aide de modèles analytiques reste encore, à ce jour, un problème ouvert.

2.1.3 Mesures expérimentales de la conductivité

La caractérisation de la conductivité thermique des matériaux composite peut être réalisée expérimentalement. Cependant, ceci nécessite l'application précise d'un flux de chaleur prédéfini et un contrôle précis des pertes de chaleur. Mirmira et al. [24] ont étudié la conductivité d'une variété de combinaison fibre/matrice à différentes températures. Peu de dépendance à la température a été rapportée pour des températures modérées. Villière et al. [25] ainsi que Bever et

al. [26] ont établi des procédures expérimentales pour caractériser la conductivité des composites. Toutefois, elles requièrent l'utilisation d'équipement spécialisé et couteux. Leurs travaux incluent l'utilisation d'une enceinte faite sur mesure à la conductivité connue et d'une source de chaleur électrique. Des mesures de température et un bain de glace sont également nécessaires.

2.1.4 Méthodes inverses

Afin de résoudre les difficultés mises en avant par les deux précédentes sections, il est possible d'utiliser des méthodes dites inverses. Ces méthodes font appel à la comparaison entre des mesures partielles, et une modélisation du problème, appelée problème direct, pour obtenir la caractérisation complète des propriétés voulues. Le principe des méthodes inverses s'apparente à un problème d'optimisation, comme montré sur la Figure 2.1.

Les méthodes inverses font appel à un processus itératif afin de converger vers la solution. Un jeu de paramètre est tout d'abord supposé, permettant ainsi d'effectuer un premier calcul, et de le comparer avec les mesures expérimentales. Un nouveau jeu de valeurs est ensuite défini à l'aide de la comparaison entre modèle et mesures itérant de cette façon jusqu'à convergence entre mesures et modèle.

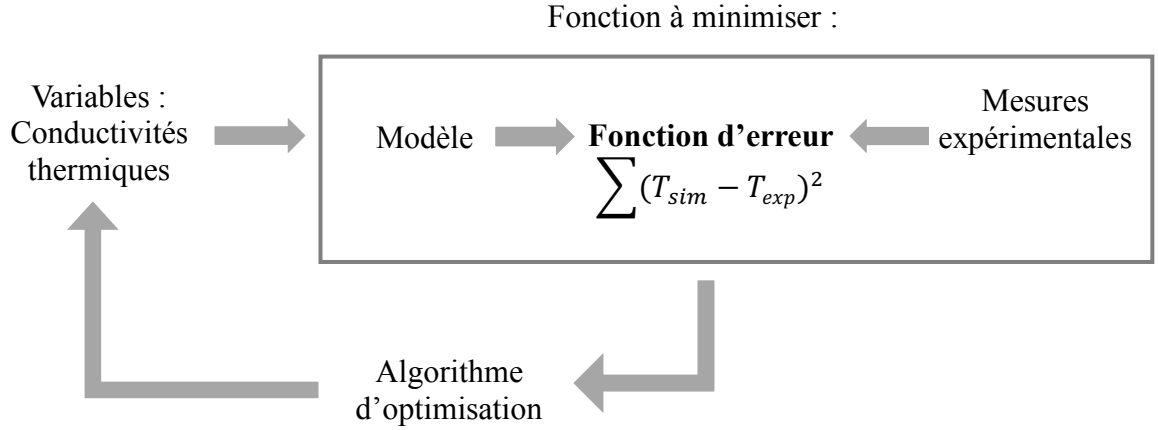

Figure 2.1 : Schéma de fonctionnement d'une méthode inverse

Les méthodes inverses ont été appliquées à la caractérisation des propriétés thermiques dans de nombreuses études. De nombreux travaux présentent des méthodes inverses pour la caractérisation de solides homogènes avec des approches variées. Huang et Yan [27] ont mis au point une méthode inverse pour déterminer simultanément la chaleur spécifique et la conductivité thermique selon la

température à partir de mesure de thermocouples. Ils ont combiné une approche analytique sur un transfert de chaleur unidirectionnel et la méthode du gradient conjugué pour déterminer leurs paramètres. Telejko et Malinowski [28] ont utilisé la méthode des EF et la méthode BFGS pour déterminer la conductivité thermique de métaux à partir de mesures de thermocouples dans un transfert de chaleur unidirectionnel. Garcia et al. [29] ont comparé trois algorithmes d'optimisation dans une méthode inverse utilisant l'imagerie infrarouge et une approche analytique. Ils ont trouvé que l'algorithme d'optimisation en spirale, l'algorithme de recherche de vortex et la méthode d'attraction pondérée convenaient tous à la résolution du problème d'optimisation.

Pour les matériaux composites, des méthodes inverses ont été utilisées pour étudier l'effet de l'ajout de graphite dans des matériaux à changement de phase [30], [31]. Différentes approches pour le problème direct ont été employées: solution analytique [32], méthode des volumes finis [33], méthode des différences finies [34], méthodes des EF [35], [36], autant en régime permanent qu'en régime transitoire. Différents algorithmes d'optimisation ont aussi été utilisés : la méthode de Newton [35], la méthode de Levenberg-Marquardt [36], la régression de Gauss [33] et la méthode BFGS [34]. Un trait commun à la plupart de ces travaux [28], [32], [34]–[36] est l'utilisation d'une fonction d'erreur semblable :

$$f = \sum (T_{sim} - T_{exp})^2, \tag{2.7}$$

où l'approche des moindres carrés est appliquée aux mesures T_{exp} et aux températures extraites du problème direct T_{sim}. Les erreurs de mesure expérimentale sont incluses dans T_{exp} et viennent brouiller légèrement le minimum de la fonction d'erreur f.

Il existe d'autres méthodes d'optimisation qui ont été employées avec succès pour l'identification de propriétés de matériaux [37], [38]. Les algorithmes d'optimisation sans gradient sont une approche intéressante pour ce type de problème. Ce type d'algorithme fonctionne particulièrement bien pour une fonction peu connue, longue à évaluer, non lisse ou bien discontinue. Cependant, leur convergence est plus lente que les méthodes basées sur les gradients et les algorithmes sont limités par le nombre de variables à optimiser [39].

Les algorithmes d'optimisation sans gradient ne requièrent pas le calcul des dérivées de la fonction à optimiser. En effet, ces algorithmes vont plutôt assumer une bonne corrélation avec une fonction quadratique sur un court intervalle (méthode *trust region*) ou utiliser un ensemble de points pour définir un plan et sa direction générale de descente (méthode du simplex) [39].

Auger et al. ont comparé les performances de différents algorithmes dans l'optimisation de deux fonctions typiques, soit une fonction ellipsoïde et la fonction de Rosenbrock. Ils ont observé le temps de calcul nécessaire selon le conditionnement du problème. L'algorithme BFGS et la méthode *trust region* ont démontrés des performances similaires dans les deux cas. Leurs performances excédaient celles d'algorithmes génétiques dans la majorité des cas étudiés.

2.2 Phénomènes de transfert thermique dans les composites laminés

2.2.1 Approches de modélisation des composites laminés

La modélisation d'un procédé comme le rivetage à haute température d'une structure en composites est une opération complexe et nécessite une approche adéquate. Advani et Sozer détaillent dans leur livre *Process Modeling in Composites Manufacturing* [40], une approche générale pour la modélisation des procédés de fabrication propres aux composites. La première étape consiste à identifier les phénomènes de transfert entrant en jeu dans le procédé de fabrication, par exemple le transfert de masse ou de chaleur. Par la suite, les propriétés influençant les phénomènes de transfert peuvent être déterminées, ainsi que les facteurs qui affectent ces propriétés. Pour finir, les relations appropriées, en tenant compte du type de fibre et de matrice, sont identifiées.

Dans le cas présent, le transfert de chaleur et la relation associée ont déjà été identifiés comme le phénomène d'intérêt. Les propriétés influençant ce phénomène de transfert et les facteurs qui affectent ces propriétés ont aussi été discutés dans les sections précédentes.

Le modèle unidimensionnel de Bai et al. [41] illustre bien cette approche pour la modélisation de procédé thermique pour les matériaux composites. Pour déterminer la réponse thermique dans le temps et l'espace de composites à renfort fibreux, Bai et al. ont identifié des propriétés impliquées dans le transfert thermique, soit la conductivité et la chaleur spécifique. De plus, les facteurs influençant ces propriétés, comme le degré de décomposition, le transfert de masse suite à la dégradation de la matrice et la température, ont été considérés dans l'évaluation des propriétés.

Les travaux de Grove [42] sont un autre exemple de l'approche pour la modélisation de procédés thermiques pour les matériaux composites. Il a mis au point un modèle d'EF pour analyser le placement automatique de fibres par ruban chauffé au laser pour un composite de fibre de

carbone/PEEK. Non seulement les propriétés thermiques, mais aussi les propriétés optiques ont été évaluées pour le modèle, ces dernières jouant un rôle important dans le chauffage par laser.

Afin de modéliser les phénomènes de transfert thermique dans les matériaux composites, la méthode des EF fournit le plus de versatilité. Elle permet de prédire la distribution spatiale et temporelle de la température dans la totalité de corps de géométrie complexe, ce qui devient rapidement une tâche ardue avec une approche analytique. De plus, elle permet de modéliser le contact entre différentes pièces et les pertes de chaleur par radiation et convection. Finalement, l'accessibilité de la méthode des EF en fait l'option la plus intéressante.

Les matériaux composites laminés sont habituellement représentés par des éléments de type coque grâce à la théorie des laminés [13]. Les travaux de Yingjun et al. [43] sur l'analyse structurelle d'un réservoir sous pression fabriqué en composites sont un exemple de cette approche de modélisation. Cependant, les éléments de type coque n'incluent pas les contraintes interlaminaires et certains effets hors plan. Ceci représente une hypothèse trop forte dans le cas des analyses thermiques puisque la distribution de température et le transfert thermique à travers l'épaisseur sont aussi importants.

Dans le cadre d'analyses structurelles à plus petite échelle où les effets hors plan sont importants, les composites laminés peuvent être représentés par des éléments solides. Chaque pli est alors modélisé comme un solide anisotrope, comme c'est le cas dans les travaux de Phadnis et al. [44] sur le perçage de CFRP. Les effets hors plan étaient importants dans leur étude pour prédire la délamination du stratifié.

L'approche par EF est aussi celle généralement employée pour réaliser des modélisations thermiques de matériaux composites laminés. Par exemple, Santiuste et al. [45] ont élaboré un modèle d'EF thermomécanique de l'usinage des matériaux composites. En plus de l'analyse des contraintes, le modèle prend en compte les effets thermiques présents durant l'usinage. Leur modèle représente le composite laminé comme un empilement de solide orthotrope 3D.

L'analyse thermique par EF des matériaux composites doit tenir compte des transferts thermiques à travers l'épaisseur. Les hypothèses habituelles des analyses structurelles à grande échelle ne le permettent pas. Toutefois, une représentation pli par pli du stratifié permet de tenir compte d'un large éventail de phénomènes thermiques.

2.2.2 Dégradation thermique de la matrice

Dans les matériaux composites stratifiés, la matrice est le plus souvent un matériau polymère thermoplastique ou thermodurcissable. Dans le cas des structures d'aéronefs, l'époxy, un polymère thermodurcissable, est la matrice la plus répandue.

Au niveau microstructurel, les polymères présentent de longues chaines appelées macromolécules, tel qu'illustré dans la Figure 2.2 a). Les thermodurcissables ont, en plus des longues chaines polymériques, des liens entre les chaines qui forment un réseau 3D. Ce réseau 3D est illustré à la Figure 2.2 b). Il procure aux polymères thermodurcissables de bonnes propriétés mécaniques en limitant le mouvement des chaines polymériques. Toutefois, les liens entre les chaines empêchent la fusion de ce type de polymère à haute température, contrairement aux polymères thermoplastiques. À température suffisamment élevée, tous les polymères, à l'état liquide ou solide, sont sujets à une forte dégradation [13].

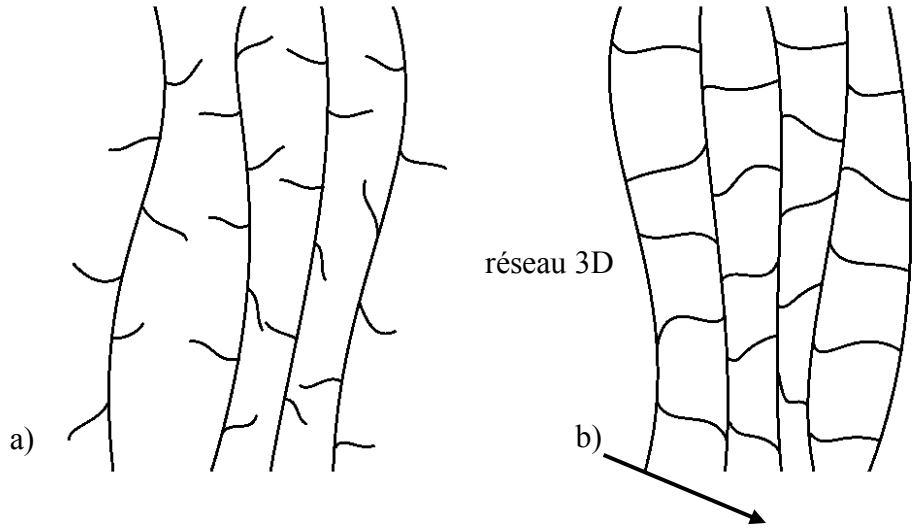

Figure 2.2 : Microstructure des polymères a) thermoplastique et b) thermodurcissable

À haute température, plusieurs mécanismes de dégradation entrent en jeu [46], [47]. L'oxydation est l'un de ces mécanismes. Il se produit continuellement en présence d'oxygène, mais est fortement accéléré à température élevée. Les atomes d'oxygène réagissent avec la chaine macromoléculaire et dénaturent ainsi le polymère en remplaçant d'autres atomes dans la

macromolécule. Ce phénomène est habituellement plus lent que d'autres mécanismes de dégradation et accompagné d'un rétrécissement du polymère. L'agitation moléculaire due à la température peut aussi être responsable de la rupture de chaines macromoléculaires, dégradant ainsi le polymère. Ce phénomène est appelé thermolyse. Selon la structure des chaines macromoléculaires et du réseau 3D, la dégradation peut se produire par scission au bout des chaines polymériques, par scission aléatoire aux liens faibles ou encore par retrait des groupes latéraux (majoritairement des groupes méthyle et hydroxyde) de la chaine polymérique. Dans le cas de l'époxy, la scission aléatoire aux liens faibles est le mécanisme de dégradation dominant [46].

Plusieurs études ont été menées pour approfondir les connaissances sur la dégradation thermique des polymères. McManus [48] et Anderson [49] ont élaboré des modèles de dégradation qui permettent d'estimer les changements sur la T_g et les propriétés mécaniques de CFRP et d'époxy pur en plus de caractériser le rétrécissement de la matrice suite à la dégradation. Chatterjee [50] a investigué les effets de la dégradation thermique sur plusieurs polymères thermodurcissables, dont l'époxy. Il rapporte une influence de la dégradation sur la T_g ainsi que sur les propriétés mécaniques et diélectriques des polymères. Il a aussi observé une baisse importante de la masse de l'époxy, lorsqu'exposé à des températures aux environs de 400°C. Zhang et al. [51] ont étudié le vieillissement accéléré de matériaux composites de type fibres de carbone/époxy exposés à des températures allant jusqu'à 180°C. Les microscopies et spectrométries réalisées ont permis d'observer une baisse des propriétés mécaniques en compression, une délamination à l'interface fibre/matrice due au vieillissement et une oxydation limitée à la couche superficielle du composite. Finalement, des composites fibres de verre/époxy ont été étudiés par Flore et al. [52]. Leurs travaux font un rapprochement entre le changement de T_g, la perte de masse et les propriétés mécaniques résiduelles.

De plus, tous ces travaux rapportent que l'oxydation se produit à plus basse température et sur un temps plus long que la thermolyse.

D'autres études se sont concentrées sur les changements microstructuraux survenant lors de la dégradation de la matrice. Gonzalez et al. [53] ont observé des fissures dans la matrice attribuables à la différence de coefficient d'expansion thermique entre les fibres et la matrice. Ils rapportent que l'oxydation superficielle a un impact important sur les propriétés en fatigue des composites. Serror et al. [54] ont quant à eux investigué les effets de la dégradation thermique sur une barre en

composite pultrudée. Ils rapportent que la thermolyse entraine la formation de longs canaux dans la barre. Leur augmentation en nombre faisant baisser progressivement la rigidité de la barre pultrudée. Lorsque les canaux sont assez nombreux pour être en contact les uns avec les autres, Serror et al. ont observé une chute dramatique dans la résistance en flexion.

2.3 Évaluation de l'effet de la dégradation thermique sur les propriétés du joint

Dans un joint riveté, les propriétés en matage sont les plus importantes pour la conception. Les propriétés en matage représentent la capacité d'un matériau à soutenir les contraintes générées par un goujon inséré dans un trou. Dans un essai mécanique en matage, une force de traction parallèle au plan de l'échantillon est appliquée sur le goujon, recréant ainsi le chargement d'un joint riveté ou boulonné.

2.3.1 Défaillance en matage

Les joints rivetés sont généralement conçus pour atteindre la défaillance en matage avant les autres modes de défaillance, puisque le matage n'entraine habituellement pas une rupture catastrophique de la structure. La défaillance en matage est plutôt une succession complexe de défaillances en compression localisées, tel que rapporté par Xiao et Ishikawa [55]. Leurs travaux décrivent les quatre étapes de la défaillance en matage : endommagement initial, croissance des dommages, défaillance locale et défaillance finale de la structure. Ils rapportent aussi plusieurs modes de défaillances dans leurs essais : délamination, fissures dans la matrice, fissures en cisaillement hors plan et micro flambement des fibres. Les propriétés en matage d'un composite laminé dépendent non seulement de la fibre et de la matrice, mais aussi de facteurs géométriques. En effet, le tolérancement du trou, la force de serrage et les rapports de dimensions entre le diamètre du trou de l'attache, sa position et l'épaisseur du laminé, ont un impact sur les propriétés en matage des composites laminés [56].

Plusieurs études ont élaboré des modèles de prédiction pour la défaillance en matage en modifiant les critères de défaillance existants, par exemple le critère de Chang-Lessard et de Hashin, et en modélisant le joint par EF [57]–[60]. Considérant la complexité de la défaillance en matage et le grand nombre de propriétés des constituants qui doivent être connues pour la modélisation, la

meilleure façon de déterminer les propriétés en matage d'un composite laminé reste les essais mécaniques. Les essais en matage offrent la possibilité d'étudier les effets du vieillissement de la matrice sans avoir recours à des modèles complexes. Thoppul et al. décrivent dans leurs travaux l'éventail des différents tests à réaliser pour la caractérisation d'un joint riveté [4]. Les essais requis incluent des essais de matage, des essais *open-hole* et *filled-hole* où les contraintes ne passent pas directement par le rivet et des essais d'arrachement hors plan. La plupart de ces essais doivent être réalisés en tension, en compression et possiblement en fatigue.

2.3.2 Effets du vieillissement et des températures élevées sur les propriétés en matage

Plusieurs études ont investigué les effets du vieillissement et des températures élevées sur les propriétés en matage des composites laminés. Vieille et al. [61] ont étudiés les effets du vieillissement dans des conditions chaudes et humides sur des composites thermoplastiques fibres de carbone/Polyphenylene Sulfide (PPS). Ils rapportent que les résultats sont très sensibles au diamètre et au fini du trou et que les conditions chaudes et humides favorisent un comportement ductile. Johnson et al. [62] ont mené une étude similaire sur des composites thermoplastiques fibres de carbone/polyimide (PI) vieillis dans des conditions chaudes et humides. Ils rapportent que la force de serrage a un effet positif sur les propriétés en matage, la friction entre les pièces jointes reprenant une partie des efforts. Parida et al. [63] ont étudié les effets de paramètres environnementaux et géométriques sur les propriétés en matage de composites fibres de carbone/époxy. Les échantillons à renforts unidirectionnels et textiles vieillis thermiquement présentaient une baisse de 25 à 30 % de la résistance en matage par rapport aux valeurs mesurées à température ambiante.

Chen [64] a investigué l'effet d'un cycle de conditions chaudes et humides sur la résistance en fatigue de joints boulonnés en composites fibres de carbone/époxy. Le cycle étudié consistait en une alternance de température élevée à 50°C et d'un taux d'humidité de 98% pendant 12 h suivie d'une période avec des conditions ambiantes 12 h. Les échantillons étaient soumis au cycle chaud et humide sur une période de plusieurs mois. Chen a rapporté que le cycle thermique dégradait les propriétés en fatigue en augmentant l'élongation du trou sur les échantillons vieillis.

Ces études démontrent que le vieillissement de la matrice a un impact sur les propriétés en matage des composites laminés. À la connaissance de l'auteur, aucune d'étude n'a été réalisée sur les propriétés en matage de composites fibres de carbone/époxy soumis à un cycle de températures très élevées pour un court laps de temps, semblable au cycle thermique du procédé de rivetage. Cette lacune s'applique autant sur un cycle unique que sur des cycles répétés.

2.4 Sommaire

La revue de littérature présentée dans les sections précédentes justifie les choix méthodologiques qui seront présentés dans les chapitres suivants. Puisque les objectifs de ce mémoire se concentrent sur les phénomènes thermiques entourant un procédé d'assemblage pour composites à renforts fibreux, les propriétés et paramètres qui influencent le transfert thermique, soit la conductivité thermique, la densité, la chaleur spécifique, l'émissivité ainsi que le coefficient de convection, ont été identifiés dans la section 2.1.1. La conductivité thermique a été identifiée comme étant particulièrement problématique en raison du grand nombre de facteurs entrant en ligne de compte. Les sections suivantes ont présenté les différentes approches pour la caractérisation de la conductivité thermique. Le fonctionnement et les avantages des méthodes inverses par rapport aux autres approches ont été introduits. La possibilité de les appliquer avec succès à la caractérisation de la conductivité de composites laminés a été démontrée avec plusieurs exemples. Pour la solution du problème inverse, les performances de l'algorithme BFGS ont été démontrées ainsi que son application à la caractérisation de la conductivité thermique.

La section 2.2 se concentre sur les phénomènes de transfert thermique dans les matériaux composites. La section 2.2.1 présente les approches de modélisation pour les composites, nécessaires à la solution du problème direct d'une méthode inverse. La méthode des éléments finis a été mise de l'avant pour sa versatilité et son accessibilité. Une modélisation 3D pli par pli est nécessaire pour l'étude du transfert thermique dans les composites. La section suivante présente le phénomène de dégradation à haute température de la matrice. Il ressort de cette section que les différents mécanismes de dégradation thermique des polymères sont des phénomènes complexes qui influencent les propriétés physiques, diélectriques et mécaniques des matériaux composites. La compréhension de leurs effets précis dans le procédé de rivetage est donc primordiale afin d'assurer l'intégrité de la structure composite après l'installation du rivet.

La dernière section présente le type d'effort entrant habituellement en jeu dans les structures rivetées et le mode de défaillance qu'il produit. La complexité de la défaillance en matage fait des essais expérimentaux une approche populaire pour l'étude des structures rivetées ou boulonnées. Finalement, la section 2.3.2 illustre l'effet des températures élevées sur les propriétés en matage de joint de composites. Cette section présente aussi une lacune dans la littérature sur l'effet de cycles thermiques rapides, autant uniques que répétés, sur les propriétés en matage de joints en composites.

CHAPITRE 3 DÉVELOPPEMENT D'UNE MÉTHODE INVERSE POUR LA CARACTÉRISATION THERMIQUE DES MATÉRIAUX COMPOSITES

Dans le cadre de ce projet, une méthode inverse pour la caractérisation des conductivités thermiques principales des composites laminés a été mise au point. L'utilisation d'une méthode inverse permet de réaliser des mesures de températures simples et d'éviter l'utilisation d'équipement complexe et couteux. La méthode inverse présentée dans ce chapitre a fait l'objet d'un article ainsi que d'une présentation au cours du *3rd International Symposium on Automated Composites Manufacturing* (ACM3) [65]. La procédure, l'algorithme utilisé ainsi que les premiers essais sont détaillés dans les différentes sections.

La procédure présentée ici s'applique à un échantillon en polymère thermodurcissable époxy renforcé de fibres de carbone unidirectionnelles dont tous les plis ont la même orientation. L'échantillon s'apparente donc à un solide orthotrope caractérisé par une conductivité parallèle aux fibres, une conductivité transverse dans le plan de l'échantillon et une dernière à travers l'épaisseur, tel qu'illustré dans la Figure 3.1.

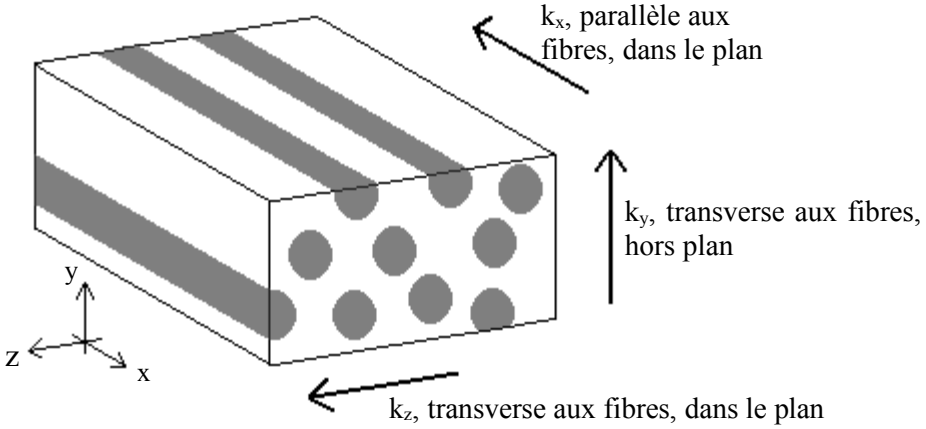

Figure 3.1 : Directions des conductivités thermiques par rapport aux fibres unidirectionnelles de l'échantillon

3.1 Procédure et algorithme

Le problème direct est résolu par analyse EF et un algorithme d'optimisation de type Broyden-Fletcher-Goldfarb-Shanno (BFGS) est utilisé pour résoudre le problème inverse.

Les mesures expérimentales de la méthode inverse décrite ici sont séparées en deux expériences ayant chacune leur montage respectif. La méthode décrite ici a donc été nommée méthode inverse à expérience double. Les deux expériences sont cependant réalisées de façon similaire et utilisent un seul et unique échantillon. L'échantillon est équipé de thermocouples disposés sur sa grande diagonale à différents endroits dans l'épaisseur et qui sont insérés entre les plis durant la fabrication. Avec un nombre limité de thermocouples, il est difficile de caractériser le transfert de chaleur dans les trois directions principales avec un seul montage et une seule expérience. C'est pourquoi deux montages sont employés.

Dans la première expérience, un côté (Γ_5 dans la Figure 3.2) de l'échantillon est chauffé et le transfert de chaleur se produit principalement dans le plan du stratifié. Dans la seconde expérience, la surface inférieure (Γ_1) de l'échantillon est chauffée. Le transfert de chaleur se produit alors majoritairement dans la direction normale au plan. Afin de s'assurer que seule la conductivité thermique à une influence sur les résultats, et réduire les temps de calcul des modèles EF, les mesures thermiques expérimentales ont été effectuées une fois le régime permanent atteint.

3.1.1 Problème direct

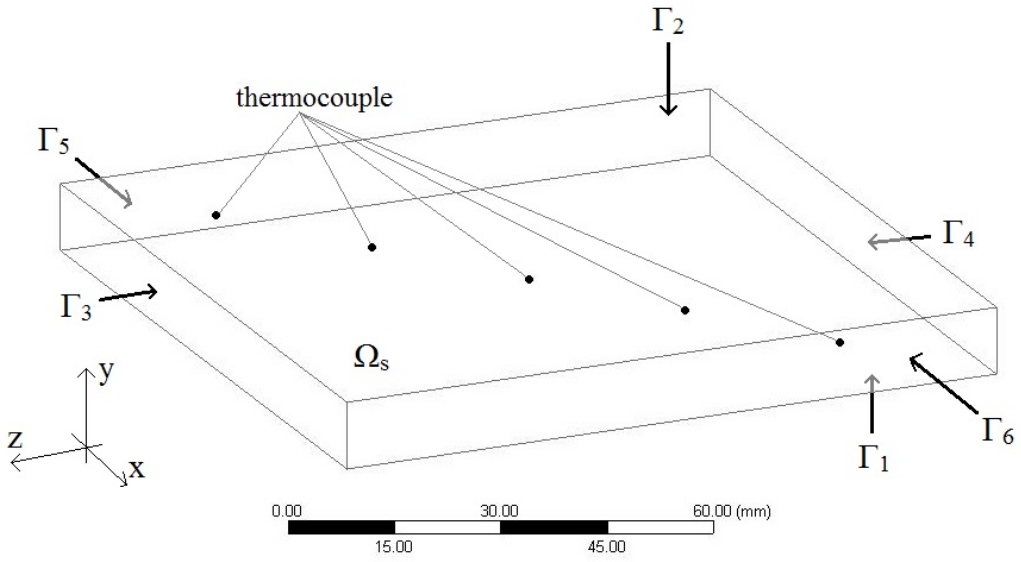

Figure 3.2 : Géométrie de l'échantillon et des modèles d'EF. Adapté de [65]

La méthode inverse à expérience double implique donc la résolution de deux problèmes directs distincts par le logiciel d'EF ANSYS Workbench. La Figure 3.2 montre la géométrie partagée par les modèles ainsi que la position des thermocouples sur la grande diagonale. Les thermocouples sont insérés à intervalles réguliers entre les plis du composite durant la fabrication. Ils ont donc une distribution à travers les directions x, y et z illustrées sur la Figure 3.2. Une telle disposition des thermocouples permet la mesure d'un gradient de température dans les trois directions principales. Le volume de l'échantillon est défini par le domaine Ω_s tandis que les surfaces de l'échantillon sont représentées par les domaines frontière $\Gamma_{1\text{-}6}$. Les problèmes directs sont définis comme suit :

$$\boldsymbol{q} = \boldsymbol{K} * \boldsymbol{\nabla} T \qquad \forall (x, y, z) \in \Omega_s \tag{3.1}$$

Modèle dans le plan

$$\boldsymbol{q} \cdot \boldsymbol{n} = h(T_s - T_{INF}) + \sigma\varepsilon(T_s^4 - T_{INF}^4) \qquad \forall (x, y, z) \in \Gamma_{1-5} \tag{3.2}$$

$$T_s = T_{control} \qquad \forall (x, y, z) \in \Gamma_6 \tag{3.3}$$

Modèle hors plan

$$\boldsymbol{q} \cdot \boldsymbol{n} = h(T_s - T_{INF}) + \sigma\varepsilon(T_s^4 - T_{INF}^4) \qquad \forall (x, y, z) \in \Gamma_{2-6} \tag{3.4}$$

$$T_s = T_{control} \qquad \forall (x, y, z) \in \Gamma_1 \tag{3.5}$$

où $\boldsymbol{K}$ est le tenseur de conductivité, $T_{control}$ est la température appliquée sur la surface de l'échantillon lors de l'expérience, ε est l'émissivité, la température de l'air ambiant est T_{INF} et le coefficient de convection est h. Les températures à la position des thermocouples sont extraites des résultats des modèles pour les calculs d'optimisation.

La stratégie de modélisation du stratifié retenue est de représenter chaque pli par un solide orthotrope s'inscrivant ainsi dans une démarche multiéchelle. Les propriétés équivalentes de chaque pli ont été déterminées initialement grâce à aux propriétés individuelles des fibres et de la matrice et avec la loi des mélanges (équation 2.5) et le modèle de Rayleigh (équation 2.6).

3.1.2 Algorithme d'optimisation

L'algorithme d'optimisation utilisé pour résoudre le problème inverse est un algorithme de type BFGS. Il s'agit d'une méthode d'optimisation quasi newtonienne, efficace et très rapide, avec un taux de convergence supra-linéaire [66].

Pour faciliter l'exécution de l'algorithme et la résolution des modèles EF, un programme automatisant la mise à jour des paramètres matériaux du modèle EF et exécutant tous les calculs requis pour l'optimisation a été codé dans le langage informatique Python.

La fonction à minimiser dans le cas présent est une fonction d'erreur combinant les mesures expérimentales des thermocouples et les températures correspondantes des modèles EF :

$$f = \sum_{i=1}^{N} \left(T_{exp}^{(i)} - T_{sim}^{(i)} \right)^2 \qquad 3.6$$

où f est la fonction d'erreur, T_{exp} la température des thermocouples, T_{sim} la température calculée par EF et N le nombre de thermocouple. La forme quadratique de la fonction d'erreur (équation 3.6) a été largement utilisée dans des méthodes inverses et permet de s'assurer que la convergence est atteinte pour un minimum global.

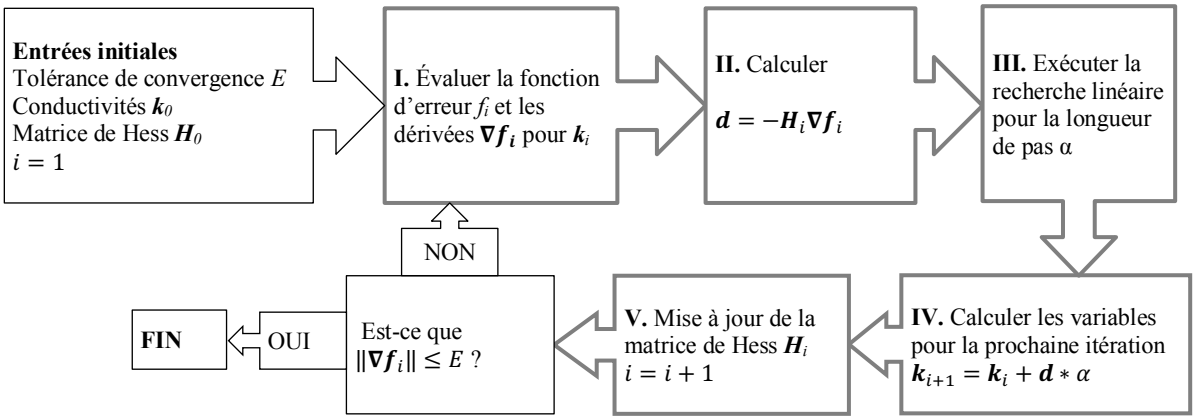

Figure 3.3 : Étapes de l'algorithme d'optimisation BFGS. Adapté de [65]

La structure de l'algorithme BFGS et son implémentation sont détaillées dans le livre de Nocedal *et al.* [66]. La Figure 3.3 présente un schéma des différentes étapes de l'algorithme.

L'algorithme nécessite l'entrée d'un jeu de données initial pour démarrer. La tolérance de convergence E représente le critère d'arrêt. Lorsque la norme des dérivées de la fonction d'erreur est plus petite que la tolérance de convergence,

$$\|\boldsymbol{\nabla f_i}\| \leq E, \tag{3.7}$$

l'algorithme peut s'arrêter. Tel que mentionné plus haut, la valeur initiale des conductivités $\boldsymbol{k_0}$ peut être estimée à partir des propriétés des fibres et de la matrice. L'approximation des secondes dérivées, ou matrice de Hess, $\boldsymbol{H_0}$ est habituellement la matrice identité [66] et est mise à jour lorsque plus d'informations sont disponibles sur la fonction d'erreur.

L'algorithme d'optimisation est divisé en plusieurs étapes définies comme suit :

L'étape I consiste en la détermination de la fonction d'erreur f, cette dernière est évaluée en résolvant le problème direct. Les dérivées sont estimées par différence finies entre deux points de la fonction d'erreur. Une évaluation supplémentaire de la fonction d'erreur est nécessaire pour calculer la dérivée par rapport à chacune des variables à optimiser.

L'étape II permet le calcul de la direction de recherche ***d***. Ce calcul permet de connaître la direction et la proportion de changement des paramètres de conductivité afin de réduire la valeur de la fonction d'erreur. Inclure l'approximation de la matrice de Hess dans le calcul de la direction de recherche améliore le taux de convergence de l'algorithme, car davantage d'information sur la forme de la fonction d'erreur est incluse dans la direction de recherche [66].

L'étape III consiste en une recherche linéaire de la meilleure longueur de pas α. La longueur de pas représente la distance à parcourir le long de la direction de recherche pour se rapprocher de l'optimum recherché. Une longueur de pas appropriée satisfait les conditions fortes de Wolfe, telles que définies par Nocedal *et al.* [66]. Les conditions fortes de Wolfe imposent une décroissance sur la fonction d'erreur et sur ses dérivées de la fonction d'erreur, ceci permettant d'assurer un rapprochement de l'optimum à chaque itération. Pour parvenir à trouver une longueur de pas appropriée, plusieurs valeurs de longueur de pas sont testées en évaluant, pour chacune d'entre elles, la valeur de la fonction d'erreur et de ses dérivées. La valeur suivante augmente ou diminue selon le résultat de la valeur précédente. L'étape III est la plus couteuse en termes de ressources de calcul. La majorité des évaluations de la fonction d'erreur et des problèmes directs étant réalisées à cette étape.

L'étape IV permet la détermination des conductivités de l'itération suivante à l'aide de la direction de recherche et de la longueur de pas.

L'étape V voit la mise à jour de l'approximation de la matrice de Hess grâce aux nouvelles informations obtenues au cours des étapes précédentes.

L'algorithme itère ainsi jusqu'à l'obtention d'une convergence sur la fonction d'erreur.

3.1.3 Procédure inverse à expérience double

Comme mentionné plus haut, la méthode inverse présentée dans ce mémoire utilise deux expériences et deux problèmes directs pour caractériser les trois conductivités principales d'un matériau composite laminé.

Dans le cadre de la méthode inverse à expérience double, les modèles EF dans le plan et hors plan sont utilisés alternativement avec leurs mesures expérimentales respectives et différentes assomptions et variables. La Figure 3.4 illustre les stades de la méthode inverse complète. À chaque

stade, l'algorithme d'optimisation est appliqué sur la ou les variables avec le modèle EF correspondant.

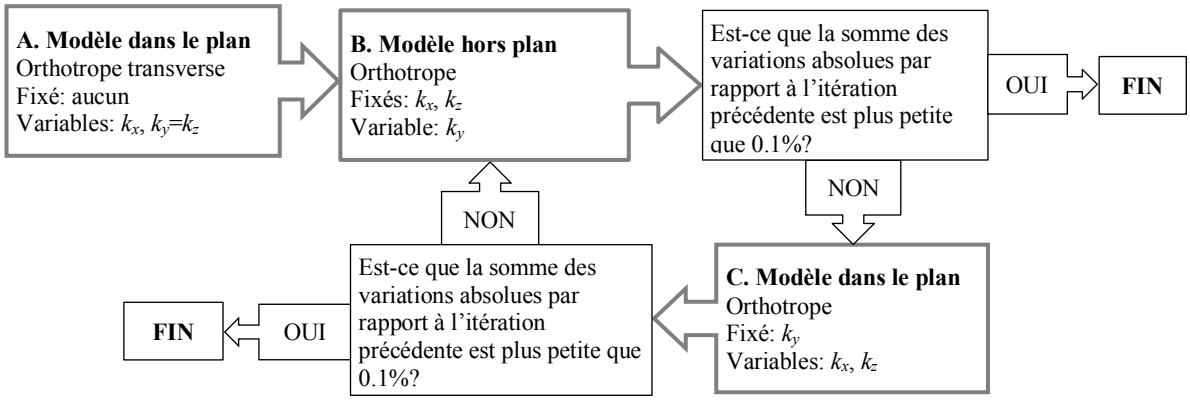

Figure 3.4 : Stades de la méthode inverse à expérience double. Adapté de [65]

Le stade A est réalisé avec le modèle dans le plan. L'échantillon est alors considéré orthotrope transverse, une hypothèse valable pour les matériaux composites à renforts fibreux, puisque le transfert thermique est dominé par la direction des fibres et leur disposition est uniforme. Deux variables sont optimisées puisque les deux conductivités transverses aux fibres sont considérées égales.

Le modèle hors plan est employé au cours du stade B. Pour cette étape, seule la conductivité hors plan évolue, cette dernière prenant pour valeur initiale celle définie à la fin du stade A. Les conductivités thermiques utilisées dans le plan sont fixées aux valeurs déterminées au cours du stade A.

Au cours du stade C, le modèle dans le plan est utilisé en fixant la conductivité hors plan à la valeur obtenue grâce au stade B. Sa valeur provient des résultats du stage précédent. Les stages B et C sont répétés alternativement jusqu'à l'obtention d'une convergence sur la somme des variations, selon l'expression suivante :

$$\sum_{j=x,y,z} \frac{|k_{j,i} - k_{j,i-1}|}{k_{j,i-1}} \leq 0.1\%, \qquad 3.8$$

où k est la conductivité, j dénote la direction de la conductivité et i représente l'itération. Le critère de 0.1% assure d'obtenir une variation faible des conductivités entre les stades B et C. Ceci indique

que les conductivités recréant le mieux la distribution thermique pour les modèles dans le plan et hors plan sont atteintes.

3.2 Études numériques de l'algorithme d'optimisation

Afin de valider l'algorithme proposé dans la section précédente, ce dernier a été utilisé sur un cas disponible dans la littérature. Villière *et al.* [25] ont étudié la conductivité de stratifiés fibres de carbone/époxy durant la polymérisation de la résine lors d'un procédé de moulage par transfert de résine. Ils ont d'abord déterminé la conductivité de renforts unidirectionnels à un taux volumique de fibres de 54% avant d'appliquer une homogénéisation sur un renfort tissé (*twill*). Les conductivités des fibres et de la matrice sont présentées dans le Tableau 3-1.

Tableau 3-1 : Conductivités thermiques des constituants. Valeurs tirées de [25]

Matériau	Conductivité thermique k (W/mK)
Fibre de carbone T300, longitudinal	8.8
Fibre de carbone T300, transverse	2.0
Époxy RTM6	0.22

Villière et al. mesurent les valeurs de conductivité pour des renforts unidirectionnels reportées dans le Tableau 3-2. Ils n'ont pas rapporté directement la conductivité à travers l'épaisseur k_y, celle-ci a plutôt été estimée en considérant la compaction accrue des fibres dues à la pression de moulage. Leurs valeurs ont été considérées comme résultat théorique exact, et comparées à celles obtenues après convergence de l'algorithme. Les valeurs de départ sélectionnées pour cette validation proviennent de la loi des mélanges (équation 2.5) et du modèle de Rayleigh (équation 2.6) et sont reportées dans le Tableau 3-3. Pour les simulations, les températures expérimentales ont été évaluées à l'aide des modèles EF avec les valeurs exactes de conductivités du Tableau 3-2.

Tableau 3-2 : Valeurs exactes des conductivités pour l'étude numérique. Adapté de [65]

k (W/mK)	Axe	Direction relative aux fibres
2.91	x	longitudinal
0.75	y	transverse (à travers l'épaisseur)
0.65	z	transverse

Au total, six simulations de la caractérisation de la conductivité ont été réalisées. Un exemple du code Python d'optimisation utilisé est disponible dans l'Annexe A. Afin de s'assurer de la robustesse de l'algorithme, un bruit de mesure artificiel a été introduit, faisant ainsi varier les valeurs de départ pour chacune de ces six simulations. Le Tableau 3-3 résume les paramètres étudiés dans chaque simulation. Les conductivités initiales permettent de vérifier que l'algorithme converge avec différents points de départ. L'erreur de mesure recrée les conditions d'une expérience et permet d'étudier la sensibilité de l'algorithme sur les températures mesurées. Les erreurs de mesure sont générées aléatoirement selon une distribution normale dans les intervalles spécifiés dans le Tableau 3-3 et ajoutées aux températures expérimentales simulées. Les intervalles sont choisis pour représenter la moitié, l'entier ou le double des erreurs de mesures de ±1.1°C de thermocouples de type K, utilisés dans la fabrication des échantillons.

Tableau 3-3 : Paramètres étudiés dans les simulations réalisées. Adapté de [65]

Réf.	$k_x/k_y/k_z$ initiaux	Erreur de mesure (K)
1	4.85 / 0.63 / 0.63	-
2	4.85 / 0.63 / 0.63	±0.55
3	4.85 / 0.63 / 0.63	±1.1
4	4.85 / 0.63 / 0.63	±2.2
5	0.44 / 2 / 2	±0.55
6	8.8 / 1.5 / 1.5	±0.55

3.2.1 Résultats des études numériques

Dans cette section, les résultats des différentes simulations sont présentés et critiqués.

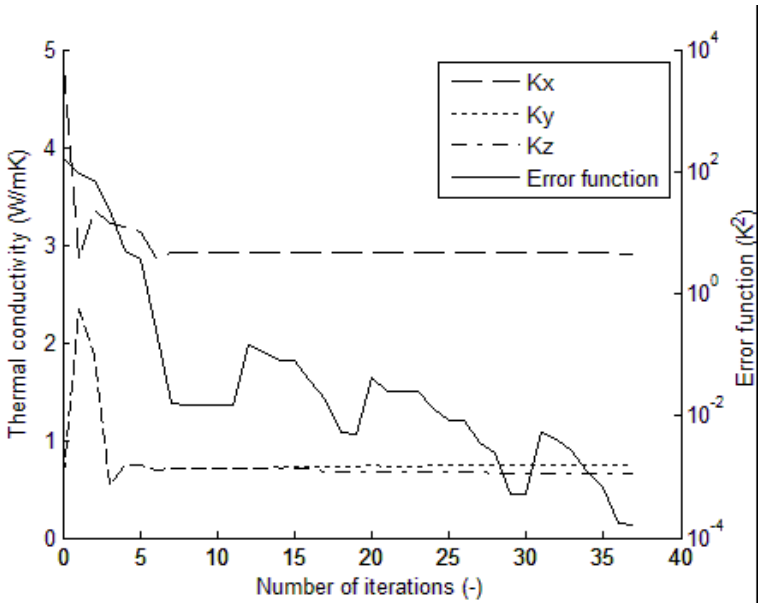

Figure 3.5 : Évolution des conductivités et de la fonction d'erreur durant la simulation 1 de la méthode inverse. Adapté de [65]

L'évolution des conductivités et de la fonction d'erreur durant la simulation 1 est présentée dans la Figure 3.5. Après 20 itérations, les conductivités sont déjà très proches des valeurs exactes, avec des valeurs de 2.919 W/mK pour k_x, 0.7443 W/mK pour k_y et 0.6828 W/mK pour k_z. Au bout du processus, la fonction d'erreur atteint une valeur très basse de 1.6×10^{-4} K^2, démontrant que les conductivités ainsi calculées sont très proches des valeurs exactes. Les instabilités, ou pics, dans la fonction d'erreur correspondent au passage d'un stade à un autre et sont causés par les changements d'hypothèses de modélisation associées à chacun des modèles.

Une erreur de mesure croissante est ajoutée aux simulations 2 à 4. La Figure 3.6 a) à c) (à la fin de la section 3.2) montre les valeurs des conductivités et de la fonction d'erreur en fonction du nombre d'itérations pour les simulations 2 à 4. La Figure 3.6 d) à f) présente l'évolution correspondante des valeurs comparées au critère d'arrêt. Sur l'échelle logarithmique, la discontinuité des courbes du critère d'arrêt est attribuable à une valeur nulle. Ceci se produit aux changements de stades, où la fonction d'erreur est réévaluée sans changer la valeur des conductivités, ou lorsqu'une conductivité est fixe durant un certain stade. La différence par rapport à l'itération précédente est

alors nulle et le point n'est pas affiché sur la courbe. La convergence est considérée comme atteinte lorsque la somme des variations absolues est moins de 0.1% par rapport à l'itération précédente (voir équation 3.8). La valeur finale de la fonction d'erreur augmente avec l'ajout d'erreur de mesure, laquelle est incluse dans le calcul de la fonction d'erreur par le biais des températures expérimentales (voir équation 3.6).

Les résultats des simulations sont présentés dans le Tableau 3-4. Aucune corrélation ne peut être observée entre le nombre total d'itérations et l'erreur de mesure. Cette absence démontre que l'algorithme est assez robuste pour fonctionner malgré la présence de bruit dans les mesures des thermocouples. Les résultats des différentes simulations sont satisfaisants, en effet, l'erreur finale ne dépasse 6.2 % que dans le cas de la simulation 3. Cette dernière est différente des autres parce que k_z et k_y semblent inversés. Une distribution non uniforme des erreurs de mesure dans un ou dans les deux ensembles de températures expérimentales pourrait expliquer cette inversion. Une telle distribution affecterait la fonction d'erreur et ses dérivées, influençant ainsi les valeurs finales de conductivités.

Tableau 3-4 : Résultats et données d'analyse pour les simulations 1 à 6. Adapté de [65]

Réf	k_x / k_y / k_z finaux (W/mK)	Erreur sur k_x / k_y / k_z (%)	Fonction d'erreur finale (K^2)	Nbre itération	Nbre évaluation de la fonction d'erreur
1	2.911 / 0.745 / 0.656	0.06 / 0.62 / 0.91	1.593E-4	37	205
2	2.910 / 0.748 / 0.612	0.01 / 0.24 / 6.11	0.6886	29	185
3	2.99 / 0.649 / 0.838	2.71 / 13.4 / 28.9	4.622	37	201
4	2.928 / 0.746 / 0.656	0.61 / 0.49 / 0.93	11.24	19	89
5	2.911 / 0.751 / 0.614	0.02 / 0.16 / 5.53	0.6976	33	156
6	2.916 / 0.749 / 0.637	0.20 / 0.06 / 2.08	0.7334	26	128

L'effet des variations des valeurs initiales des conductivités peut être observé grâce aux simulations 2, 5 et 6. Le nombre d'itération et d'évaluation de la fonction d'erreur (qui inclut la résolution d'un modèle d'EF) donnent une idée de la durée de la méthode inverse. La valeur finale de la fonction d'erreur semble ne dépendre que de l'erreur de mesure, puisqu'il y a une bonne corrélation entre

le bruit et la fonction d'erreur finale (voir Tableau 3-3). Les valeurs initiales des conductivités n'ont pas un effet significatif sur le résultat final. La fonction d'erreur finale et l'erreur sur la valeur finale des conductivités sont similaires pour les trois différents points de départ testés.

Pour ce qui est de la durée du processus, il n'y a encore une fois aucun effet significatif des valeurs initiales de conductivité sur les résultats finaux. Le nombre d'itérations requises est similaire dans les trois cas et le nombre d'évaluations de la fonction d'erreur est du même ordre de grandeur. Dans le cas de la simulation 1, la convergence a été atteinte après un plus grand nombre d'itérations que pour les autres simulations. Ceci peut être expliqué par la durée nécessaire pour faire diminuer la fonction d'erreur trois ordres de grandeur en dessous des autres simulations. Similairement, la simulation 3 requiert aussi un nombre élevé d'itérations et d'évaluation de la fonction d'erreur. L'erreur sur les conductivités finales est aussi plus élevée dans la simulation 3 que dans les autres simulations. La durée plus grande peut être expliquée par le bruit ajouté aux températures expérimentales, compliquant ainsi la convergence de l'algorithme.

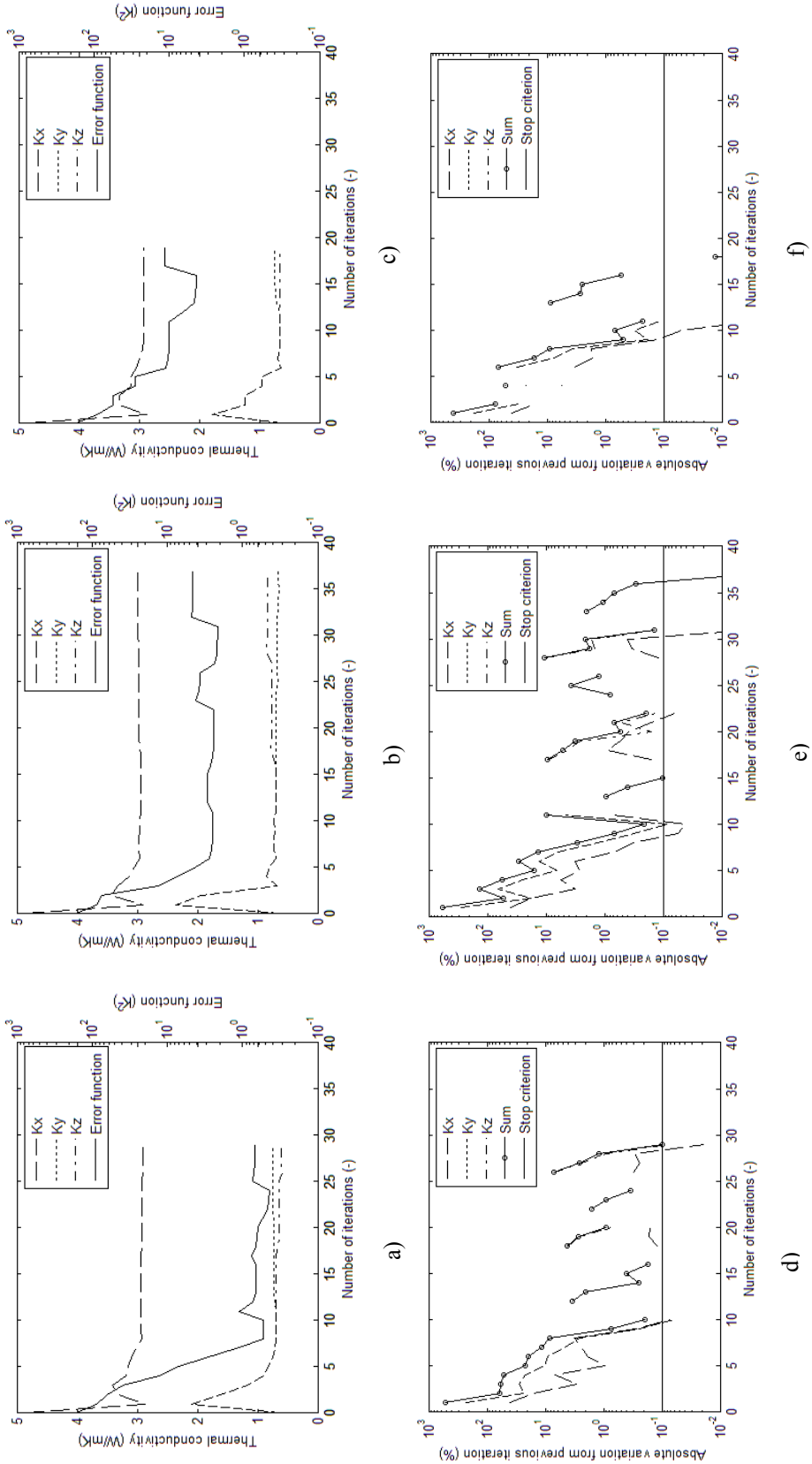

Figure 3.6 : Évolution des conductivité et de la fonction d'erreur durant la méthode inverse et historique du critère d'arrêt, a) et d) Simulation 2, b) et e) Simulation 3, c) et f) Simulation 4. Adapté de [65]

3.3 Caractérisation d'un échantillon à renforts unidirectionnels

Plusieurs essais non concluants de la méthode inverse ont été réalisés sur un échantillon à renforts unidirectionnels. Les arrêts prématurés des essais se produisaient lors des calculs d'optimisation. Avant d'atteindre la convergence, l'algorithme ne parvenait plus à établir les paramètres de l'itération suivante, notamment au niveau du calcul de la longueur de pas. L'algorithme atteignait le nombre limite d'itérations permises dans le calcul de la longueur de pas sans trouver de valeurs satisfaisant les conditions de Wolfe. Seul le dernier essai, présentant des résultats intéressants et représentatifs des problèmes rencontrés, sera présenté ici. Afin de répondre à tous les objectifs du projet en respectant l'échéancier, l'amélioration de la méthode inverse a dû être abandonnée après cet essai. Les paramètres qui ont été utilisés dans l'essai sont présentés ici-bas. Une description des montages expérimentaux pour la mesure des températures dans l'échantillon est disponible dans la section 4.4.2.

3.3.1 Paramètres des modèles EF de l'essai

La valeur de l'émissivité a été caractérisée spécifiquement pour l'échantillon étudié dans cet essai. Une caméra infrarouge et un ruban adhésif autocollant à l'émissivité connue ont été utilisés pour caractériser l'émissivité de l'échantillon. La méthodologie employée est expliquée plus en détail dans la section 4.4.1.

Dans cet essai, les coefficients de transfert convectif ont aussi été calculés à l'aide de modèles empiriques pour plans verticaux et horizontaux chauds disponibles dans le livre *Fundamentals of Heat and Mass Transfer* [67]. Deux relations ont été utilisées et permettent de calculer un coefficient de convection moyen selon le nombre de Nusselt :

$$Nu_L = {h * L}/{k_{air}}, \tag{3.9}$$

où h est le coefficient de convection moyen, L la longueur caractéristique du plan et k_{air} la conductivité de l'air à la température du film. Le nombre de Nusselt peut aussi être calculé de façon différente pour des plans verticaux :

$$Nu_L = [0.825 + \frac{0.387 Ra_L^{1/6}}{\left(1+(0.492/Pr)^{9/16}\right)^{8/27}}]^2, \tag{3.10}$$

et des plans horizontaux :

$$Nu_L = 0.15Ra_L^{1/3}, \quad 3.11$$

où le nombre de Rayleigh Ra_L et le nombre de Prandtl Pr sont calculés à partir des dimensions du plan et des propriétés de l'air à la température du film. Ces relations empiriques assument un écoulement turbulent et une température uniforme sur la surface chaude. Les valeurs des coefficients ont été calculées pour chaque surface de l'échantillon, en fonction de leur température moyenne durant l'expérience et de leurs dimensions.

Pour éliminer l'erreur attribuable au contact avec l'élément chauffant, les modèles EF ont été tronqués au niveau du thermocouple le plus près de l'élément chauffant. Un exemple de la zone tronquée pour le modèle EF dans le plan est présenté dans la Figure 3.7. La température mesurée par le thermocouple durant l'expérience est alors appliquée comme condition frontière sur la surface tronquée du modèle. Bien que cela ait réduit le nombre de mesures expérimentales, les modèles tronqués ont amélioré le comportement de la méthode inverse.

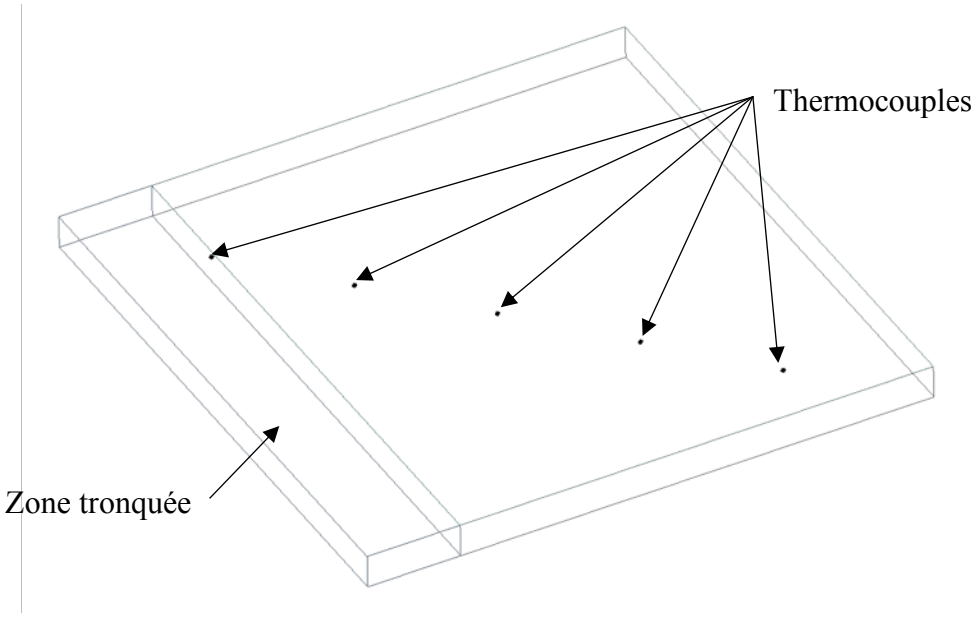

Figure 3.7 : Détail de la zone tronquée dans la géométrie du modèle EF dans le plan

3.3.2 Résultats de la caractérisation

L'essai présenté ici inclut tous les paramètres mentionnés à la section précédente. Il représente les meilleurs résultats obtenus avec la méthode inverse développée dans le cadre du projet. L'évolution des conductivités et de la fonction d'erreur au cours de l'essai est illustrée dans la Figure 3.8.

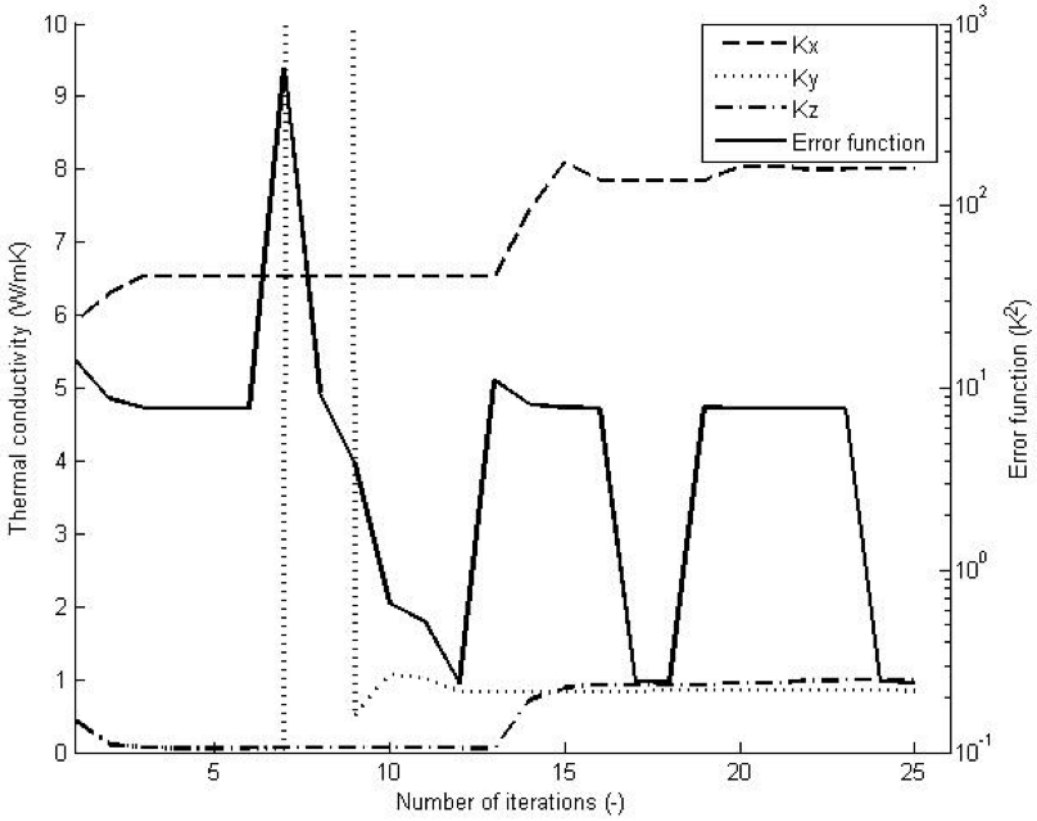

Figure 3.8 : Évolution des conductivités du composite et de la fonction d'erreur pour la caractérisation d'un échantillon à renforts unidirectionnels

Les valeurs initiales des conductivités sont calculées avec la loi des mélanges et le modèle de Rayleigh (voir équations 2.5 et 2.6) à partir des propriétés des constituants. On peut voir dans la Figure 3.8 la convergence des conductivités vers les valeurs finales. Seul k_y présente un comportement particulier. En effet, après le passage du stade A vers le stade B, au niveau de la 7e itération, la valeur de k_y augmente brusquement à une valeur de 205.6 W/mK. Cette augmentation soudaine est attribuable à un gradient de la fonction d'erreur très élevé. Le gradient est inclus dans le calcul de la direction de recherche et a donc entrainé un déplacement démesuré dans cette

direction. Ce comportement est aussi visible sur la valeur de la fonction d'erreur dans la Figure 3.8, qui monte tout aussi soudainement à 577 K^2.

Un ajustement manuel a été effectué sur la valeur de k_y vers une valeur de 0.5 W/mK, plus proche de la réalité avant de relancer l'algorithme. Il s'agit de la descente soudaine de la conductivité au niveau de l'itération 9 dans la Figure 3.8. Par la suite, les conductivités ont convergé vers leur valeur finale sans problème. On peut voir que les valeurs finales sont assez différentes des valeurs calculées avec les modèles analytiques. Elles se trouvent néanmoins à l'intérieur de l'intervalle délimité par les propriétés des constituants.

3.3.3 Obstacles et solution alternative

Deux entraves principales au bon déroulement de la méthode inverse ont été identifiées au cours des différents essais.

Premièrement, le gradient de la fonction d'erreur présente parfois des irrégularités. Les résultats de la section 3.3.2 en sont un bon exemple. Ces irrégularités affectent à leur tour la direction de recherche et les conductivités de l'itération suivante. Dans le meilleur des cas, cela ralentit la convergence de l'algorithme. Dans le pire des cas, cela peu interrompre l'algorithme, celui-ci étant incapable de déterminer des paramètres appropriés pour l'itération suivante, comme c'est le cas pour les résultats présentés à la section 3.3.2.

Les irrégularités proviennent peut-être de la méthode de calcul du gradient. Il est possible que les modèles EF ne soient pas suffisamment sensibles aux petits changements de conductivité pour le calcul par différences finies employé.

Deuxièmement, le calcul du paramètre de longueur de pas semble être le problème central de l'algorithme. Au cours des différents essais, c'est le plus souvent à cette étape que l'algorithme ne parvient plus à progresser. Il n'arrive pas à identifier une longueur de pas satisfaisant les conditions fortes de Wolfe afin de passer à l'itération suivante. Cette erreur subsistant malgré les améliorations apportées aux modèles EF, on peut supposer que les difficultés dans le calcul de la longueur de pas sont les symptômes d'un problème plus profond. Une meilleure modélisation des pertes de chaleur par convection et radiation pourrait possiblement faciliter le calcul de la longueur de pas.

Afin de parvenir à remplir les objectifs spécifiques de ce projet malgré les limitations de la méthode inverse développée ici, une méthode alternative a été utilisée pour caractériser les conductivités thermiques des composites laminés.

La méthode alternative utilise les mêmes montages expérimentaux et les mêmes modèles EF associés, mais évite l'utilisation de l'algorithme d'optimisation pour plutôt favoriser une approche de « force brute ». Une fois les mesures expérimentales réalisées, un nuage de points de conductivités est évalué à l'aide des modèles EF. Pour chaque point, la fonction d'erreur est calculée et les points de chaque modèle EF correspondant à la valeur minimale de la fonction d'erreur sont considérés comme les conductivités effectives du composite laminé. Pour éviter d'évaluer des points trop rapprochés, le nuage de point peut être raffiné autour d'un minimum intermédiaire de la fonction d'erreur.

Cette méthode est présentée dans le chapitre 4 et a été utilisée pour la caractérisation des conductivités thermiques d'un échantillon à renforts tissés. En plus de la caractérisation des conductivités principales, l'émissivité de l'échantillon a aussi été caractérisée. Les résultats ont été validés en comparant les mesures de température d'une expérience de validation aux prédictions d'un modèle EF correspondant.

De plus, le chapitre 4 présente dans le format d'un article scientifique la méthodologie employée pour répondre aux deuxième et troisième objectifs spécifiques du projet, soit l'étude du transfert thermique durant le procédé de rivetage à haute température et l'évaluation de l'effet de l'exposition à de hautes températures sur les structures en composites assemblées par le procédé de rivetage. Le cycle thermique du procédé de rivetage a été recréé sur des échantillons de CFRP et modélisé par EF. Ces échantillons ont été soumis à des essais mécaniques en matage pour vérifier l'effet de la dégradation de la matrice sur les propriétés mécaniques de la structure.

CHAPITRE 4 ARTICLE 1 : THERMAL ANALYSIS AND DEGRADATION OF PROPERTIES IN CARBON FIBER/EPOXY LAMINATE RIVETING AT HIGH TEMPERATURES

Authors: Laurent Pouliot Laforte and Louis Laberge-Lebel

This article was submitted to *Composites Part B* on November 9th 2017.

4.1 Abstract

A riveting process was developed to fasten carbon fiber/epoxy composite laminates. This process heats a thermoplastic composite rivet blank placed into the joint hole, above melt temperature, to form a rivet fastening the joined components. This process poses a threat to the integrity of the structure's epoxy matrix. To verify the state of matrix degradation, a pin-loaded mechanical test is realised on composite coupons heat treated at various temperatures. The heat treatment is specifically designed to recreate the riveting process' thermal cycle. A finite element model of the heat treatment is derived to obtain the time and temperature exposure of the coupon during the heat treatment. For use in the finite element model, emissivity is characterized through infrared image analysis, and thermal conductivity is characterized with an inverse method. The results show that a riveting process at nominal temperature of 350°C will not affect the bearing properties of the composite laminates. However, the process at 450°C affects the bearing properties of the composite laminates.

4.2 Keywords

Joints/joining; Thermal analysis; Mechanical testing; Finite element analysis (FEA)

4.3 Introduction

In recent years, advanced composite materials have seen an increase in use. Their high stiffness to weight and strength to weight ratios make them an interesting alternative to traditional metallic materials in structural applications [13]. The aerospace industry adopted composite materials in an effort to further decrease the weight of aircrafts for environmental and economic reasons [68]. Initially used in aircrafts' secondary structures, composite materials are now widely used across the various structures of modern aircrafts. Due to the nature of advanced composite

materials and their relative novelty, design of composite structures is more complex than for their metallic counterparts. Among the challenges of composite structure design, joining poses a problem since the traditional joining methods developed for metallic materials give rise to several issues when applied to composite structures. For instance, galvanic corrosion, mainly between carbon fiber composites and aluminum alloys, occurs when the materials are in contact. Solutions to impair corrosion such as sealants or using titanium fasteners usually imply added weight and diminish the advantage of composite materials [7], [8]. The use of metallic fasteners also creates a safety hazard in the case of a lightning strike on the aircraft. Metallic fasteners form an ignition site, which could be catastrophic around a fuel tank. Integral protection of composite structures has been studied by Pridham *et al.* [10] as a way to reduce the damage to the structure and the risk of sparks at fastened joints. Sealing the fastener is another alternative to avoid sparks in case of a lightning strike [9].

The issues listed above show the need for a joining method adapted to advanced composite structures. Non-metallic fasteners have seen some development in recent years [11]. The use of similar materials in the fastener and structure eliminates the incompatibility issues. A new riveting process for aerospace composite structures is in development [6]. The process involves a thermoplastic matrix composite rivet blank heated in-situ. Once the matrix is molten, the rivet head and countersink are formed by applying pressure. This process may be detrimental to the composites structures to be joined since high performance thermoplastics have melting points well above the glass transition temperature (T_g) of aerospace epoxy at around 180˚C.

At high temperature, thermoset degradation depends on both the time and temperature exposure. More than one degradation mechanism comes into play [46], [47], [51]. Polymeric chains can be decomposed by chain-end scission, random scission at weaker bonds in the chain or scission of side groups called chain stripping. In epoxy, random scission is the dominant decomposition mechanism and can be activated by heat (thermolysis) or by the presence of oxygen (thermo-oxidation) [46]. McManus and Chamis [48] and Zhang *et al.* [51] have studied the thermo-oxidation of composites and neat resin. Thermo-oxidation is usually superficial and requires long exposure to affect the material's properties. Chatterjee [50] and Anderson [49] have studied the degradation of epoxy by thermolysis. Thermolysis occurs at higher temperature and affects various properties of thermosets like T_g, dielectric properties and mechanical properties. Fatigue and static mechanical properties of composites has been studied by Gonzalez *et al.* [53] and Flore *et al.* [52].

Flore *et al.* found that mass loss was the most defining factor in predicting the residual mechanical properties of thermally aged composites. Considering these heat degradation mechanisms, understanding and modeling the thermal history experienced by the joint members during this riveting process is capital for its adoption by the industry.

Heat propagation modeling through composite materials requires accurate prediction of their thermal conductivity. Several factors influence the properties of a laminate. Fiber orientation, fiber volume fraction and interfacial thermal resistance are among the factors affecting the thermal conductivity of a composite laminate. On one hand, analytical models were shown to be overly simplistic in the evaluation of thermal conductivity of composites [69] and experimental methods are costly and require large specialized equipment. On the other hand, inverse methods offer a way to evaluate parameters that are difficult to measure experimentally. Inverse methods have been used with success in evaluating the thermal conductivity of advanced composite materials [33], [34], [36], [70]. At moderate temperatures, heat loss by radiation can be significant when compared to convection losses. The emissivity of materials must consequently be characterized for radiation to be taken into account. Emissivity depends on a material's surface condition, wavelength and direction [16]. Usually, a reflectometer is used to measure hemispherical and directional emissivity for several wavelengths. Madding [17] has used thermal imaging with a reference material with a known emissivity to as a way of calculating the emissivity of other materials.

In riveted joints, the bearing properties relate to the mechanical behavior of the joined material in the hole where the fastener is installed. This property is critical for the design of structural joints. In composite materials, the failure modes of fastened joints is more complex than in isotropic and ductile metallic materials [57], [58]. The bearing response involves an intricate progression of localized compressive failures [55]. Environmental conditions can affect the bearing properties of polymer matrix composites because of their interactions with the matrix [71]. Johnson *et al.*[62] have shown that aging at elevated temperature has an effect on the bearing capacity of bolted joints. Hygrothermal aging was studied by Parida *et al.* [63] and was found to have an impact on the bearing strength of carbon fiber/epoxy composites. It is clear that the thermal history of composite laminates affects the performance of fastened joints.

The purpose of this study is to model the temperature evolution during the riveting thermal cycle and characterize its effect on the bearing properties of composite structures. To do so, two experiments and corresponding finite element (FE) models were used jointly in an inverse method

to characterize the thermal conductivity of the composite laminate. Emissivity and thermal conductivity were characterized and validated for the finite element (FE) model. Mechanical tests were conducted on composite coupons heat treated with a thermal cycle similar to the riveting process. A FE model was elaborated to further explore the temperature exposure history in the composite.

4.4 Materials and methods

4.4.1 Characterization of emissivity

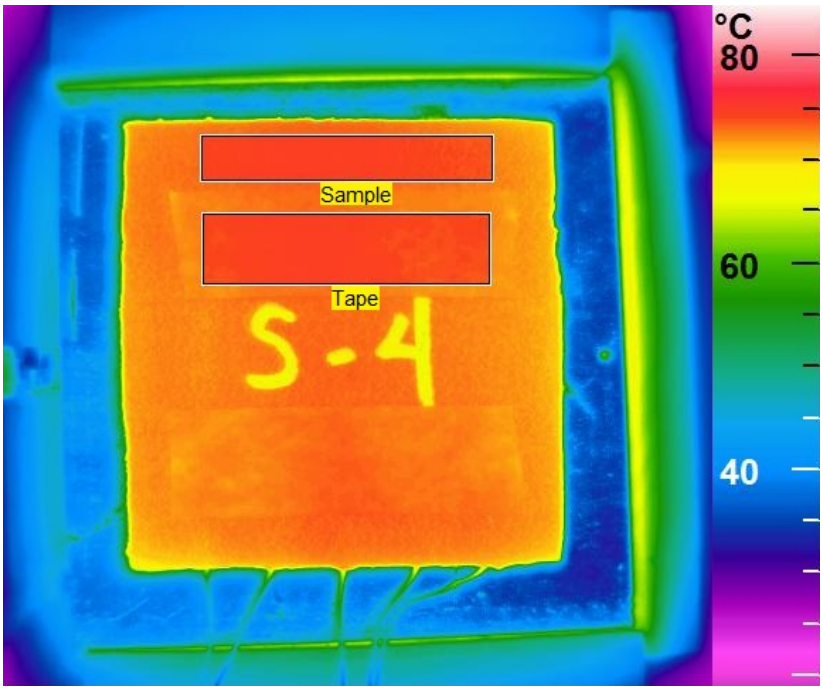

Figure 4.1 : Infrared image analysis for emissivity characterization of composite laminate at 75˚C

Emissivity was characterized using infrared image analysis software (VarioAnalyze, JenOptik). Two pieces of aerospace-grade pressure sensitive tape (PSA) with a known emissivity of 0.96 were applied on a composite sample. The sample was heated to set temperatures of 25, 50, 75 and 100°C and let to stabilize. An infrared image (VarioCam, JenOptik) was then captured for each set temperature. Figure 4.1 shows an example of the infrared image analysis. It illustrates the composite sample on the heating apparatus. Two regions identified as “Tape” and “Sample” can

be seen. By comparison to the known emissivity of the PSA, the emissivity of the "Sample" region was then manually adjusted until the average temperature of the two regions matched. The process was repeated for the infrared image of each set temperature.

4.4.2 Characterization of thermal conductivity

For the thermal conductivity characterization, an inverse method was used. It consisted of two steady state experiments and corresponding finite elements models. Temperatures were measured experimentally once using each set-up. The two experiments and FE models are called in-plane and out-of-plane for the direction of the temperature gradient. In both experiments, the same coupon equipped with embedded thermocouples was used. The coupon was manufactured from a prepreg twill weave with a $[0/45]_{6S}$ stacking. The fibers used were Toho Tenax HTS40. The prepreg's resin was Solvay 977-2 and was cured in an autoclave at 177 °C according to the manufacturer's recommendations. The sample was 76.2 mm by 76.2 mm with a thickness of 7.8 mm. The thermocouples were disposed on the greater diagonal of the sample, at every four plies.

For the out-of-plane experiment, the same heating apparatus and sample was used as for the emissivity characterization. As seen in Figure 4.2 a), it consisted of a metallic block with 4 cartridge heaters 6.35 mm in diameter and 50.8 mm in length, 125 W each. The sample was placed on top of the block, heating it from below. A J-type thermocouple with an ungrounded stainless steel sheathing placed near the heating surface controlled the temperature via a proportional-integral-derivative (PID) controller. Insulation was placed around the block to decrease heat loss. In order to induce heat flow, the sample was left uninsulated to generate heat loss through convection and radiation. Temperatures in the sample were recorded for 5 minutes on a GraphTec GL-220 data logger once thermal equilibrium was reached. Temperature recordings

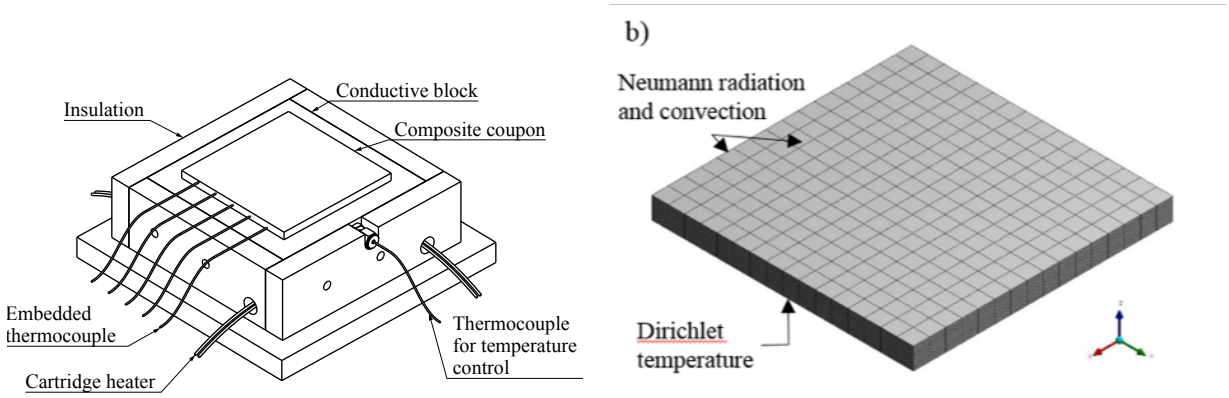

Figure 4.2 : Out-of-plane thermal conductivity characterization
a) Schematics of experimental setup
b) FE geometry and mesh

were done in a steady state to simplify the heat transfer problem and to reduce FE models' computation time. Temperatures for each thermocouple were then averaged to be compared to the FE results.

The apparatus used for the in-plane experiment can be seen in Figure 4.3 a). The sample was placed vertically on a metallic block equipped with a 200 W cartridge heater 6.35 mm in diameter and 101.6 mm in length and similar J-type thermocouple for temperature control. Once again, the metallic block was surrounded by insulation to decrease heat loss. The temperatures were recorded for 5 minutes on the same data logger and averaged for comparison to FE results. Convection and radiation heat losses on all free surfaces induced heat flow in the sample in several directions, allowing the characterization of conductivities in all those directions.

Two FE models were also elaborated in ANSYS Workbench to recreate the out-of-plane and in-plane experiments. Figures 4.2 b) and 4.3 b) represent the out-of-plane and in-plane models' geometry and mesh. Each ply of the coupon was modeled as an orthotropic solid, and then meshed with quadratic elements. A single element was used along the thickness of every ply. A characteristic length of 5 mm was used to mesh the models. The mesh was found to be suitable for the thermal gradient experienced by the coupon. In the models, the coupon was truncated at the thermocouple closest to the heating surface to eliminate the uncertainty of the contact with the

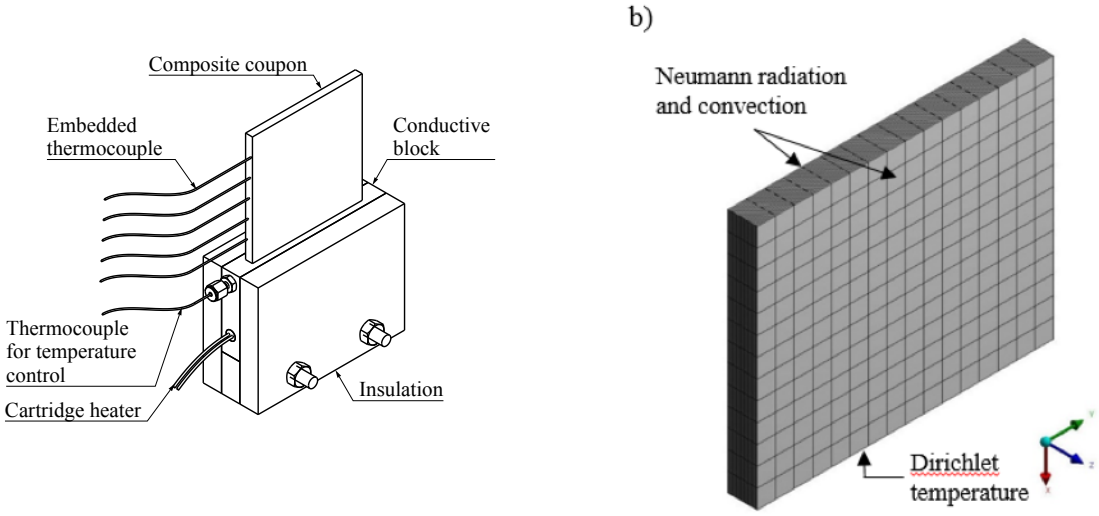

Figure 4.3 : In-plane thermal conductivity characterization
a) Schematics of experimental setup
b) FE geometry, mesh and boundary conditions

metallic block. In a steady-state analysis, temperature as measured by the thermocouple was applied as a Dirichlet boundary condition on the truncated faces. Neumann radiation and convection boundary conditions were applied to the other faces. Film coefficient was calculated with empirical formulas for vertical and horizontal planes in stagnant air [67]. Temperatures at the thermocouples' position were compared to their corresponding experimental measures with the following formula:

$$f = \sum_{i=1}^{N} \left(T_{exp}^{(i)} - T_{sim}^{(i)} \right)^2 \tag{4.1}$$

where N is the number of thermocouples and f is the error function. The error function quantified the difference between the FE results and the experimental measures. For each set of FE model and experiment, numerous sets of conductivities were tested across a wide interval. The sets that minimized the error function were considered as the thermal conductivity of the sample. The models only characterized the thermal conductivity in the direction of the thermal gradients. The

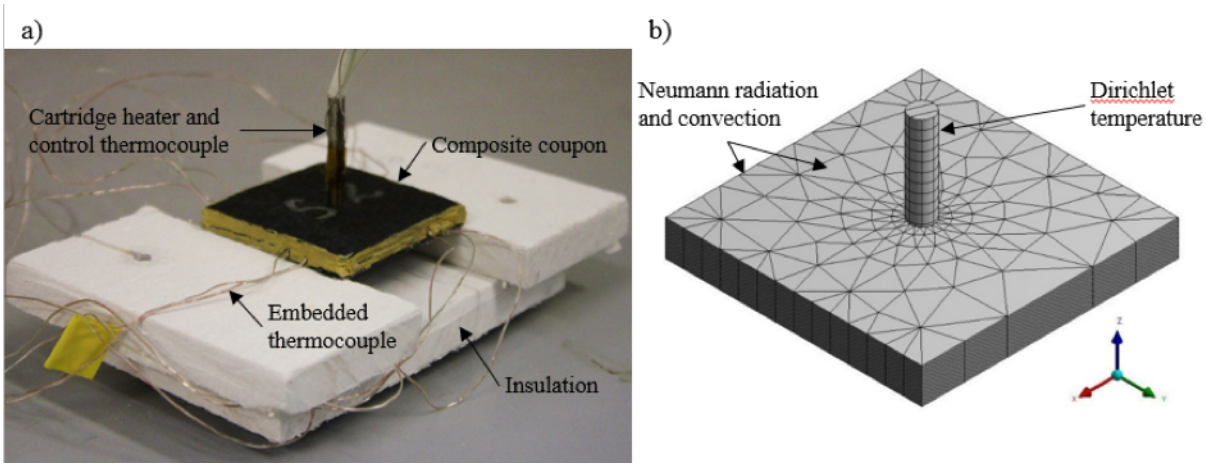

Figure 4.4 : Validation of the thermal conductivity characterization

a) Photograph of experimental setup

b) FE geometry, mesh and boundary conditions

out-of-plane model and experiment had a gradient through the thickness and allowed to determine the out-of-plane conductivity (k_y). The thermal gradient in the in-plane model and experiment ran along the fibers in the plan of the sample (k_x and k_z).

To validate the thermal conductivity values, an additional experiment was realized. A validation FE model was used to predict the temperature distribution in a composite sample during the experiment. The sample measured 50.8 mm by 50.8 mm with a thickness of 7.1 mm. It was made from the same prepreg as the sample used for the thermal conductivity characterization and with the same stacking of $[0/45]_{6S}$. The sample was also equipped with embedded thermocouples. A hole 4.76 mm in diameter was drilled in the center of the sample. The experimental setup is illustrated in Figure 4.4 a). For the validation experiment, the sample was supported by insulating blocks. A 100 W cartridge heater 25.4 mm in length with a matching diameter was inserted in the sample's hole. A thermocouple was placed on the surface of the cartridge heater for temperature control. A 1-minute ramp to 150˚C was applied on the heater. The temperature was held for 1 minute before the equipment was allowed to cool down. Both temperature of the heater's surface and the embedded thermocouples in the sample were recorded on the GraphTec data logger. A set point of 150°C was chosen to have sufficient temperature change in the sample. Yet, the set point was low enough as to not degrade the sample if the experiment had to be carried out numerous times.

The validation FE model geometry and mesh are shown in Figure 4.4 b). The model and mesh were elaborated with the same strategy as the in-plane and out-of-plane characterization FE models. Quadratic pentahedral elements were used and refined around the cartridge heater hole. The analysis was transient and included the composite coupon with the cartridge heater modeled as a stainless-steel cylinder. Temperatures experimentally measured on the heater were applied on the cylinder's extremities as a Dirichlet boundary condition. A substep interval of 10s was used for the temperatures applied on the FE model. The measured temperatures and applied temperatures can be seen on Figure 4.5. On the free faces of the sample, Neumann radiation and convection boundary condition were applied. The model simulated 250 seconds, enough to cover the heating and cooling of the coupon. Experimentally measured and predicted temperatures were compared.

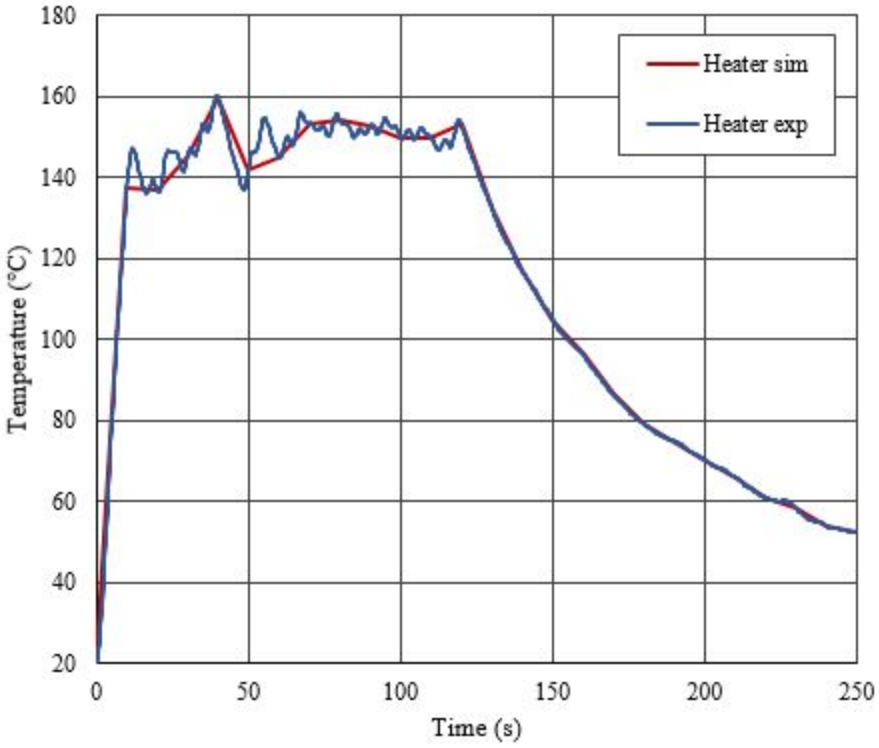

Figure 4.5 : Mesured and applied temperature for the validation experiment

4.4.3 Heat treatment and mechanical testing

In total, 20 coupons were prepared. The coupons were manufactured from an 8-harness satin prepreg fabric with a stacking of $[0/45]_{3S}$. The prepreg's resin was Solvay 5276-1 and was cured in autoclave at 177˚C as per the manufacturer's recommendation. Due to availability issues, a different prepreg system had to be used. Even though the prepreg used was different than the one

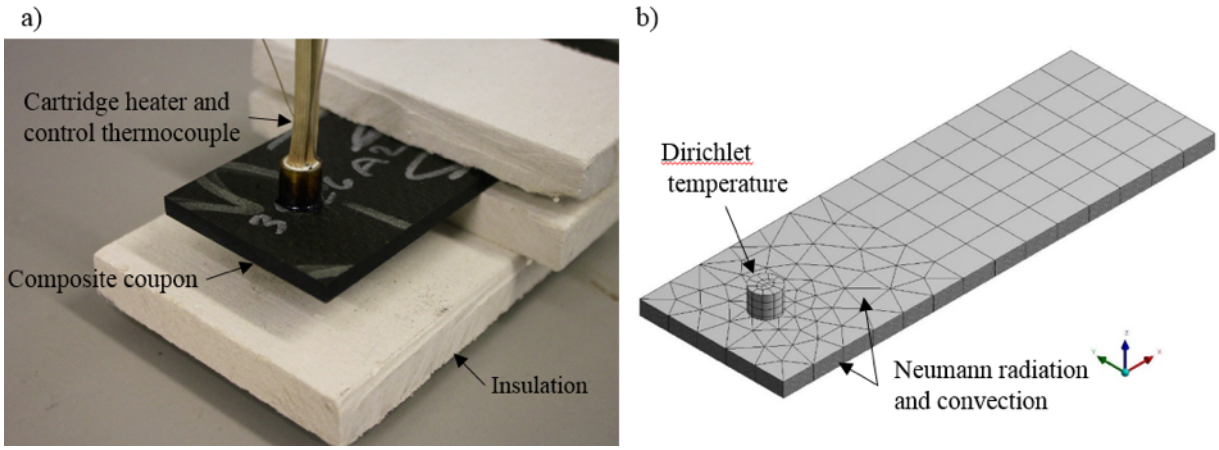

Figure 4.6 : Heat treatment of composite coupon

a) Photograph of experimental setup

b) FE geometry, mesh and boundary conditions

used for thermal conductivity characterization, both the Solvay 5276-1 and 977-2 are toughened epoxy systems used in aerospace structures. Similar high tenacity fibers with a different biaxial weaving were used in both cases. Solvay 5276-1 prepreg has a T_g of 187˚C. The coupons were 50.8 mm wide and 152.4 mm long with a thickness of 5.1 mm. A hole of 9.53 mm in diameter was drilled 19.1 mm from the extremity of the sample, on the centerline. The coupons were separated in 4 groups of 5 coupons each. One group served as baseline (BL) and was not exposed to any heat treatment. The 3 other groups were named HT250, HT350 and HT450 and were exposed to a heat treatment that consisted of a thermal cycle simulating a riveting process. The thermal cycle involved a one-minute ramp to a set temperature of 250, 350 or 450˚C. The set temperature was then held for 30 seconds. Finally, the coupons were let to cool down. The experimental setup can be seen in Figure 4.6 a). A cartridge heater was inserted in the hole of the composite coupon. A thermocouple placed on the surface of the heater allowed the control of the thermal cycle. The coupon was sandwiched between insulation plates to hold its place. Temperature on the surface of the cartridge heater was also recorded during the heat treatment on a data logger (GL-220, GraphTec)

Mechanical testing was conducted according to procedure A of the ASTM D-5961 standard for bearing response of composite laminates. For the test, a pin was inserted in the coupon hole. Due to tolerance issues between the coupon holes and the pins, the holes had to be reamed to enlarge the holes by about 30 microns after the heat treatment. A reamer 9.5504 mm (0.376”) in

diameter was operated manually at an approximate speed of 10-20 rpm. During the traction test, a displacement rate of 1 mm/min was applied on the pin. Displacement and force were recorded at a sampling rate of 10 Hz. From the results, bearing chord stiffness and initial peak bearing strength were calculated for every coupon.

4.4.4 Heat treatment modelling

To have a better idea of the temperatures reached and the exposure time during the heat treatment, a FE model of the heat treatment was elaborated according to the same procedure as the other models of this study. The model used the emissivity and thermal conductivity values characterized by the methods described in sections 2.1 and 2.2. The model's geometry and mesh can be seen in Figure 4.6 b). It was a transient analysis over 250 seconds, including the heating and the cooling of the cartridge heater. The cartridge heater was modelled as a stainless steel cylinder. The measured temperature on the heater was applied as a Dirichlet boundary condition on the cylinder's extremities, both for the heating and the cooling phases. Neumann radiation and convection boundary conditions were applied on the faces around the coupon hole. Time over the epoxy T_g at 180˚C, maximum temperature and furthest point from the hole to reach T_g were extracted from the results.

4.5 Results and discussion

4.5.1 Emissivity

Table 4-1 : Characterized emissivity of composite laminate at various temperatures

Temperature (°C)	Emissivity
23	0.945
57	0.965
75	0.965
93	0.970

The results of the infrared image analysis are presented in Table 4-1. It is to be noted that the values found with this empirical method are higher than values found for hemispherical total emissivity with a reflectometer [72]. The rough surface and the infrared image taken perpendicular to the coupon's surface may explain this difference. Across the temperature range, only a small variation in emissivity can be observed. Since there was so little variation, an average value of 0.965 was used in the subsequent FE models.

4.5.2 Thermal conductivity and validation

Table 4-2 : Characterized thermal conductivity of composite laminate in principal directions

	Direction	Conductivity (W/mK)
k_x	Parallel to chain fibers	5.9
k_z	Parallel to weft fibers	3.5
k_y	Through thickness	1.2

The inverse method presented in section 4.4.2 ran for 36.5 hours. In total, 3 intervals of 730 sets of thermal conductivities were tested for each FE model. The test interval was refined twice around the best result obtained with the previous thermal conductivity interval. Table 4-2 shows the final set of conductivity values that minimized the error function in equation 4.1 and their direction with respect to the fibers. Conductivity perpendicular to the fiber (k_y) is significantly lower than in the parallel direction (k_x and k_z). This difference shows how heat conduction is highly dependent on fiber direction in composite laminates. There is also a difference between k_x and k_z, the two conductivities parallel to the fibers. Considering the laminate was made from twill fabric,

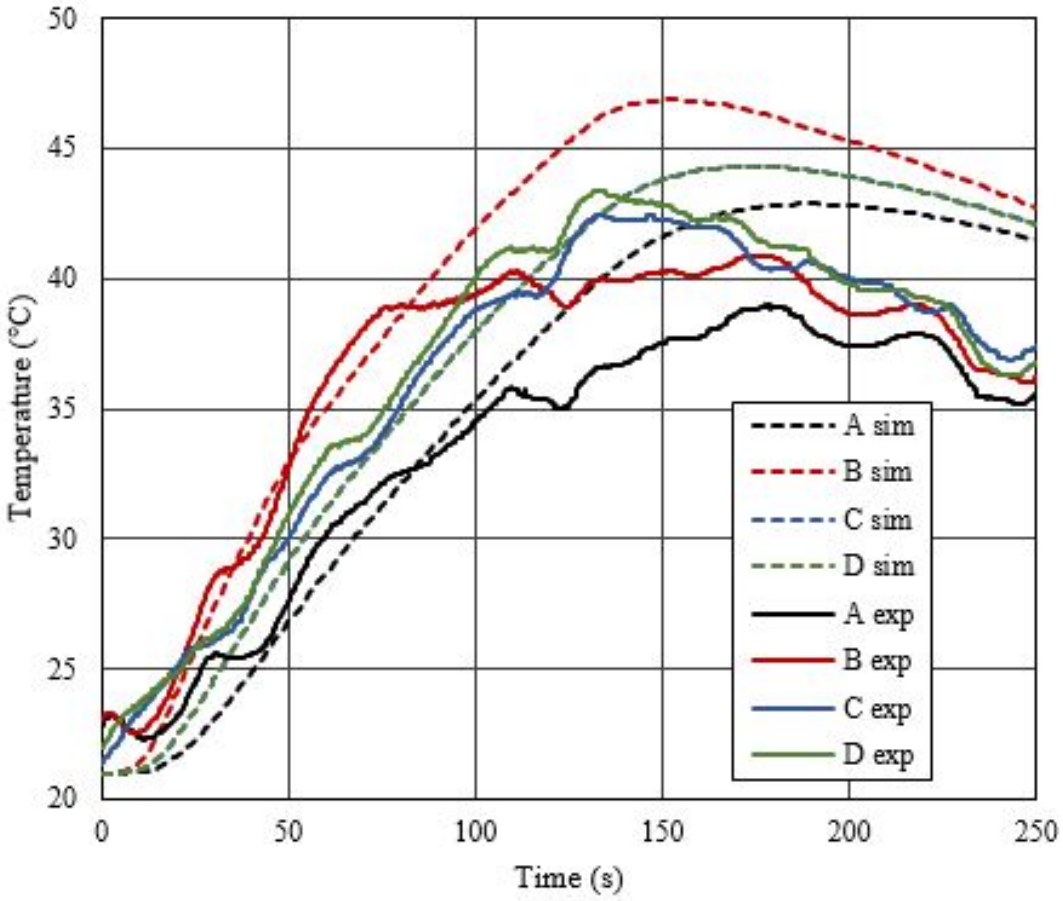

Figure 4.7 : Results of the validation FE model, showing the experimental measurements in full lines and the simulated temperatures in dashed lines

k_x and k_z should be very similar. Weft and warp fiber directions could explain a small difference, as they do in mechanical properties. However, in this case, the difference is rather high to be solely attributed to the higher tension in warp fibers. Therefore, it was decided to use the average of k_x and k_z in the validation and heat treatment FE models. Further studies of this inverse approach will try to explain this in-plane conductivity difference.

The temperatures measured by four of the embedded thermocouples during the validation experiment are compared to the corresponding predicted temperatures in the validation FE model in Figure 4.7. The heating and cooling phases can be seen with the temperature of the cartridge heater. The experimental and simulated temperatures are in relatively good agreement in the heating phase. In the cooling phase, the simulated and experimental temperatures converge towards different values. A difference of 6°C on average can be observed after 250 seconds between the experimental measurements and the FE simulation. This behavior gives confidence in the thermal

conductivity values. However, there seems to be an underestimation of the heat dissipation in the validation FE model. Heat dissipation was composed of radiation and convection losses. On one hand, with an emissivity of 0.965, close to that of an ideal black body, radiation losses can hardly be any greater or underestimated. On the other hand, the varying surface temperature during the simulation makes the evaluation of the film coefficient difficult. For the purpose of this study, the agreement between the simulated and experimental temperatures was deemed sufficient to use the thermal conductivity and emissivity values in the subsequent heat treatment FE model.

4.5.3 Mechanical testing and heat treatment FE model

Before mechanical testing, the composite coupons were heat treated to recreate the thermal cycle of the riveting process at various temperature. Figure 4.8 a) presents the thermal cycles and typical measured temperatures on the surface of the cartridge heater. Discrepancies between the set point and the measured temperature can be observed in the 60 seconds ramp and 30 seconds holding

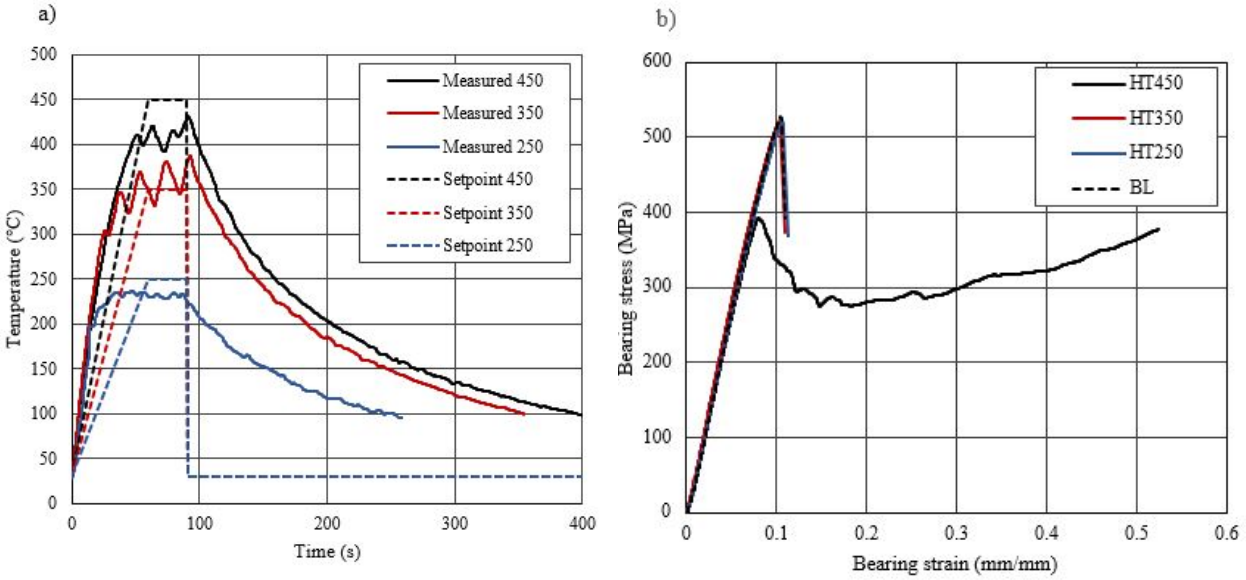

Figure 4.8 : a) Typical heat treatment temperature measurement and set points and b) typical stress-strain curves of the 4 groups for the pin-loaded test

phase. The heat treatments at 250°C and 450°C were lower than their respective set points during the holding phase. Nevertheless, heating rate was faster than the set ramp for all heat treatments. This results in a greater amount of energy flown through the coupons than anticipated. Figure 4.8 b) shows the typical stress-strain curve for each of the group. The BL coupons and the HT250 and HT350 coupons had almost identical stiffness and strength. The behavior can be assumed to be

fragile-like since the calculated bearing stress drops drastically after reaching a maximum around 510 MPa. The test was stopped since the stress drop was higher than 30% of the maximum, as recommended by the ASTM D5961 standard. On the other hand, The HT450 group displayed a different behavior, with a lower peek strength and a large deformation at the hole. The HT450 group had a smaller initial decrease in stress, lower than 30% of the maximum. In this case, the test was allowed to continue until the displacement reached half the diameter of the hole.

Five tests were conducted for each group. The compiled results are presented in Figure 4.9. The bearing chord stiffness, calculated between 2.4 and 5.0% strain, in Figure 4.9 a), shows no significant difference between the BL, HT250 and HT350 groups. The average bearing chord stiffness of the HT450 group is slightly lower than the other groups. However, its standard deviation is larger, overlapping the other groups'. From these results, the effect of the heat treatment on the bearing chord stiffness can be said to be minimal for the HT250 and HT350 groups. For the HT450 group, no definitive conclusion can be drawn without a larger sample size. The average peak bearing strength is reported in Figure 4.9 b). Once again, no significant difference is observed between the BL, HT250 and HT350 groups. However, the HT450 group had a peak bearing strength around 20% lower than the other groups.

Composite coupons were photographed before and after the mechanical testing. Figure 4.10 shows the typical appearance of the coupons around the hole for the 4 different groups. The first

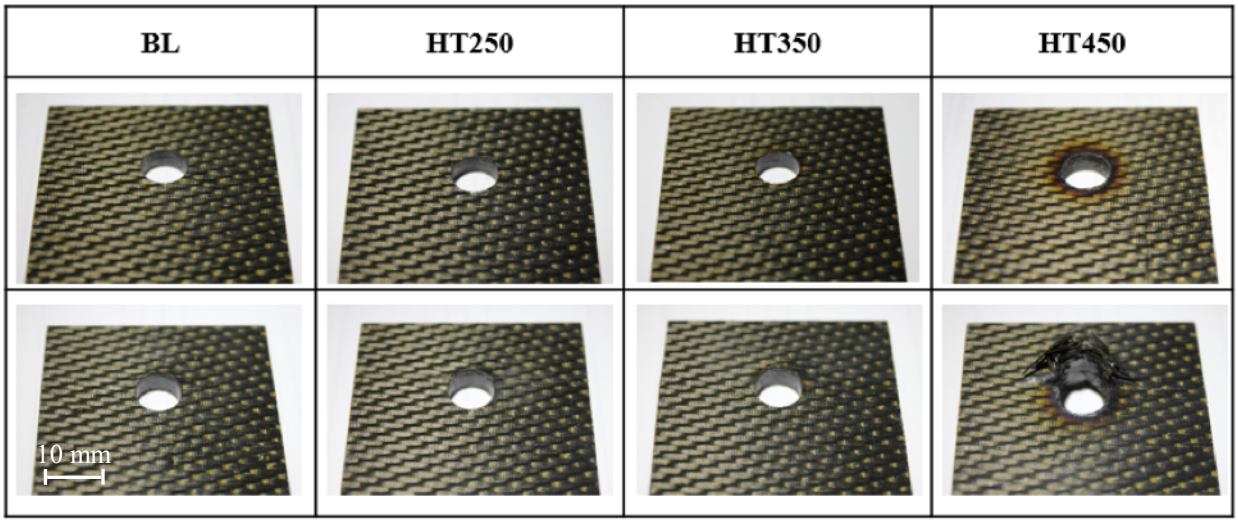

Figure 4.10 : Typical appearance of coupons before pin-loaded test (first row) and after test (second row). Heat affected zone can be seen slightly on HT350 and is obvious on HT450. Similar failure can be observed in BL, HT250 and HT350. HT450 failure behavior is different and shows large deformation around the hole.

row illustrates the coupons before mechanical testing. The coupons heat treated at 250°C show no visible degradation. A small annular degradation can be seen around the hole on the coupons heat treated at 350°C. The coupons heat treated at 450°C showed clear degradation and burnt matrix around the hole. Furthermore, smoke was observed during the heat treatment at 450°C. The second row of Figure 4.10 presents the coupons after mechanical testing. The BL, HT250 and HT350 groups exhibited similar failure behavior during the mechanical tests. Their appearance after testing are also similar, since the stress dropped rapidly and the test was stopped, the bearing damage is limited. High bearing damage is seen on the HT450 coupon after its bearing test. This damage was produced since the load application was allowed to continue after the initial stress drop below 30% of the peak. This is an indication that the composite suffer sufficient heat damage before testing to lower the bearing strength around the hole.

The heat treatment FE models gave better insight of the time and temperature exposure of the composite coupons during the heat treatment. The maximum temperature, the time above T_g of the epoxy and the furthest point to reach T_g of the epoxy are compiled in Table 4-3. The T_g of 180°C was fixed as a reference point because it is the highest temperature at which no change should occur at the molecular level in the matrix. Table 4-3 presents several results of the FE model. In the second column, the maximum temperature attained in the coupon was measured near the hole. In the third column, the time above T_g is the time interval in which any point in the coupon is above 180˚C. In the fourth column, the furthest point above T_g was measured radially from the hole's surface. The peak bearing strength was added to facilitate the comparison of results. From the results in Table 4-3, a bigger difference in all the observed parameters can be seen between the HT250 and HT350 groups. The difference was much smaller between the HT350 and HT450 groups. This may due to the measured temperatures being lower than the set points in the heat treatment of the HT250 and HT450 groups. The measured temperatures were used in the heat treatment FE models, resulting on one hand in a bigger gap between HT250 and HT350 and on the other hand in a smaller gap between HT350 and HT450. Despite this difference in gaps, the bearing properties of the coupons remained mostly unaffected by the heat treatment up to 350°C. From Table 4-3, it can be deduced that the size of the heat affected zone and the time spent above T_g were not the main factor in the loss of bearing properties. The time exposure seemed too short for thermo-oxidation, which can take place at moderate temperatures [49], [51], to occur in the matrix. Furthermore, the maximum temperature reached seemed to play a major role in the degradation of

the matrix. In a thermogravimetric analysis at 20˚C/min in air of aerospace epoxy matrix similar to our studied material, Chatterjee showed that thermolysis started to occur around 400°C, resulting in a significant mass loss [50]. Hence, during the riveting process, matrix degradation can be assumed to be driven by thermolysis at higher temperature rather than by diffusion-dependent thermo-oxidation.

Table 4-3 : Time and temperature exposure during heat treatment as calculated by the FE model

Group	Max temperature (°C)	Time above Tg (s)	Furthest point above T_g (mm)	Bearing strength (MPa)
BL	N/A	0	0	521
HT250	222.8	98.0	2.0	504
HT350	357.8	187.2	15.0	512
HT450	404.9	208.1	17.4	390

4.6 Conclusions

The thermal cycle of a thermoplastic composite riveting process for aerospace composite structures was recreated as a heat treatment on composite coupons. Emissivity and thermal conductivity of carbon fiber/epoxy laminates were characterized beforehand. Infrared image analysis was used to determine the emissivity of the composite. A bi-experiment inverse method combining FE modelling and steady-state temperature measurements on a heated coupon was used to characterize the thermal conductivity. The obtained values were corroborated by a FE model predicting the temperature of a validation experiment.

The heat treated and baseline coupons were mechanically tested with a pin-loaded procedure. Only the coupons treated at 450°C exhibited a lower bearing strength and a different failure behavior compared to the baseline group. A FE model of the heat treatment lead to the spatial and temporal distribution of temperature in the coupons. FE and mechanical testing results

revealed the matrix degradation was dominated by thermolysis, time exposure being too low for thermo-oxidation to take place. The bearing properties of coupons heat treated at 250 and 350°C remained mostly unaffected. This study showed high performance thermoplastic could be used in riveting at temperatures higher than the epoxy T_g without damaging the joined carbon fiber/epoxy structure. However, the process time must remain short and the process temperature below the thermolysis temperature of the joint polymer.

4.7 Acknowledgements

The authors would like to thank Bombardier Aerospace, Pultrusion Technique, NSERC (CRDPJ 488387-15) and PRIMA Québec (R10-009) for financing this research project.

CHAPITRE 5 DISCUSSION GÉNÉRALE

Ce chapitre est divisé en deux sections. La première couvre la méthode inverse présentée principalement au chapitre 3 ainsi que la méthode adaptée qui a été utilisée au chapitre 4. La seconde section fait un retour sur la réalisation et les résultats des essais de matage.

5.1 Méthode inverse

Il a été prouvé que la méthode utilisée pour caractériser la conductivité thermique dans le chapitre 4 peut être utilisée pour déterminer la conductivité thermique d'un stratifié. Toutefois, l'utilisation d'un algorithme d'optimisation semblable à celui présenté au chapitre 3 pour déterminer les conductivités qui minimisent la fonction d'erreur permettrait de réduire le temps total de calculs.

Le Tableau 5-1 compare le nombre d'itérations et d'évaluation de la fonction d'erreur pour différents essais présentés dans ces travaux. Le temps équivalent considère une résolution des modèles EF en 30 s, le temps de résolution moyen pour tous les modèles. On peut observer peu de différence entre la simulation 2 et l'échantillon unidirectionnel, les deux employant l'algorithme BFGS et la méthode inverse à expérience double. La méthode par force brute utilisée pour l'échantillon tissé quasi isotrope requiert toutefois beaucoup plus de temps et de ressources informatiques.

Le temps de calcul nécessaire pour évaluer tous les points de conductivités par force brute, reste grand par rapport à la précision obtenue. La prédiction des températures par le modèle EF de validation du chapitre 4 a été jugée suffisante pour les objectifs de cette étude, mais il reste tout de même une différence d'environ 6°C entre les températures mesurées et prédites par le modèle de validation malgré les ressources informatiques considérables utilisées pour déterminer les conductivités.

Tableau 5-1 : Comparaison des ressources informatiques nécessaires à la caractérisation des conductivités

Essai	Méthode	Nbre d'itérations	Nbre évaluations de la fonction d'erreur	Temps équivalent (h)
Simulation 2 (section 3.2)	BFGS	29	185	1.5
Échantillon unidirectionnel (section 3.3)	BFGS	25	129	1.1
Échantillon tissé quasi isotrope (section 4.4)	Force brute	N/A	4380	36.5

L'amélioration de la méthode inverse à expérience double décrite au chapitre 3 permettrait de réduire les ressources informatiques nécessaires à la détermination des conductivités. Des modifications aux montages expérimentaux et à la définition de la fonction d'erreur pourraient améliorer la précision de la méthode inverse, tandis que des modifications à l'algorithme d'optimisation réduiraient le temps de calcul nécessaire.

Les résultats obtenus avec la méthode inverse au chapitre 4 sont comparables à ceux présents dans la littérature scientifique pour des fibres et matrices semblables. Le tableau suivant présente les conductivités du composite obtenues au chapitre 4 en plus de quelques exemples issus de la littérature.

Tableau 5-2 : Comparaison des conductivités de composites dans la littérature

Fibre/matrice	Tissage	Conductivité dans le plan (W/mK)	Conductivité hors plan (W/mK)	Taux volumique de fibre (%)	Source
HTS/977-2	*Twill*	3.5-5.9	1.2	50.6	Ce mémoire
FAW100/JC-02A	UD	5	1	55	[73]
IM7/977-2	UD	7	0.8	60	[74]
T650/5320	8HS	2.5	0.6	45	[74]
T300/977-2	*Plain weave*	3.5	0.7	45	[74]
HTA/977-2	UD	3	0.63	-	[34]
T300/RTM6	*Twill*	3.73	-	53.3	[25]

On remarque que les valeurs obtenues dans le chapitre 4 sont un peu plus élevées que celles retrouvées dans la littérature. La différence est la plus marquée dans le cas de la conductivité hors plan du composite. Une légère différence est normale compte tenu des nombreux paramètres variant d'une source à l'autre. En effet, peu d'articles s'intéressent aux mêmes composites avec les mêmes fibres et matrices, tissage et taux volumique de fibre.

5.2 Résultats des essais mécaniques

Pour les essais réalisés au chapitre 4, les échantillons fabriqués avaient une épaisseur cible de 5 mm. Ces derniers ont été fabriqués à partir d'un même panneau utilisé pour des essais de résistance en cisaillement du rivet réalisés dans le cadre d'un autre projet. L'épaisseur du panneau était choisie pour s'assurer de la défaillance en cisaillement du rivet avant l'endommagement du panneau.

Habituellement, ce type d'essai mécanique est réalisé sur des échantillons plus minces, de l'ordre de 2 mm. Ceci permettant de limiter la force requise pour entrainer une défaillance en matage, quel que soit le diamètre de la goupille utilisée.

Les premiers essais réalisés utilisaient une goupille de 4.76 mm (3/16 po) de diamètre, correspondant au diamètre du rivet. Cependant, la goupille brisait avant la défaillance en matage de l'échantillon. Les échantillons ont donc dû être repercés à 9.53 mm (3/8 po) et soumis à nouveau au cycle thermique du rivetage. L'utilisation d'une goupille plus grosse a entrainé non seulement le reperçage des échantillons, mais aussi l'utilisation d'une cartouche chauffante du diamètre correspondant.

Les essais présentés au chapitre 4 n'utilisaient pas d'extensomètre pour mesurer le déplacement. Celui-ci était mesuré directement par la machine servohydraulique de traction. La déformation des mors est donc une source d'erreur dans le calcul des propriétés en matage. Cette source est accentuée par les efforts plus importants nécessaires pour provoquer la défaillance en matage des échantillons plus épais.

CHAPITRE 6 CONCLUSION ET RECOMMANDATIONS

Les travaux réalisés dans le cadre de ce projet ont permis d'étudier le phénomène de transfert thermique se produisant dans la structure en composite lors du rivetage. La compréhension du phénomène de transfert thermique et de son impact sur la matrice et sur les propriétés mécaniques est une étape critique dans le développement d'un nouveau procédé tel que le rivetage à chaud pour les structures aéronautiques en composites. Ce chapitre est divisé en trois sections, une pour chaque objectif, et offre un retour sur l'objectif spécifique du projet ainsi que des recommandations pour des travaux futurs.

6.1 Caractérisation des paramètres influençant le transfert thermique

Il a été démontré à l'aide d'études numériques que la procédure de la méthode inverse à expérience double pouvait caractériser les trois conductivités thermiques principales d'un matériau orthotrope. Cependant, l'application de l'algorithme à un cas réel pose à ce jour davantage de difficultés. Beaucoup de travail reste encore à accomplir avant la mise au point finale d'une méthode inverse pour la caractérisation thermique des composites nécessitant peu d'équipement spécialisé.

De plus, les résultats de l'expérience de validation présentée au chapitre 4 démontrent l'importance de certains paramètres, tel que le coefficient de convection, sur la température durant le procédé de rivetage. Un travail plus approfondi pour déterminer leur valeur de façon plus précise serait nécessaire.

6.1.1 Algorithme d'optimisation et mise en service

L'un des problèmes principaux rencontrés lors de l'application de la méthode inverse est l'impossibilité de déterminer des longueurs de pas satisfaisant les conditions fortes de Wolfe. L'algorithme se retrouvant alors bloqué dans une boucle infinie. La détermination de l'approximation des secondes dérivées de la fonction d'erreur, de la direction de recherche et des autres paramètres de chaque itération semble ne pas poser de problèmes particuliers. Il pourrait être intéressant, dans le cadre de travaux futurs, de rechercher une méthode plus stable de détermination de la longueur de pas.

Le livre *Numerical Optimization* de Nocedal et Wright [66] décrit en effet plusieurs méthodes de recherche linéaire pour la détermination de la longueur de pas. Bien que la méthode la plus appropriée pour un algorithme quasi newtonien ait été utilisée, d'autres pourraient être envisagées. Par exemple, une recherche linéaire par interpolation est décrite dans le livre de Nocedal et Wright [66].

L'utilisation d'un critère de choix moins contraignant pour les longueurs de pas, par exemple les conditions de Wolfe simples pourraient faciliter la détermination de ce paramètre.

De plus, l'utilisation d'un type d'algorithme différent, comme un algorithme d'optimisation sans gradient, n'a pas été exploré. La section 2.1.4 rapporte que ce type d'algorithme a été utilisé avec succès dans l'évaluation de propriétés physiques de matériaux et qu'il présente des performances similaires à l'algorithme BFGS employé.

6.1.2 Fonction d'erreur

La définition de la fonction d'erreur employée ici a été utilisée avec succès dans de nombreux travaux impliquant des méthodes inverses pour la détermination des conductivités thermiques [28], [31], [32], [34]–[36]. Elle permet de quantifier la différence entre les températures mesurées et simulées et est adaptable aux mesures en régime transitoire et forme une fonction quadratique avec un minimum global. Toutefois, les travaux de Mottershead et al. [75] sur les méthodes inverses pour la détermination des modes vibratoires d'une structure suggèrent des modifications à la définition de la fonction d'erreur. En effet, ils suggèrent d'inclure un terme impliquant le gradient des variables à optimiser. Ainsi, à la fois les valeurs et leurs évolutions seront minimisées, créant de ce fait une évolution naturellement convergente. Mottershead et al. rapportent que cette extension de la fonction d'erreur est très efficace pour réduire l'erreur induite par le bruit des mesures expérimentales.

6.1.3 Mesures expérimentales

Les travaux de Mottershead et al. mentionnent par ailleurs la nécessité d'avoir un nombre de mesures expérimentales supérieur au nombre de variables à optimiser. Avoir un nombre supérieur de mesures expérimentales mène à un système surdéterminé, une condition essentielle pour obtenir l'unicité de la solution.

L'ajout de thermocouples, ou d'autres mesures de la température par imagerie infrarouge par exemple, est donc un point important dans l'amélioration de la méthode inverse. Connaître le champ de température avec une plus grande précision pourrait par exemple permettre une convergence plus rapide de l'algorithme, ou d'obtenir des résultats plus précis.

Pour atteindre les objectifs du projet malgré les difficultés rencontrées, une méthode alternative de caractérisation de la conductivité thermique a été employée puis validée. Les conductivités ainsi obtenues ont permis la modélisation par EF du traitement thermique appliqué aux échantillons en composites.

6.2 Étude des phénomènes de transfert de chaleur dans les composites

La modélisation du cycle thermique du procédé de rivetage a permis d'approfondir les connaissances sur l'historique thermique subi par la structure en composite durant l'assemblage par rivetage. Les résultats, conjointement avec les résultats des essais de matage, ont démontré que la structure n'est que très peu affectée par le cycle thermique rapide jusqu'à une température de 350°C.

Au-delà de cette température, un cycle de rivetage à 450°C présente un risque de dégradation de la matrice époxy utilisée dans les pièces à joindre. Il a en effet été montré qu'un phénomène de thermolyse dégrade l'époxy et affecte les propriétés de matage de la structure.

Pour des travaux futurs, il serait intéressant d'étudier le cycle thermique exact du procédé de rivetage, en incluant l'outillage pour prendre en compte sa masse thermique. En effet, l'étude présentée ici en porte que sur le traitement thermique des échantillons, une approximation du cycle thermique.

6.3 Évaluation des propriétés du joint en composites

Dans les résultats des essais de matage, une perte de 20% de la résistance en matage a été observée dans les échantillons soumis à un cycle thermique à 450°C, les autres groupes testés ne subissant aucune baisse significative de propriétés. Ces résultats démontrent bien l'effet de la dégradation de la matrice par thermolyse sur propriétés en matage du joint en composites.

Ces résultats sont aussi encourageants pour le procédé de rivetage à haute température. Un cycle thermique à plus haute température ouvre la porte à l'utilisation d'une matrice thermoplastique haute performance pour le rivet, améliorant ainsi ses propriétés mécaniques. À terme, le procédé de rivetage à haute température a le potentiel de réduire le poids des structures aéronautiques en composite et d'augmenter l'utilisation de matériaux composites dans des structures plus variées.

6.3.1 Différents paramètres pour les essais en matage

L'étude réalisée dans le cadre des travaux présentés ici est très limitée, autant dans le type et le nombre d'essais réalisés que dans les paramètres étudiés. Seuls les effets de la température du cycle thermique ont été investigués. Pour mener à bien la conception du joint riveté, d'autres essais mécaniques seraient nécessaires.

De nombreux paramètres qui n'ont pas été étudiés influencent les propriétés en matage. La force de serrage appliqué sur le joint par le rivet, les proportions géométriques et les propriétés en fatigue sont des paramètres qui pourraient être étudiés à l'aide des mêmes montages expérimentaux présentés au chapitre 4. Les interactions possibles entre ces paramètres et l'effet de la dégradation thermique de la matrice pourraient être le sujet d'études plus approfondies.

De plus, tel que discuté au chapitre 5, pour de futures études, l'utilisation d'échantillons d'une épaisseur plus appropriée permettrait de garder la géométrie de l'échantillon plus près des dimensions actuelles du rivet.

6.3.2 Autres essais mécaniques

Il existe des tests en tension et en compression *open-hole* et *filled-hole* permettant d'étudier la concentration de contraintes autour du trou sans que les efforts passent par le trou directement, comme c'est le cas pour les essais de matage.

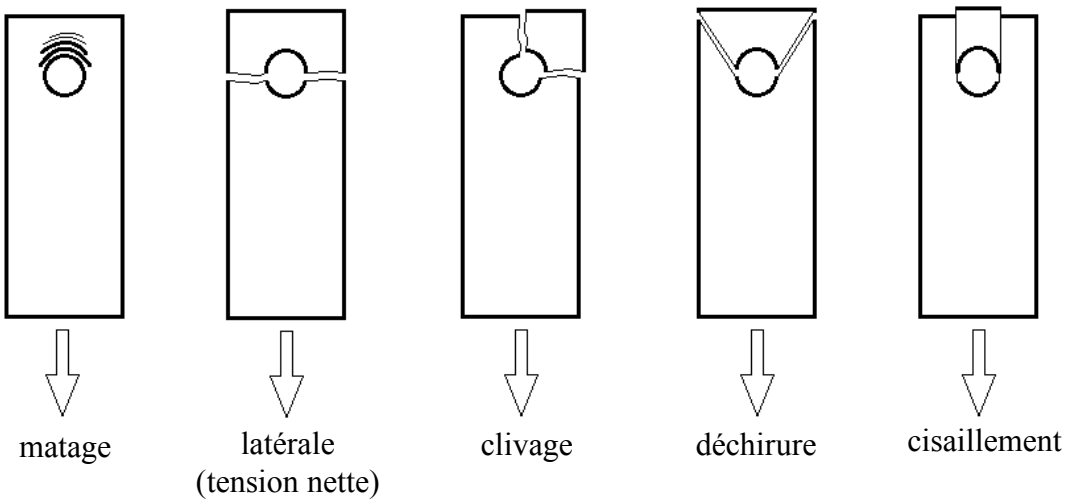

Figure 6.1 : Modes de défaillance possibles pour des essais mécanique de matage.

Adapté de la norme ASTM D5961-17

Les essais en tension sont les plus susceptibles de montrer des résultats différents de ceux observés dans la section 4.5.3. La Figure 6.1 illustre les modes de défaillance possibles pour les essais en matage. Il est important, dans le cadre de ce type d'essais, de s'assurer que le mode de défaillance est bien en matage, ce qui est le cas des essais présentés dans ce mémoire. Comme mentionné dans la section 2.3, le phénomène de défaillance en matage est une succession complexe de défaillances localisées en compression. La Figure 6.2 présente les modes de défaillance acceptés dans un essai en tension *open-hole*. Ces modes de défaillance s'apparentent au mode de tension latérale nette (*net tension*) des essais de matage. Un essai *open-hole* en tension induit donc des contraintes bien

différentes de celle que l'on retrouve dans les essais réalisés dans la présente étude, entrainant de ce fait un mode de défaillance très différent.

De plus, un matériau présentant des fissures ou des vides comme la matrice affectée thermiquement

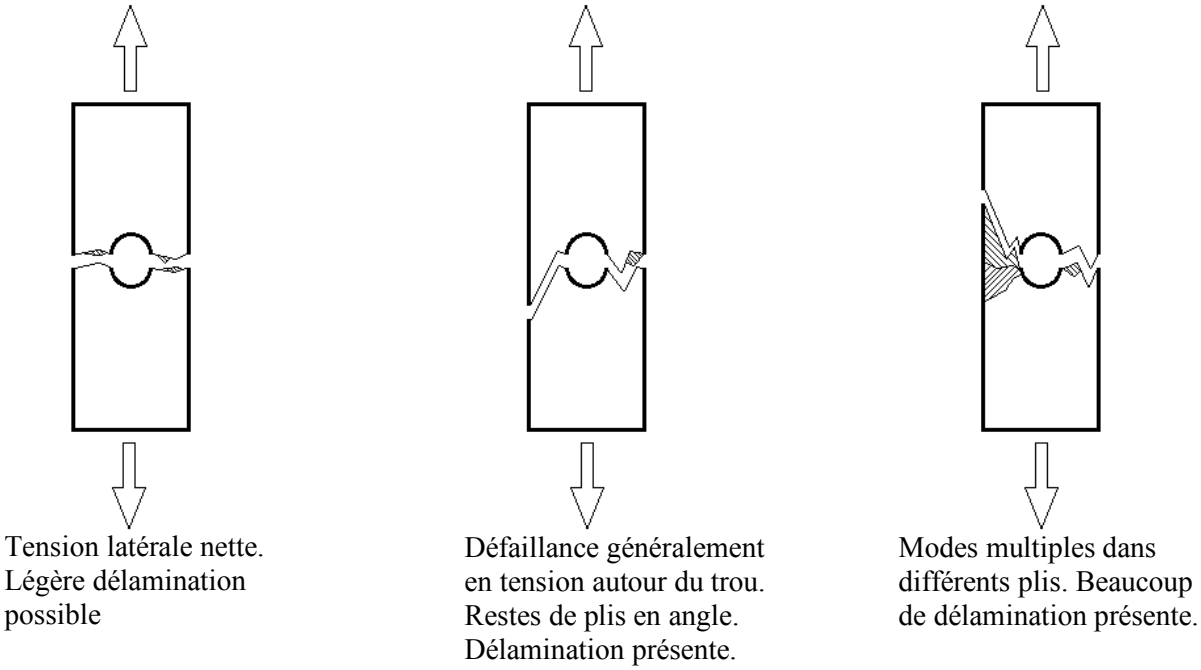

Figure 6.2 : Modes de défaillance acceptés pour des essais mécaniques *open-hole* en tension. Adapté de la norme ASTM D5766-11

est plus sensible aux contraintes en tension qui tendent à élargir ces ouvertures. La concentration des contraintes près du trou, directement dans la zone affectée thermiquement de la matrice, pourrait influencer davantage les résultats d'un essai en tension.

RÉFÉRENCES

[1] « Boeing: 787 Dreamliner ». [En ligne]. Disponible à: http://www.boeing.com/commercial/787. [Consulté le: 30-nov-2017].

[2] « C Series | Technology - Commercial aircraft - Bombardier ». [En ligne]. Disponible à: http://commercialaircraft.bombardier.com/en/cseries/Technology.html. [Consulté le: 30-nov-2017].

[3] « A350 XWB | Airbus, Commercial Aircraft », *airbus*. [En ligne]. Disponible à: http://www.airbus.com/aircraftfamilies/passengeraircraft/a350xwbfamily/. [Consulté le: 30-nov-2017].

[4] S. D. Thoppul, J. Finegan, et R. F. Gibson, « Mechanics of mechanically fastened joints in polymer–matrix composite structures – A review », *Compos. Sci. Technol.*, vol. 69, nº 3, p. 301- 329, mars 2009.

[5] K. B. Katnam, L. F. M. Da Silva, et T. M. Young, « Bonded repair of composite aircraft structures: A review of scientific challenges and opportunities », *Prog. Aerosp. Sci.*, vol. 61, nº Supplement C, p. 26- 42, août 2013.

[6] P. Trudeau, D. Hoste, L. L. Lebel, et A. Landry, « Composite Rivet Blank and Installation Thereof », US20170066182A1, 09-mars-2017.

[7] M. Mandel et L. Krüger, « Determination of pitting sensitivity of the aluminium alloy EN AW-6060-T6 in a carbon-fibre reinforced plastic/aluminium rivet joint by finite element simulation of the galvanic corrosion process », *Corros. Sci.*, vol. 73, nº Supplement C, p. 172- 180, août 2013.

[8] S. Palani, T. Hack, J. Deconinck, et H. Lohner, « Validation of predictive model for galvanic corrosion under thin electrolyte layers: An application to aluminium 2024-CFRP material combination », *Corros. Sci.*, vol. 78, nº Supplement C, p. 89- 100, janv. 2014.

[9] D. Zemin, S. Xiaoliang, L. Zhibao, et Q. Shanliang, « Lightning damage and ignition source study of carbon fiber reinforced polymers composite fuel tank of aircraft », p. 22 (6 .)-22 (6 .), janv. 2015.

[10] B. Pridham, D. Jaeger, et M. Schreiner, « Integral Lightning Strike Protection of CFC Fuel Tanks on Aircraft », SAE Technical Paper, Warrendale, PA, SAE Technical Paper 2001-01- 2912, sept. 2001.

[11] S. G. Keener et R. R. Luhm, « Development of non-metallic fastener designs for advanced technology structural applications », *SAE Trans.*, vol. 113, nº 1, p. 1431- 1438, 2004.

[12] V. Fortier et L. Laberge Lebel, « Apparatus and Methods for Installing Composite Rivets, filed on 09-Mar-2017, (application no. US62/469,211) ».

[13] P. K. Mallick, *Fiber-reinforced composites: materials, manufacturing, and design*. CRC Press, 2008.

[14] Jan Taler et Piotr Duda, « Fourier Law », dans *Solving Direct and Inverse Heat Conduction Problems*, Springer, Berlin, Heidelberg, 2006, p. 3- 6.

[15] Jan Taler et Piotr Duda, « Mass and Energy Balance Equations », dans *Solving Direct and Inverse Heat Conduction Problems*, Springer, Berlin, Heidelberg, 2006, p. 7- 27.

[16] N. P. Avdelidis et A. Moropoulou, « Emissivity considerations in building thermography », *Energy Build.*, vol. 35, nº 7, p. 663- 667, août 2003.

[17] R. P. Madding, « Emissivity measurement and temperature correction accuracy considerations », présenté à Thermosense XXI, 1999, vol. 3700, p. 393- 402.

[18] K. Pietrak et T. S. Wisniewski, « A review of models for effective thermal conductivity of composite materials - ProQuest », *J. Power Technol.*, vol. 95, nº 1, p. 14- 24, 2015.

[19] D. P. H. Hasselman et L. F. Johnson, « Effective Thermal Conductivity of Composites with Interfacial Thermal Barrier Resistance », *J. Compos. Mater.*, vol. 21, nº 6, p. 508- 515, juin 1987.

[20] L. S. Han et A. A. Cosner, « Effective Thermal Conductivities of Fibrous Composites », *J. Heat Transf.*, vol. 103, nº 2, p. 387- 392, mai 1981.

[21] J. Stránskỳ, J. Vorel, J. Zeman, et M. Šejnoha, « Mori-Tanaka based estimates of effective thermal conductivity of various engineering materials », *Micromachines*, vol. 2, nº 2, p. 129–149, 2011.

[22] M. A. E. C. Rodrigo P. A. Rocha, « Computation of the Effective Conductivity of Unidirectional Fibrous Composites with an Interfacial Thermal Resistance », *Numer. Heat Transf. Part Appl.*, vol. 39, nº 2, p. 179- 203, février 2001.

[23] I. Özdemir, W. a. M. Brekelmans, et M. G. D. Geers, « Computational homogenization for heat conduction in heterogeneous solids », *Int. J. Numer. Methods Eng.*, vol. 73, nº 2, p. 185- 204, janv. 2008.

[24] S. R. Mirmira et L. S. Fletcher, « Comparison of Effective Thermal Conductivity and Contact Conductance of Fibrous Composites », *J. Thermophys. Heat Transf.*, vol. 13, nº 2, p. 272- 276, 1999.

[25] M. Villière, D. Lecointe, V. Sobotka, N. Boyard, et D. Delaunay, « Experimental determination and modeling of thermal conductivity tensor of carbon/epoxy composite », *Compos. Part Appl. Sci. Manuf.*, vol. 46, p. 60- 68, mars 2013.

[26] A. M. Bever, B. L. Levy-Wendt, V. del Rosario, J. A. Pentz, Y.-L. Han, et F. J. Shih, « In-Plane Thermal Conductivities of CFRP Composites Interleaved With Dissimilar Conductive Media », dans *ASME 2014 International Mechanical Engineering Congress and Exposition*, 2014, p. V014T11A047–V014T11A047.

[27] C.-H. Huang et Y. Jan-Yuan, « An inverse problem in simultaneously measuring temperature-dependent thermal conductivity and heat capacity », *Int. J. Heat Mass Transf.*, vol. 38, nº 18, p. 3433- 3441, décembre 1995.

[28] T. Telejko et Z. Malinowski, « Application of an inverse solution to the thermal conductivity identification using the finite element method », *J. Mater. Process. Technol.*, vol. 146, nº 2, p. 145- 155, février 2004.

[29] E. García, I. Amaya, et R. Correa, « Estimation of thermal properties of a solid sample during a microwave heating process », *Appl. Therm. Eng.*, vol. 129, nº Supplement C, p. 587- 595, janv. 2018.

[30] G. Didier, K. Mustapha, M. A. AlMaadeed, et I. Krupa, « A new experimental device and inverse method to characterize thermal properties of composite phase change materials », *Compos. Struct.*, vol. 133, p. 1149-1159, décembre 2015.

[31] M. Lachheb, M. Karkri, F. Albouchi, F. Mzali, et S. B. Nasrallah, « Thermophysical properties estimation of paraffin/graphite composite phase change material using an inverse method », *Energy Convers. Manag.*, vol. 82, p. 229-237, juin 2014.

[32] B. Assaf, H. Menge, V. Sobotka, et F. Trochu, « Development of a Characterization Mold to Measure the Transverse Thermal Conductivity of a Composite Material by Inverse Analysis », *J. Reinf. Plast. Compos.*, juin 2005.

[33] K. S. Reddy et S. Somasundharam, « An Inverse Method for Simultaneous Estimation of Thermal Properties of Orthotropic Materials using Gaussian Process Regression », *J. Phys. Conf. Ser.*, vol. 745, nº 3, p. 032090, 2016.

[34] V. Plana, P. Reulet, et P. Millan, « Experimental Characterization of the Thermophysical Properties of Composite Materials by an Inverse Heat Conduction Method », *J. Compos. Mater.*, vol. 40, nº 14, sept. 2005.

[35] S. K. Kim, B. Sung Jung, H. June Kim, et W. Il Lee, « Inverse estimation of thermophysical properties for anisotropic composite », *Exp. Therm. Fluid Sci.*, vol. 27, nº 6, p. 697-704, juillet 2003.

[36] A. Saad, A. Echchelh, M. Hattabi, et M. E. Ganaoui, « The identification of effective thermal conductivity for fibrous reinforcement composite by inverse method », *J. Reinf. Plast. Compos.*, vol. 33, nº 23, oct. 2014.

[37] B. Rahmani, F. Mortazavi, I. Villemure, et M. Levesque, « A new approach to inverse identification of mechanical properties of composite materials: Regularized model updating », *Compos. Struct.*, vol. 105, p. 116-125, nov. 2013.

[38] D. Szeliga, J. Gawąd, et M. Pietrzyk, « Parameters identification of material models based on the inverse analysis », *Int. J. Appl. Math. Comput. Sci.*, vol. 14, nº 4, p. 549-556, 2004.

[39] A. R. Conn, K. Scheinberg, et L. N. Vicente, *Introduction to Derivative-free Optimization*. SIAM, 2009.

[40] S. G. Advani et E. M. Sozer, *Process Modeling in Composites Manufacturing, Second Edition*. CRC Press, 2010.

[41] Y. Bai, T. Vallée, et T. Keller, « Modeling of thermal responses for FRP composites under elevated and high temperatures », *Compos. Sci. Technol.*, vol. 68, nº 1, p. 47-56, janv. 2008.

[42] S. M. Grove, « Thermal modelling of tape laying with continuous carbon fibre-reinforced thermoplastic », *Composites*, vol. 19, nº 5, p. 367-375, sept. 1988.

[43] W. Yingjun, Z. Zixiong, S. Minqing, et Z. Sirong, « Finite element modeling of carbon fiber reinforced polymer pressure vessel », dans *2010 International Conference on Educational and Network Technology*, 2010, p. 259-262.

[44] V. A. Phadnis, A. Roy, et V. V. Silberschmidt, « Finite element analysis of drilling in carbon fiber reinforced polymer composites », *J. Phys. Conf. Ser.*, vol. 382, nº 1, p. 012014, 2012.

[45] C. Santiuste, J. Díaz-Álvarez, X Soldani, et H. Miguélez, « Modelling thermal effects in machining of carbon fiber reinforced polymer composites », *J. Reinf. Plast. Compos.*, vol. 33, nº 8, p. 758-766, avr. 2014.

[46] A. P. Mouritz et A. G. Gibson, « Thermal Decomposition of Composites in Fire », dans *Fire Properties of Polymer Composite Materials*, Springer, Dordrecht, 2006, p. 19-58.

[47] T. Gates, « The physical and chemical ageing of polymeric composites », dans *Ageing of Composites*, R. Martin, Éd. Elsevier, 2008.

[48] H. McManus, « Stress and damage in polymer matrix composite materials due to material degradation at high temperatures », dans *35th Structures, Structural Dynamics, and Materials Conference*, American Institute of Aeronautics and Astronautics.

[49] B. J. Anderson, « Thermal stability and lifetime estimates of a high temperature epoxy by Tg reduction », *Polym. Degrad. Stab.*, vol. 98, nº 11, p. 2375-2382, nov. 2013.

[50] A. Chatterjee, « Thermal degradation analysis of thermoset resins », *J. Appl. Polym. Sci.*, vol. 114, nº 3, p. 1417-1425, nov. 2009.

[51] M. Zhang, B. Sun, et B. Gu, « Accelerated thermal ageing of epoxy resin and 3-D carbon fiber/epoxy braided composites », *Compos. Part Appl. Sci. Manuf.*, vol. 85, p. 163-171, juin 2016.

[52] D. Flore, K. Wegener, D. Seel, C. C. Oetting, et T. Bublat, « Investigation of chemical ageing and its effect on static and fatigue strength of continuous fibre reinforced plastics », *Compos. Part Appl. Sci. Manuf.*, vol. 90, nº Supplement C, p. 359-370, nov. 2016.

[53] S. Gonzalez, J. Dominguez, et F. Lasagni, « On the effect of thermal ageing in CFRP mechanical properties », présenté à ECCM16, Seville, Spain, 2014.

[54] M. Serror, X. Colin, et J.-F. Larché, « Vieillissement thermique d'un jonc composite carbone/époxy. Analyse de l'endommagement et ses conséquences sur les propriétés mécaniques », *Rev. Compos. Matér. Avancés*, vol. 23, nº 1, p. 51-67, avr. 2013.

[55] Y. Xiao et T. Ishikawa, « Bearing strength and failure behavior of bolted composite joints (part I: Experimental investigation) », *Compos. Sci. Technol.*, vol. 65, nº 7, p. 1022-1031, juin 2005.

[56] F. Sen, M. Pakdil, O. Sayman, et S. Benli, « Experimental failure analysis of mechanically fastened joints with clearance in composite laminates under preload », *Mater. Des.*, vol. 29, nº 6, p. 1159-1169, janv. 2008.

[57] A. A. Pisano et P. Fuschi, « Mechanically fastened joints in composite laminates: Evaluation of load bearing capacity », *Compos. Part B Eng.*, vol. 42, nº 4, p. 949-961, juin 2011.

[58] Á. Olmedo et C. Santiuste, « On the prediction of bolted single-lap composite joints », *Compos. Struct.*, vol. 94, nº 6, p. 2110-2117, mai 2012.

[59] W.-H. Chen, S.-S. Lee, et J.-T. Yeh, « Three-dimensional contact stress analysis of a composite laminate with bolted joint », *Compos. Struct.*, vol. 30, nº 3, p. 287-297, janv. 1995.

[60] C. T. McCarthy, M. A. McCarthy, et V. P. Lawlor, « Progressive damage analysis of multi-bolt composite joints with variable bolt–hole clearances », *Compos. Part B Eng.*, vol. 36, nº 4, p. 290-305, juin 2005.

[61] B. Vieille, J. Aucher, et L. Taleb, « Woven ply thermoplastic laminates under severe conditions: Notched laminates and bolted joints », *Compos. Part B Eng.*, vol. 42, nº 3, p. 341-349, avr. 2011.

[62] W. Johnson *et al.*, « Bolt Bearing Behavior of Highly Loaded Polymer Matrix Composite Joints at Elevated Temperatures With and Without Clamp-Up », *J. Compos. Technol. Res.*, vol. 22, nº 1, p. 33, 2000.

[63] B. Parida, R. Prakash, P. Mangalgiri, et K. Vijayaraju, « Influence of Environmental and Geometric Parameters on the Behavior of Fastener Joints in Advanced Composites », dans *Composite Materials: Fatigue and Fracture (Sixth Volume)*, E. Armanios, Éd. 100 Barr Harbor Drive, PO Box C700, West Conshohocken, PA 19428-2959: ASTM International, 1997, p. 432-451.

[64] H.-S. Chen, « The static and fatigue strength of bolted joints in composites with hygrothermal cycling », *Compos. Struct.*, vol. 52, nº 3, p. 295-306, mai 2001.

[65] L. Pouliot Laforte et L. Laberge Lebel, « Study of bi-experiment inverse method for thermal characterization of fiber-reinforced composites », dans *Proceedings of the Third International Symposium on Automated Composites Manufacturing*, Montreal, Canada, 2017.

[66] J. Nocedal et S. Wright, *Numerical Optimization*. Springer New York, 2006.

[67] T. L. Bergman, A. S. Lavine, F. P. Incopera, et D. P. Dewitt, *Fundamentals of heat and mass transfer*, 7e éd. Hoboken, NJ: Wiley, 2011.

[68] C. Soutis, « Carbon fiber reinforced plastics in aircraft construction », *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 412, nº 1, p. 171-176, déc. 2005.

[69] S. R. Mirmira, M. C. Jackson, et L. S. Fletcher, « Effective Thermal Conductivity and Thermal Contact Conductance of Graphite Fiber Composites », *J. Thermophys. Heat Transf.*, vol. 15, nº 1, p. 18-26, janv. 2001.

[70] A. Azran, P. Y. Lapusta, B. Laine, et J. Di Tomaso, « Characterization of the longitudinal and transverse thermal conductivities of carbon/epoxy composite material », dans *15th European Conference on Composite Materials: Composites at Venice, ECCM 2012, June 24, 2012 - June 28, 2012*, 2012, p. Alenia Aermacchi; DIAB; et al.; Instron; MTS; Netzsch.

[71] B. Vieille, J. Aucher, et L. Taleb, « Comparative study on the behavior of woven-ply reinforced thermoplastic or thermosetting laminates under severe environmental conditions », *Mater. Des.*, vol. 35, nº Supplement C, p. 707-719, mars 2012.

[72] S. Gomez-Vasquez, A. L. Brown, J. A. Hubbard, C. J. Ramirez, et A. B. Dodd, « Carbon Fiber Composite Characterization in Adverse Thermal Environments. », Sandia National Laboratories, SAND2011-2833, mai 2011.

[73] K. Dong, B. Gu, et B. Sun, « Comparisons of thermal conductive behaviors of epoxy resin in unidirectional composite materials », *J. Therm. Anal. Calorim.*, vol. 124, nº 2, p. 775-789, déc. 2015.

[74] R. Joven, R. Das, A. Ahmed, P. Roozbehjavan, et B. Minaie, « Thermal properties of carbon fiber-epoxy composites with different fabric weaves », *SAMPE Charlest. SC*, 2012.

[75] J. E. Mottershead, M. Link, et M. I. Friswell, « The sensitivity method in finite element model updating: A tutorial », *Mech. Syst. Signal Process.*, vol. 25, nº 7, p. 2275-2296, oct. 2011.

ANNEXE A – CODE PYTHON

```
#================================================

# TITLE:BFGS_Algorithm_BFGS_orthotropic_transv.py

# WRITTEN BY: Laurent Pouliot Laforte

# CREATED ON: nov-04-2016

# LAST MODIF: jul-2017

# DESCRIPTION: Doit etre lancer a partir du fichier Excel:

#              ExcelInverseTest_3parameter.xlsm

#              Programme Python pour l'automatisation du stade A

#              de la methode inverse. Applique un algorithme BFGS

#              pour minimiser la difference entre les valeurs

#              experimentales dans Excel et les resultats d'un

#              modele d'elements finis dans ANSYS Workbench.

#              Sauvegarde les parametres de chaque iteration

#              dans un logfile.

#================================================


#Importations IronPython pour preparer Excel interop

import clr

clr.AddReference("Microsoft.Office.Interop.Excel")

import Microsoft.Office.Interop.Excel as Excel

from System.Runtime.InteropServices import Marshal

ex = Marshal.GetActiveObject("Excel.Application")

ex.Visible = True
```

```
wb = ex.ActiveWorkbook
ws = wb.ActiveSheet

#Importation librairies pour boites de messages et messages d'erreur
import ctypes
def MsgBox(title, text):
        ctypes.windll.user32.MessageBoxW(0, text, title, 0)

#Importation repertoire et heure a partir du systeme
from System.IO import Directory, Path
from System import DateTime

#================================================
#FONCTIONS USAGER POUR CALCUL MATRICIEL

#addition de matrices (M+N=matrix)
def matrixADD(A,B):
        Z = []
        for i in range(len(A)):
                row = []
                for j in range(len(A[i])):
                        row.append(A[i][j]+B[i][j])
                Z.append(row)
        return Z
```

```
#produit scalaire pour vecteurs (V*W=scalar)
def vectDOTPROD(A,B):
    return sum(i*j for i,j in zip(A,B))

#multiplication de matrices (M*N=matrix)
def matrixMULT(A,B):
    Z = []
    row = []
    value = 0
    for i in range(len(A)):
        for j in range(len(B[0])):
            for k in range(len(B)):
                value += A[i][k] * B[k][j]
            row.append(value)
            value = 0
        Z.append(row)
        row = []
    return Z

#multiplication de matrice par scalaire (C*M=matrix)
def matrixcstPROD(M,C):
    N = []
    for i in range(len(M)):
```

```
            row = []
            for j in range(len(M[i])):
                row.append(C*M[i][j])
            N.append(row)
        return N

#multiplication de vecteur par scalaire (C*V=vector)
def vectorcstPROD(V,C):
        N = []
        for i in range(len(V)):
            N.append(C*V[i])
        return N

#addition de vecteurs (V+W=vector)
def vectADD(A,B):
        Z = []
        for i in range(len(A)):
            Z.append(A[i]+B[i])
        return Z

#multiplication de matrice par vecteur (M*V=vector)
def matrixvectPROD(M,V):
        N = []
        for i in range(len(M)):
```

```
                N.append(vectDOTPROD(M[i],V))
        return N


#norme vecteur (|V|=scalar)
def vectNORM(V):
        return (sum(i*j for i,j in zip(V,V)))**0.5


#multiplication de vecteur transpose par vecteur (V*W'=matrix)
def vectMATPROD(V, W):
    M = []
    row=[]
    for i in range(len(V)):
        for j in range(len(W)):
            row.append(V[i]*W[j])
        M.append(row)
        row=[]
    return M


#=============================================
#PREPARATION LOGFILE ET EXCEL


#ouverture logfile
logFile = open("inverse_orthotropic_transv.log","w")
```

```
#entete du logfile
projDir = GetProjectDirectory()
Directory.SetCurrentDirectory(projDir)
logFile.write("==================================================\n")
logFile.write("Inverse Method Log File\n")
logFile.write("==================================================\n")
logFile.write("Start time: " + DateTime.Now.ToString("yyyy-MM-dd hh:mm:ss") + "\n")
logFile.write("Proj Dir: %s\n\n" % projDir)

#prise des valeurs dans cellules d'input d'Excel
#les cellules d'input sont nommees PROBE_EXP dans Excel
ProbeExp = []
row = []
for index1 in range(1,6):
        for index2 in range(1,2):
                row.append(ws.Range["PROBE_EXP"](index2, index1).Value2)
        ProbeExp.append(row)
        row = []
K_i = []
K_i.append(ws.Range["K_0"](1,1).Value2)
#K_i.append(ws.Range["K_0"](2,1).Value2)   #K2 est constant pour stade A
K_i.append(ws.Range["K_0"](3,1).Value2)
Conv_Tol = ws.Range["Conv_Tol"](1,1).Value2
```

```
#dans Excel: sauvegarder ou pas?
saveit = ws.Range["Save_Project"](1,1).Value2


#prise des objets parametres dans ANSYS
#les numeros des parametres P10, P11... sont tres importants
KParam = []
KParam.append(Parameters.GetParameter(Name="P10"))
KParam.append(Parameters.GetParameter(Name="P11"))
KParam.append(Parameters.GetParameter(Name="P12"))
ProbeParam = []
row2 = []
for index3 in range(14,19):
	paramnum = index3
	for index4 in range(1,2):
		Name="P" + paramnum.ToString()
		row2.append(Parameters.GetParameter(Name=Name))
		paramnum += 5
	ProbeParam.append(row2)
	row2 = []


#=============================================
#FONCTIONS USAGER POUR MODELE ANSYS ET RECHERCHE LINEAIRE
USER-DEFINED FCT FOR ANSYS MODEL AND LINE SEARCH ALGORITHM
```

```
h = 0.00001   #increment pour le calcul des gradients


#evaluation fonction d'erreur
def ErrorFct(ProbeParam, ProbeExp=ProbeExp):
	ErrFct = 0
	for index1 in range(len(ProbeParam)):
		for index2 in range(len(ProbeParam[index1])):
			ErrFct += (ProbeParam[index1][index2].Value.Value - ProbeExp[index1][index2])**2
	return ErrFct


#evaluation modele EF et fonction d'erreur
def ANSYSModelErrorFct(K, ProbeExp=ProbeExp, ProbeParam=ProbeParam, KParam=KParam, logFile=logFile):
	from System import DateTime
	KParam[0].Expression = K[0].ToString()
	KParam[1].Expression = K[1].ToString()
	KParam[2].Expression = K[1].ToString()
	logFile.write("Update Workbench model, start time: " + DateTime.Now.ToString("MM-dd hh:mm:ss") + "\n")
	Update()
	logFile.write("                end time: " + DateTime.Now.ToString("MM-dd hh:mm:ss") + "\n")
	logFile.write("                Value of K: " + K[0].ToString() + "    " + K[1].ToString() + "  " + K[1].ToString() + "\n")
```

```
    ErrFct = ErrorFct(ProbeParam)
    logFile.write("                Error function: " + ErrFct.ToString() + "\n\n")
    return ErrFct


#evaluation modele EF et gradient fonction d'erreur
def ANSYSModelErrorFctDerivative(K, F, h=h, ProbeExp=ProbeExp, ProbeParam=ProbeParam,
KParam=KParam, logFile=logFile):
    DErrFct = []
    Ka = [K[0] + h, K[1], K[1]]
    Kb = [K[0], K[1] + h, K[1]]
    #Kc = [K[0], K[1], K[2] + h]
    ErrFct_0 = ANSYSModelErrorFct(Ka)
    DErrFct.append((ErrFct_0 - F) / h)
    ErrFct_1 = ANSYSModelErrorFct(Kb)
    DErrFct.append((ErrFct_1 - F) / h)
    #ErrFct_2 = ANSYSModelErrorFct(Kc)
    #DErrFct.append((ErrFct_2 - F) / h)   #2 composantes au gradient seulement puisque K2
est constant
    logFile.write("            Error function derivative: " + DErrFct[0].ToString() + "    " +
DErrFct[1].ToString() + "\n\n")
    return DErrFct


#fonction recherche lineaire


#constantes pour conditions de Wolfe
```

```
C1 = 10**-4

C2 = 0.9

#intervalle permis pour StepLen(longueur de pas)

A_0 = 0.0

A_max = 10.0

# StepLen initial

A = 1.0


def LineSearchZoom(A_lo, A_hi, X, Dir, F, dF, ProbeExp=ProbeExp, ProbeParam=ProbeParam,
KParam=KParam, logFile=logFile, C1=C1, C2=C2, h=h):
   counterA = 0
   StepLen = 0.00001
   while counterA < 10:
      A_j = (A_hi-A_lo) / 4
      logFile.write("                    Value of A :" + A_j.ToString() + "\n\n")
      F_aj = ANSYSModelErrorFct(vectADD(X, vectorcstPROD(Dir, A_j)))
      F_alo = ANSYSModelErrorFct(vectADD(X, vectorcstPROD(Dir, A_lo)))
      if (F_aj > F + C1*A_j*vectDOTPROD(Dir, dF)) or (F_aj >= F_alo):
        A_hi = A_j
      else:
         dF_aj = ANSYSModelErrorFctDerivative(vectADD(X, vectorcstPROD(Dir, A_j)), F_aj)
         if abs(vectDOTPROD(Dir, dF_aj)) <= C2*abs(vectDOTPROD(Dir, dF)):
            StepLen = A_j
            break
```

```
        elif vectDOTPROD(Dir, dF_aj)*(A_hi-A_lo) >= 0:
            A_hi = A_lo
        A_lo = A_j
      counterA = counterA + 1
   else:
                MsgBox("WARNING", "Counter reached maximum value of 10 in LineSearchZoom function. StepLen has default value of 0.00001")
                F_aj = ANSYSModelErrorFct(vectADD(X, vectorcstPROD(Dir, StepLen)))
                dF_aj = ANSYSModelErrorFctDerivative(vectADD(X, vectorcstPROD(Dir, StepLen)), F_aj)
   return StepLen, F_aj, dF_aj


def LineSearch(X, Dir, F, dF, ProbeExp=ProbeExp, ProbeParam=ProbeParam, KParam=KParam, logFile=logFile, C1=C1, C2=C2, A_0=A_0, A_max=A_max, A=A, h=h):
   StepLen = 0.00001
   counterB = 1
   F_a_1 = F
   A_1 = A_0
   while A < A_max:
      logFile.write("                Value of A: " + A.ToString() + "\n\n")
      F_a = ANSYSModelErrorFct(vectADD(X, vectorcstPROD(Dir, A)))
      if F_a > F + C1*A*vectDOTPROD(Dir, dF) or (F_a >= F_a_1 and counterB > 1):
         StepLen, F_aj, dF_aj = LineSearchZoom(A_1, A, X, Dir, F, dF)
         break
      dF_a = ANSYSModelErrorFctDerivative(vectADD(X, vectorcstPROD(Dir, A)), F_a)
```

```
        if abs(vectDOTPROD(Dir, dF_a)) <= C2*abs(vectDOTPROD(Dir, dF)):
                        StepLen = A
                        F_aj = F_a
                        dF_aj = dF_a
                        break
        if vectDOTPROD(Dir, dF_a) >= 0:
            StepLen, F_aj, dF_aj = LineSearchZoom(A, A_1, X, Dir, F, dF)
            break
        counterB = counterB + 1
        A_1 = A
        A = 2 * A
        F_a_1 = F_a
    else:
                MsgBox('WARNING', 'LineSearch function could not find a satisfaying value for StepLen. StepLen has default value of 0.00001')
                F_aj = ANSYSModelErrorFct(vectADD(X, vectorcstPROD(Dir, StepLen)))
                dF_aj = ANSYSModelErrorFctDerivative(vectADD(X, vectorcstPROD(Dir, StepLen)), F_aj)
    return StepLen, F_aj, dF_aj


#==============================================

#DEBUT OPTIMISATION BFGS


#assignation "Calculating..." aux cellules output
```

```
ws.Range["K_INV"](1,1).Value2 = "Calculating..."

ws.Range["K_INV"](2,1).Value2 = "Calculating..."

ws.Range["K_INV"](3,1).Value2 = "Calculating..."


i = 0


#mise a jour ANSYS avec valeurs initiales K0 et evaluation fonction d'erreur

logFile.write("\n----------Initial values of K, error function and its derivative----------" + "\n")

ErrFct_i = ANSYSModelErrorFct(K_i)


#mise a jour ANSYS pour gradient fonction d'erreur

DErrFct_i = ANSYSModelErrorFctDerivative(K_i, ErrFct_i)

logFile.write("\nValue of K: " + K_i[0].ToString() + "    " + K_i[1].ToString() + "    " + K_i[1].ToString() + "\n")

logFile.write("Error function: " + ErrFct_i.ToString() + "\n")

logFile.write("Error function derivative: " + DErrFct_i[0].ToString() + "        " + DErrFct_i[1].ToString() + "\n")


#approximation initial de H (1 ou matrice identite)

H = [[1.0,0.0],[0.0,1.0]]

I = [[1.0,0.0],[0.0,1.0]]


while vectNORM(DErrFct_i) > Conv_Tol and i<20:

        logFile.write("\n----------Iteration " + (i+1).ToString() + "----------\n")
```

```
#calculer SearchDir(direction de recherche)
SearchDir = vectorcstPROD(matrixvectPROD(H, DErrFct_i), -1)

#calculer StepLen, prochains K et evaluation fonction d'erreur et son gradient
StepLen, ErrFct_j, DErrFct_j = LineSearch(K_i, SearchDir, ErrFct_i, DErrFct_i)
K_j = vectADD(K_i, vectorcstPROD(SearchDir, StepLen))

#sauvegarde des parametres importants dans logfile
logFile.write("\nValue of K: " + K_j[0].ToString() + "    " + K_j[1].ToString() + "    " + K_j[1].ToString() + "\n")
logFile.write("Error function: " + ErrFct_j.ToString() + "\n")
logFile.write("Error function derivative: " + DErrFct_j[0].ToString() + "      " + DErrFct_j[1].ToString() + "\n")
logFile.write("Search Direction: " + SearchDir[0].ToString() + "          " + SearchDir[1].ToString() + "\n")
logFile.write("Step Length: " + StepLen.ToString() + "\n\n")

#parametres pour prochaine approximation de H
s_i = vectADD(K_j, vectorcstPROD(K_i, -1.0))
y_i = vectADD(DErrFct_j, vectorcstPROD(DErrFct_i, -1.0))
q_i = 1.0 / (vectDOTPROD(y_i, s_i))

if i == 0:
        H =  matrixcstPROD(I, vectDOTPROD(y_i, s_i) / (vectDOTPROD(y_i, y_i)))
```

```
        #calcul prochaine approximation de H
        #           AA                  BB          CC
        #H = (1 - q_i*s_i*y_i) * H * (1 - q_i*y_i*s_i) + q_i*s_i*s_i
        AA = matrixcstPROD(vectMATPROD(s_i, y_i), q_i)
        BB = matrixcstPROD(vectMATPROD(y_i, s_i), q_i)
        CC = matrixcstPROD(vectMATPROD(s_i, s_i), q_i)
        H = matrixADD(matrixMULT(matrixMULT(matrixADD(I, matrixcstPROD(AA, -1.0)),
H), matrixADD(I, matrixcstPROD(BB, -1.0))), CC)


        #assignation des valeurs pour prochaine iteration
        ErrFct_i = ErrFct_j
        DErrFct_i = DErrFct_j
        K_i = K_j
        i = i + 1
else:
        if i==0:
                K_j = K_i
        if i>=20:
                MsgBox("Warning!", "Optimzation algorithm reached maximum iterations of 20.
Final value of output variable is not optimal")


#=============================================

#SAUVEGARDE, ASSIGNATION VALEURS RESULTANTES DANS EXCEL ET
FERMETURE LOGFILE
```

```
#assignation valeurs resultantes de ANSYS aux cellules output de Excel
ws.Range["K_INV"](1,1).Value2 = K_j[0].ToString()
ws.Range["K_INV"](2,1).Value2 = K_j[1].ToString()
ws.Range["K_INV"](3,1).Value2 = K_j[1].ToString()
for index5 in range(5):
        for index6 in range(1):
                ws.Range["PROBE_INV"](index6+1, index5+1).Value2 = ProbeParam[index5][index6].Value.Value


#sauvegarde du projet ANSYS, si requis
if saveit == "Yes":
   logFile.write("Project saved\n")
   Save()
else:
   logFile.write("Project *not* saved\n")

#fermeture logfile
logFile.write("=============================================\n")
logFile.write("End time: " + DateTime.Now.ToString('yyyy-MM-dd hh:mm:ss') + "\n\n")
logFile.close()

#=============================================
#FIN
```