

THESE DE DOCTORAT DE

L'UNIVERSITE DE NANTES
COMUE UNIVERSITE BRETAGNE LOIRE

ECOLE DOCTORALE N° 602
Sciences pour l'Ingénieur
Spécialité : *Thermique*

Par

Violaine LE LOUËT

Etude du comportement thermique de bandes composites pré-imprégnées au cours du procédé de fabrication AFP avec chauffage laser

Thèse présentée et soutenue à Nantes, le 9 avril 2018

Unité de recherche : *IRT Jules Verne de Nantes*

Laboratoire de Thermique et Energie de Nantes (UMR 6607)

Rapporteurs avant la soutenance :

Fabrice Schmidt
Martin Raynaud

Professeur, IMT Albi – Carmaux
Professeur, Thalès Alenia

Composition du Jury :

Président :

Jean – Christophe Batsale

Professeur, ENSAM Bordeaux

Agnès Delmas
Nicolas Boyard
Xavier Tardif

Maitre de conférences, INSA Lyon
Chargé de recherche CNRS, HdR
Docteur, IRT Jules Verne

Directeur de thèse :

Steven Le Corre

Professeur, Université de Nantes

Invité(s)

Didier Delaunay

Directeur de recherche CNRS, Université de Nantes

Remerciements

Ces premières lignes qui ouvrent le manuscrit sont aussi celles qui closent cette aventure de longue haleine. Les personnes qui, par leur soutien et leur contribution, ont permis à ce travail d'aboutir sont nombreuses, et j'espère n'en oublier aucune dans les quelques lignes qui suivront.

Tout d'abord, je souhaite exprimer ma gratitude aux membres du jury pour avoir accepté d'évaluer ces travaux. En particulier, je remercie Messieurs Martin Raynaud et Fabrice Schmidt pour la pertinence de leurs commentaires dans l'examen de ces travaux en tant que rapporteurs du manuscrit. Je remercie également Monsieur Jean-Christophe Batsale de m'avoir fait l'honneur de présider le jury de soutenance, ainsi que Madame Agnès Delmas d'avoir accepté d'y prendre part. Je les remercie pour l'intérêt porté à ce travail ainsi qu'aux remarques judicieuses et aux différentes questions qui m'ont permis de porter plus loin la réflexion sur le travail réalisé.

Ensuite, je remercie chaleureusement Steven Le Corre d'avoir dirigé cette thèse en y insufflant son énergie. Merci d'avoir toujours gardé un intérêt vif dans les différentes problématiques abordées (malgré l'absence, a priori, de mécanique), mais aussi d'avoir été su être bienveillant lorsque nécessaire. Un grand merci également à Nicolas Boyard et Xavier Tardif qui ont co - encadré ces travaux. Tout au long de ces trois années (et demi), vous avez apporté avec dynamisme, tour à tour vos connaissances scientifiques et mais aussi votre soutien et votre aide. A vous trois, ce fut un réel plaisir de travailler avec vous.

Je remercie également Didier Delaunay sans qui ce projet, et plus généralement la chaire COMPETH, n'aurait pas vu le jour. En plus d'avoir éclairé ce travail de son expertise scientifique et technique, je souhaite lui exprimer ma gratitude pour son soutien et ses encouragements tout au long de ces travaux.

J'adresse également mes sincères remerciements à l'ensemble de l'IRT Jules Verne, et en particulier Philippe Le Bot pour m'avoir donné l'opportunité d'intégrer ce projet et soutenue dans ce projet de thèse.

Je souhaite également remercier Benoit Rousseau, pour son implication et son aide dans l'étude des transferts radiatifs.

La majeure partie de ce travail ayant été effectuée entre les murs du bâtiment Isitem, mes pensées vont à l'ensemble de mes collègues du LTeN. Je remercie Cathy Castelain, sa directrice, pour son énergie et son soutien. Je remercie également Brigitte, Christine et Michèle-Anne pour leur aide et leur patience face aux dédales administratifs. Un grand merci à toute l'équipe du SEF, et notamment Nicolas et Gwen, ainsi qu'à Julien d'avoir permis à ma superbe usine à gaz de voir le jour. Je tiens particulièrement aussi à remercier Nathalie, pour son aide informatique bien-sûr, et surtout pour sa bienveillance et ses mots réconfortants.

J'adresse également mes sincères amitiés à l'ensemble des chercheurs, post-doctorants et doctorants que j'ai côtoyés au cours de ces trois années. Merci à Arthur avec qui j'ai eu la chance de partager une épopée chinoise. Merci aux anciens doctorants, Baptiste, Simon, Maël, Ugo, Cyril, Jalal, Donia, Taleb, pour, pêle-mêle, leur accueil à l'époque, leur aide, leurs conseils et leurs étranges blagues sur les contons-tiges. Je n'oublie pas mes anciens colocataires de bureau, Romain, puis Eliane. A cette dernière ainsi qu'à tous les doctorants actuels, Baptiste, Juliana, Mariam, Arthur, Loïc, Atim, Ketaki, Afeef, Jeremy, j'adresse mes sincères encouragements pour mener à bien leur projet.

Enfin bien-sûr, je remercie Maxime, Philippe et Vincent, ainsi que mes nouveaux collègues de Capacités, de m'accorder leur confiance pour la suite. C'est une immense joie d'avoir intégré votre équipe et de me lancer dans une nouvelle aventure professionnelle.

Mes pensées vont ensuite à mes amis et compères de Brest, de Nantes et ceux dispersés en France, avec qui j'ai partagé de formidables moments au cours de ces dernières années. Bien-sûr, je tiens particulièrement à remercier mes légendaires partenaires de crime, Orlane et Christopher. Merci d'être encore et toujours là, depuis toutes ces années, dans les très bons moments, comme dans les pires tribulations. Enfin, merci infiniment à Quentin, pour son précieux soutien, en particulier durant l'épique dernière ligne droite.

Pour terminer, je remercie profondément ma famille, mes parents Serge et Isabelle, ainsi que ma sœur Flore. Merci aussi à Clément et Louise, Gaspard et Auguste. Merci à vous tous d'être des soutiens infailibles et de formidables empêcheurs de tourner en rond.

Violaine.

Tables des matières

Introduction générale 1

Chapitre 1 : Etude bibliographique : Le procédé de placement de bandes composites thermoplastiques AFP

1. Les matériaux composites dans l'industrie aéronautique.....7

 1.1 Le drapage de pré-imprégnés à matrice thermodurcissable.....8

 1.2 Limitation des matrices thermodurcissables.....9

 1.3 Le potentiel des matrices thermoplastiques pour le procédé AFP.....10

 1.4 Verrous technologiques.....11

2. Procédé de placement de fibres pour matrice TP.....12

 2.1 Le chauffage.....13

 2.1.1 Enjeux de l'étape.....13

 2.1.2 Modélisation de la cinétique de fusion.....14

 2.1.3 Modélisation des cinétiques de dégradation14

 2.2 L'adhésion : contact intime et cicatrisation.....16

 2.2.1 Phénomènes physiques.....16

 2.2.2 Modélisation du contact intime16

 2.2.3 Modélisation de la cicatrisation de l'interface.....18

 2.3 La consolidation.....21

 2.3.1 Enjeux de l'étape.....21

 2.3.2 Modélisation de la cristallisation.....21

 2.3.3 Taux de porosité.....22

 2.3.4 Contraintes résiduelles.....23

 2.4 Synthèse – Qualité de la pièce finale.....23

3. Etude thermique du procédé.....25

 3.1 Dimension et hypothèses.....26

 3.2 Modélisation des conditions aux limites.....28

 3.2.1 Traitement de la source de chauffage.....28

3.2.2 Conditions d'interface.....	40
3.2.3 Validation des modèles avec des mesures expérimentales.....	44
<u>4. Conclusion partielle et positionnement du projet.....</u>	<u>46</u>
<u>Références bibliographiques.....</u>	<u>48</u>

Chapitre 2 : Modélisation thermique du procédé

1. <u>Introduction.....</u>	<u>61</u>
2. <u>Le matériau composite APC2.....</u>	<u>61</u>
2.1 Propriétés thermiques du composite.....	62
2.1.1 Conductivité thermique.....	62
2.1.2 Capacité thermique.....	63
2.1.3 Masse volumique.....	65
<u>3. Modèle thermique préliminaire.....</u>	<u>65</u>
3.1 Modèle simplifié.....	65
3.1.1 Géométrie du modèle.....	65
3.1.2 Modèle thermique.....	67
3.1.3 Conditions aux limites.....	69
3.1.4 Surface éclairée.....	71
3.2 Maillage.....	74
3.3 Résultats.....	75
3.3.1 Convergence en maillage.....	76
3.3.2 Etat transitoire.....	77
3.3.3 Etat stationnaire.....	78
3.3.4 Etude paramétrique.....	79
3.3.5 Fenêtre de procédé.....	89
<u>4. Conclusion partielle et positionnement du projet.....</u>	<u>91</u>
<u>Références bibliographiques.....</u>	<u>93</u>

Chapitre 3 : Caractérisation des propriétés radiatives

1. <u>Contexte de l'étude</u>	97
2. <u>Définitions des propriétés radiatives</u>	98
2.1 Emission de flux thermique par une surface.....	98
2.1.1 Notion de rayonnement thermique.....	98
2.1.2 Luminance d'une surface quelconque.....	98
2.1.3 Rayonnement d'un corps noir.....	99
2.1.4 Rayonnement des corps usuels.....	100
2.2 Interaction d'une surface avec le rayonnement extérieur.....	101
2.2.1 Cas du corps noir.....	101
2.2.2 Cas du matériau composite.....	102
2.2.3 Cas d'un matériau non-opaque.....	104
3. <u>Caractérisation des propriétés radiatives d'un composite carbone / PEEK</u>	104
3.1 Article.....	105
3.2 Analyse des résultats de l'étude.....	114
3.3 Emissivité du matériau composite.....	116
4. <u>Conclusion partielle</u>	117
<u>Références bibliographiques</u>	119

Chapitre 4 : Dispositif de caractérisation thermique d'un pli composite

1. Introduction.....	123
2. Présentation du dispositif.....	124
2.1 Principe de la mesure.....	124
2.2 Présentation générale.....	125
2.3 Pilotage et chaîne d'acquisition.....	128
2.3.1 Diode laser.....	129
2.3.2 Les thermocouples.....	129
2.3.3 Environnement Labview.....	129
2.3.4 La caméra thermique.....	130
2.3.5 Capteur de déplacement.....	130

2.3.6 Synthèse de la chaîne.....	132
3. <u>Caractérisation des outils de métrologie.....</u>	<u>132</u>
3.1 Mesure du flux thermique.....	132
3.1.1 Présentation de l’algorithme séquentiel de Beck.....	133
3.1.2 Temps réponse des thermocouples.....	137
3.1.3 Filtrage fréquentiel.....	141
3.2 Mesure de la température de surface.....	141
3.2.1 Principe de la thermographie infrarouge.....	141
3.2.2 Paramètres d’acquisition.....	142
3.3 Régulation thermique du bâti.....	146
4. <u>Caractérisation de la source laser.....</u>	<u>147</u>
4.1 Etalonnage en amplitude du flux du laser.....	148
4.2 Caractérisation de la zone irradiée.....	149
4.2.1 Divergence du faisceau.....	149
4.2.2 Paramètres de la fonction top-hat.....	149
4.2.3 Modélisation de la distribution surfacique angulaire.....	149
5. <u>Validation des performances : répétabilité et dispersion.....</u>	<u>152</u>
5.1 Température de surface.....	153
5.2 Mesure du déplacement relatif.....	156
5.3 Flux thermique transmis.....	157
6. <u>Conclusion partielle.....</u>	<u>161</u>
<u>Références bibliographiques.....</u>	<u>163</u>

Chapitre 5 : Exploitation du banc de caractérisation thermique

1. <u>Introduction.....</u>	<u>167</u>
2. <u>Analyse numérique préliminaire.....</u>	<u>167</u>
2.1 Modèle thermique unidimensionnel préliminaire.....	167
2.1.1 Equation.....	167
2.1.2 Masse volumique.....	169
2.1.3 Capacité thermique.....	169

2.1.4	Conductivité thermique.....	169
2.1.5	Diffusivité thermique transverse.....	170
2.1.6	Condition à la limite en surface.....	170
2.1.7	Condition à la limite à l'interface pli / bâti.....	171
2.1.8	Condition à la limite du bâti.....	172
2.2	Synthèse des paramètres du modèle.....	172
2.3	Etude paramétrique et de sensibilité.....	173
2.3.1	Cas de référence.....	173
2.3.2	Température de face avant.....	174
2.3.3	Flux transmis en face arrière.....	178
3.	<u>Analyse des données expérimentales.....</u>	<u>178</u>
3.1	Analyse micrographiques.....	179
3.2	Mesure de température en face avant.....	179
3.2.1	Dispersion de la température sur la zone éclairée.....	181
3.2.2	Variabilité sur plusieurs échantillons.....	184
3.2.3	Analyse des températures moyennes.....	187
3.3	Mesure de flux thermique en face arrière.....	189
3.4	Comparaison au modèle thermique préliminaire.....	191
3.4.1	Analyse de l'étape de chauffage et début de refroidissement $[0 - \tau_0]$	191
3.4.2	Analyse du refroidissement en face avant $[\tau_0 - 1000 \text{ ms}]$	193
3.4.3	Comparaison sur l'intervalle temporel entier.....	194
4.	<u>Modélisation de la source de chauffage.....</u>	<u>195</u>
4.1	Mécanismes d'absorption en surface.....	196
4.2	Modélisation de la zone d'absorption.....	197
4.2.1	Présentation du modèle.....	197
4.2.2	Etude de sensibilité.....	199
4.2.3	Modèle simplifié à un paramètre.....	200
4.2.4	Résultats.....	201
5.	<u>Modélisation des transferts thermiques à l'interface pli / bâti.....</u>	<u>203</u>
5.1	Mécanismes de transfert thermique en face arrière du pli.....	203
5.2	Modélisation des transferts thermiques.....	204
5.2.1	Présentation du modèle.....	206
5.2.2	Etude de sensibilité.....	207
5.2.3	Identification des propriétés thermiques de la zone perturbée.....	210

6. <u>Conclusion partielle</u>	210
<u>Références bibliographiques</u>	212
<u>Conclusions générales et perspectives</u>	213
<i>Annexe A</i> : Calcul du point limite de la zone d'ombre.....	221
<i>Annexe B</i> : Fonctionnement de la caméra thermique	223
<i>Annexe C</i> : Calcul du coefficient d'échange convectif	225
<i>Annexe D</i> : Configuration n°2 du banc de caractérisation	227

Introduction générale

La majeure partie des matériaux composites employés dans l'industrie aéronautique aujourd'hui est composée de fibres de carbone imprégnées de matrice thermodurcissable. Pour concevoir des pièces de grande dimensions, complexes, et soumises à des sollicitations mécaniques extrêmes, la technologie de dépose de bandes automatisée est particulièrement adaptée. Dans ce procédé, les pièces sont réalisées par dépose successive de plis pré-imprégnés en fibres et en matrice. En plus de permettre un contrôle amont de la teneur de chaque constituant, l'orientation des plis peut être modifiée en cours de fabrication afin de répondre à des besoins spécifiques en termes de propriétés mécaniques de l'empilement final. Un des enjeux principaux de la mise en forme est de parvenir à solidifier la matrice du stratifié et ainsi permettre le soudage des plis entre eux par la réticulation du polymère. Or, cette réaction est lente, et à l'heure actuelle, une étape coûteuse de post-consolidation en autoclave est nécessaire pour achever entièrement la polymérisation.

L'adaptation de cette technologie aux composites à matrice thermoplastique est une voie prometteuse dans le domaine des procédés dits *out-of-autoclave*. Dans ce cas, la surface du substrat et du pli déposé sont chauffés au cours de la dépose, afin d'amener la matrice du pli au-dessus de son point de fusion. Dans cette étape, les diodes laser infrarouge, plus efficaces d'un point de vue énergétique, ont progressivement remplacé les traditionnelles torches à gaz. A l'aide d'un rouleau de compaction, les surfaces des plis sont ensuite amenées en contact, puis pressées pour permettre la diffusion de la matrice polymère de part et d'autre de l'interface. Ensuite, la pression du rouleau est relâchée, laissant alors l'interface refroidir et consolider avant un nouveau passage de la tête de dépose. Le défi de la consolidation *in situ* est de trouver la fenêtre de procédé permettant la fabrication de stratifiés aux performances mécaniques répondant aux critères aéronautiques, et ce, en une seule étape. Cela suggère alors de contrôler l'avancement de l'ensemble des phénomènes physiques à l'origine du développement des propriétés mécaniques au sein de l'empilement.

Les nombreuses études ayant traité ce sujet ont mis en avant la difficulté de répondre à la fois aux exigences de productivité, en imposant une vitesse de dépose rapide, tout en maintenant le polymère à l'interface suffisamment longtemps au-dessus de son point de fusion pour qu'une adhésion des plis puisse se produire. Cependant, l'apport de chaleur en grande quantité en amont n'est pas une solution viable pour rester plus longtemps à l'état fondu, les polymères thermoplastiques présentant généralement des seuils de dégradation peu éloignés de leur point de fusion. Par ailleurs, si le polymère employé est semi-cristallin, le suivi du refroidissement est également un enjeu majeur. En effet, la croissance de parties cristallines est souvent possible malgré les conditions de refroidissement extrême (plus de 1000 K/s). Le relâchement de la pression du rouleau peut également amener à l'apparition de contraintes résiduelles ou au gonflement des porosités internes. Au final, la prédiction de la qualité de la pièce finale impose d'optimiser à la fois l'apport d'énergie au cours de la dépose mais aussi de la distribution de température dans les différentes zones considérées. La

compréhension et la maîtrise de l'histoire thermique au sein de laminé au cours de la mise en forme est alors indispensable, et fait l'objet de ses travaux de thèse.

Ce travail a été mené dans le cadre de la chaire de recherche COMPETH de l'IRT Jules Verne, portée par le Laboratoire de Thermique et Energie de Nantes, avec des partenaires industriels (Airbus Group, Airbus Group Innovation, Daher, Solvay) dont la démarche est d'apporter une meilleure compréhension des transferts thermiques lors de la mise en forme de matériaux composites en général. Les thématiques traitées dans ce projet portent à la fois sur les aspects de transformation de la matière (cinétiques de cristallisation, retraits dimensionnels) que l'étude et le suivi des transferts thermiques dans les autoclaves, et au cours de la mise en forme par placement de bandes.

Les mesures de température directement sur le procédé sont délicates et, de ce fait, l'étude des transferts thermiques est généralement abordée par des méthodes numériques. La modélisation thermique à l'échelle du procédé est alors divisée en trois étapes (le chauffage sous le laser, la mise en contact avec le rouleau, et la zone exposée à l'air libre) avec, pour chacune, des conditions à la limite spécifiques.

Dans la zone de chauffage, l'établissement du bilan de l'interaction entre le laser et le matériau est primordial pour estimer avec précision les élévations de température en surface, puis au point de contact entre deux plis. Le calcul des transferts radiatifs requiert l'emploi de méthodes de calculs adaptées intégrant les propriétés optiques du pli composite. Cependant, l'étude des propriétés radiatives du matériau ont été jusqu'alors peu étudiées dans la littérature. En particulier, l'évolution du comportement en réflexion de la surface du matériau, nécessaire pour effectuer ce bilan, doit être quantifiée. Une fois absorbé, le flux laser participe au chauffage du pli en surface par conduction thermique. Du fait de la nature hétérogène du pli, il convient de s'interroger sur la distribution réelle du flux en surface et sur la nature surfacique ou volumique de la source de chauffage.

Par ailleurs, le pli déposé est en contact avec le rouleau en face « arrière », puis avec un autre pli, en face « avant », lors de la mise en contact. La fine épaisseur des bandes pré-imprégnées, ainsi que la rugosité possible de leur surface, pousse à s'interroger sur la nature des transferts thermiques à ces différentes interfaces. Le suivi de l'évolution des résistances thermiques de contact entre les plis au cours de la dépose, pouvant être responsables de discontinuités dans les champs de températures, et donc in fine d'une possible mauvaise adhésion, présente un intérêt certain. Néanmoins, l'obtention et l'analyse de ces données constitue des verrous techniques en soi et nécessite la mise en place d'outils et de méthodologies spécifiques adaptées et performantes.

Bien que la nécessité de prendre en compte des conditions aux limites représentatives ait été soulignée par de nombreux auteurs, la complexité de leur caractérisation et le manque de données disponibles dans la littérature amènent à d'importantes simplifications dans les modèles thermiques du procédé.

Ainsi, ces travaux proposent d'étudier les transferts thermiques en se plaçant à l'échelle d'un pli unique, et sont présentés dans ce manuscrit s'articulant autour de cinq chapitres.

Le **premier chapitre** consiste en une étude bibliographique du procédé de dépose de bandes composites thermoplastiques. L'ensemble des phénomènes physiques, évoqués précédemment de manière succincte, seront ici détaillés, ainsi que leur modélisation. Puis les différentes études thermiques du procédé proposées dans la littérature seront analysées autant sur le volet de la modélisation que de l'étude expérimentale.

Les notions présentées seront ensuite illustrées dans le **deuxième chapitre** à l'aide d'une étude thermique 2D du procédé AFP. A l'aide d'un logiciel élément finis, les ordres de grandeur et l'influence des paramètres du procédé sur les champs de température seront mis en avant. Le but de ce modèle sera également de souligner l'étroitesse de la fenêtre de procédé possible. Il s'agira aussi de montrer la nécessité d'alimenter les modèles thermiques avec des conditions à la limite réalistes dans la zone de chauffage et aux différentes interfaces.

La **troisième partie** du manuscrit portera sur l'étude des propriétés radiatives d'un matériau composite carbone / PEEK par spectroscopie infrarouge. En particulier, son comportement en réflexion sera analysé en fonction de la longueur d'onde du faisceau incident, de son angle d'incidence et de l'orientation des fibres. De plus, à l'aide d'un système chauffant dimensionné pour correspondre à la gamme de température du procédé AFP, l'évolution de réflectivité spéculaire normale du matériau sera déterminée entre 20 et 450°C.

La suite du travail portera sur le développement d'un dispositif de caractérisation expérimentale des transferts thermiques à l'échelle d'un pli composite lors d'un chauffage par une diode laser infrarouge.

Le banc et sa métrologie spécifique, permettant d'effectuer des mesures de température et de flux transmis sur des temps courts, seront présentés dans le **quatrième chapitre**. L'ensemble des outils de mesure, leur caractérisation et leur étalonnage seront détaillés. Les essais de répétabilité de mesure sur un échantillon composite permettront de valider les performances du système.

Le **cinquième chapitre** présentera finalement l'étude thermique réalisée sur deux plis composites provenant de deux fournisseurs différents. A l'aide d'un modèle thermique simple, on cherchera à identifier l'origine de la divergence des réponses thermiques entre les deux plis chauffés dans des conditions identiques. Au final, le modèle thermique initial sera enrichi pour prendre en compte de l'effet moyen de la microstructure du pli sur son comportement thermique.

Enfin, ce manuscrit se terminera avec les conclusions générales sur les travaux effectués, ainsi que sur les perspectives d'études complémentaires à poursuivre, à court et long termes.

Chapitre 1

Etude bibliographique : le procédé de placement de bandes composites thermoplastiques AFP

1.	Les matériaux composites dans l'industrie aéronautique	7
1.1	Le drapage de pré-imprégnés à matrice thermodurcissable.....	8
1.2	Limitation des matrices thermodurcissables.....	9
1.3	Le potentiel des matrices thermoplastiques pour le procédé AFP.....	10
1.4	Verrous technologiques.....	11
2.	Procédé de placement de fibres pour matrice TP.....	12
2.1	Le chauffage	13
2.1.1	Enjeux de l'étape	13
2.1.2	Modélisation de la cinétique de fusion.....	14
2.1.3	Modélisation des cinétiques de dégradation.....	14
2.2	L'adhésion : contact intime et cicatrisation.....	16
2.2.1	Phénomènes physiques.....	16
2.2.2	Modélisation du contact intime	16
2.2.3	Modélisation de la cicatrisation de l'interface.....	18
2.3	La consolidation	21
2.3.1	Enjeux de l'étape	21
2.3.2	Modélisation de la cristallisation.....	21
2.3.3	Taux de porosité	22
2.3.4	Contraintes résiduelles.....	23

2.4	Synthèse - Qualité de la pièce finale	23
3.	Etude thermique du procédé	25
3.1	Dimension et hypothèses	26
3.2	Modélisation des conditions aux limites.....	28
3.2.1	Traitement de la source de chauffage	28
3.2.2	Conditions d'interface	40
3.2.3	Validation des modèles avec des mesures expérimentales.....	44
4.	Conclusion partielle et positionnement du projet	46
	Références bibliographiques	48

1. Les matériaux composites dans l'industrie aéronautique

Face à la diminution des énergies fossiles et à l'augmentation des prix des carburants, les constructeurs d'avions se doivent de proposer aux compagnies aériennes des nouveaux modèles moins consommateurs en kérosène. Une partie de la solution réside dans l'allègement des structures, tout en veillant à conserver voire améliorer les propriétés mécaniques. Pour cela, on peut modifier le design, afin de réduire, par exemple, les assemblages (rivets, soudures,...) sources de masse additionnelle, ou bien adapter les matériaux. Ainsi, depuis une trentaine d'année, les matériaux composites ont peu à peu remplacé les alliages métalliques dans les avions, et dépassent aujourd'hui 40 % en masse de la structure dans le Boeing 787 et 53% de l'Airbus A350 (Figure 1.1 a).

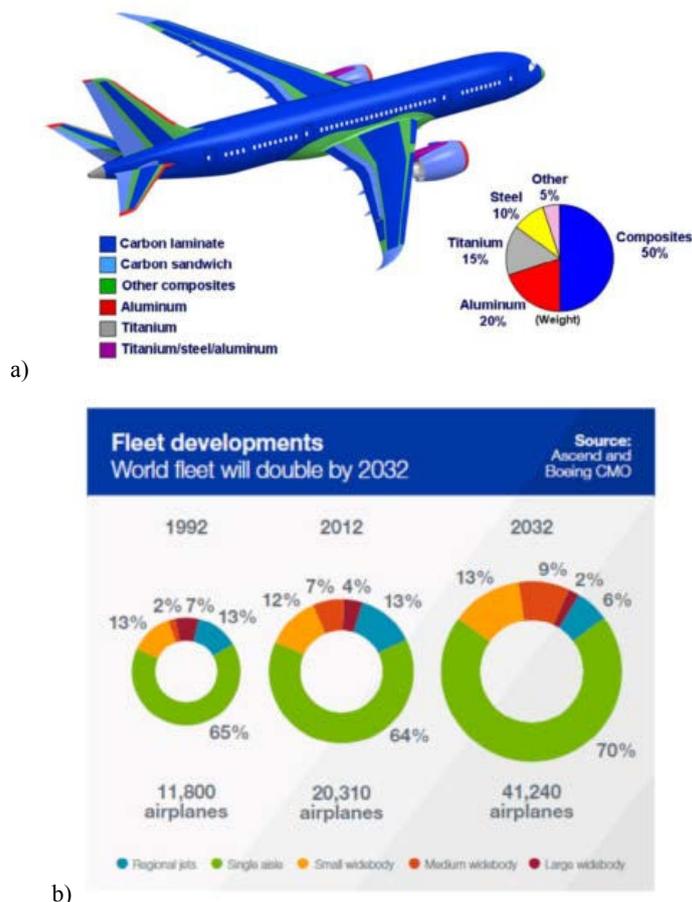


Figure 1.1 : a) Proportion de matériaux composites dans la structure du Boeing 747 ; b) Prévision du nombre d'avions en service en 2032 et de leur pourcentage de composite dans leur structure. Source : Boeing.com.

Ceux majoritairement utilisés dans les parties structurales de l'avion comme l'empennage, ou les ailes sont constitués de matrices thermodurcissables (TD) de type époxyde, renforcées par des fibres de carbone (*Carbon*

Fiber Reinforced Plastic ou CRFP). Une rapide comparaison entre les propriétés mécaniques de ce type de matériaux rapportées à leur poids justifie leur utilisation massive pour des applications aéronautiques (Tableau 1.1).

Tableau 1.1 : Comparaison des propriétés des matériaux couramment employés dans le secteur aéronautique; HR : Haute Résistance ; IM : Module Intermédiaire ; HM : Haut Module ; UD 0° : unidirectionnel dans le sens des fibres¹.

Matériau	Densité d	Module d'Young E en traction UD° (GPa)	Résistance à la rupture en traction UD 0° (MPa)	E/d
Epoxyde/ Fibres de carbone HR	1,6	143	2000	89
Epoxyde/ Fibres de carbone IM	1,6	147	2400	108
Epoxyde/ Fibres de carbone HM	1,70	320	2000	188
Epoxy/fibres verre 55%v	2	25	350	12.5
Epoxy / aramide	1,35	70	1500	52
Aluminium	2,7	70	300 à 350	26
Acier	7,8	210	/	27
Titane	4,5	120	1100	27

1.1 Le drapage de pré-imprégnés à matrice thermodurcissable

Afin de faire face aux besoins toujours croissants, avec des structures aéronautiques composées à 70% de matériaux composites prévues en 2032 (Figure 1.1 b), des procédés spécifiques ont été développés pour la mise en œuvre de ces matériaux *hautes performances*. Les technologies de drapage de plis pré-imprégnés unidirectionnels font partie de celles dont la percée dans le secteur aéronautique a été la plus fulgurante². Ces procédés sont aujourd'hui largement automatisés, et deux types de machines sont présentes chez les grands équipementiers^{3,4}:

- *Automated Fibre Placement* (AFP) pour la réalisation de pièces aux formes complexes.
- *Automated Tape Laying* (ATL) pour la fabrication de pièce uni-axiale de grandes dimensions.

La philosophie de mise en œuvre reste cependant commune aux deux techniques. Elle repose sur l'empilement successif dans un moule des couches de fibres de carbone unidirectionnelles de faible épaisseur (avoisinant les 150 µm), pré-imprégnées de matrice thermodurcissable (Figure 1.2). A chaque passage, un nouveau pli

maintenu sous tension est délivré par une tête de dépose, selon une trajectoire définie, sur le substrat. Au fur et à mesure, les surfaces de la bande en cours de dépose et/ou du substrat sont chauffées (ou non), mises en contact et pressées à l'aide d'un rouleau afin de créer une forte adhésion entre les deux plis. Le laminé nouvellement formé refroidit ensuite à l'air libre, avant le prochain passage de la tête de dépose, et d'une nouvelle bande. Selon les équipements, le système de chauffage et la chaleur est apportée à la bande en cours de dépose seule⁵, au substrat⁶ ou aux deux^{7,8}.

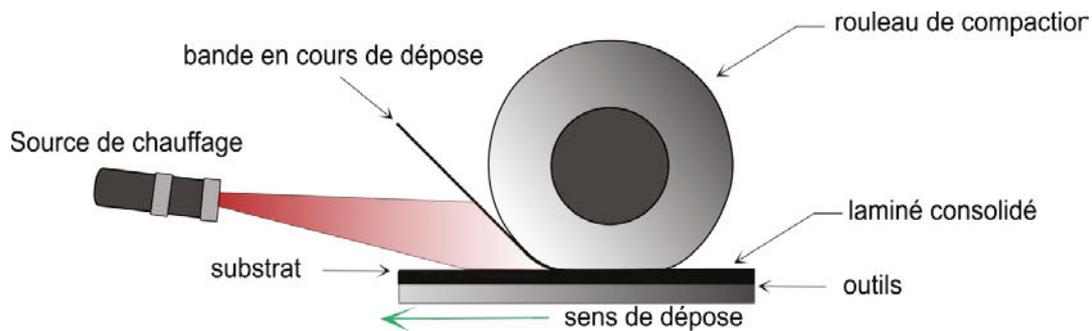


Figure 1.2 : Principe du procédé de dépose de bandes composites.

Il persiste cependant des limitations liées à l'utilisation de matrice therm durcissable et à leur complexité de mise en œuvre.

1.2 Limitation des matrices therm durcissables

La réaction chimique à l'origine de l'adhésion des plis entre eux est la réticulation de la matrice therm durcissable qui, sous des conditions de température et de pression rigoureusement contrôlées, crée un réseau de liaison compact tridimensionnel. Aux niveaux des interfaces, les matrices forment alors entre elles des liaisons covalentes.

Or, la polymérisation des époxydes est une réaction lente (jusqu'à 6 heures) et irréversible, elle ne sera pas achevée à la fin du drapage. Une étape finale de compaction sous pression et température dans un autoclave est nécessaire pour atteindre l'avancement de réticulation requis. Par ailleurs, cette consolidation finale en autoclave a également pour but d'éliminer les bulles d'air et porosités présentes dans l'empilement. Celles-ci peuvent provenir du semi-produit initial, apparaître par gonflement de volatiles présents dans les composants, ou être piégées à l'interface des plis lors de la mise en contact⁹. Leur présence au sein du matériau est alors à l'origine d'une diminution importante des propriétés mécaniques, rendant celui-ci impropre à des applications aéronautiques.

L'utilisation d'autoclave s'avère cependant particulièrement onéreuse pour les industriels du secteur aéronautique, aussi bien en termes de coûts de fonctionnement que de réduction des cadences de production et de taille de pièces réalisables.

Toutefois, la technologie *pré-imprégné* conserve des avantages indéniables. Tout d'abord, l'association des fibres et de la matrice s'effectuant en amont, les difficultés attenantes à l'imprégnation (inhomogénéités,..) et à la compatibilité des composants ne sont pas corrélées à la mise en œuvre en tant que telle. Enfin, l'étape de dépose présente un fort potentiel d'automatisation et donc de réduction des coûts dus aux erreurs humaines.

Ainsi, le dénominateur commun de la recherche actuelle sur la dépose de bandes composites est de conserver les avantages de la grande automatisation du procédé, tout en éliminant la post-consolidation en autoclave.

1.3 Le potentiel des matrices thermoplastiques pour le procédé AFP

Une nouvelle fois, l'adaptation du matériau est prometteuse. En effet, suite à de nombreuses améliorations réalisées dans la formulation des polymères thermoplastiques (TP), une partie de la recherche et développement menée sur le procédé AFP se concentre aujourd'hui sur son adaptation à ce type de matrice. Parmi elles, on trouve notamment les matrices thermostables amorphes PEI, et semi-cristallines PPS, PEKK ou PEEK (Tableau 1.2). Les qualités principales de ces polymères sont¹⁰:

- des propriétés mécaniques pouvant rivaliser avec les époxydes thermodurcissables généralement utilisées;
- une grande résistance aux fortes températures et à l'environnement;
- la stabilité chimique de la résine : elles peuvent donc être stockées en conditions ambiantes, sans date de péremption;
- une tenue à l'impact similaire;
- leur capacité à refondre, ce qui leur confère des propriétés de **formabilité à chaud** et de **soudabilité**.

Tableau 1.2 : Caractéristiques des principales matrices utilisées dans l'aéronautique ; T_g : température de transition vitreuse et T_{fusion} : température de fusion ; TD : thermodurcissable ; TP : thermoplastique.

Matrice	Contrainte de rupture (traction) (MPa)	Module de traction (MPa)	Densité	T _g [°C]	T _{fusion} [°C]
TD /Epoxy (180°C)	80	3600	1.3	180	N/A
TP / PPS	65	3800	1.35	90	283
TP / PEEK	100	3600	1.3	143	343
TP /PEKK	110	4400	1.27	162	305-360

La capacité des thermoplastiques à fondre en fait des candidats sérieux pour la technologie AFP. Cette caractéristique laisse envisager une large diminution des temps de cycle. En effet, l'adhésion entre les plis repose sur la fusion de la matrice présente en surface du pli, sur une dizaine de microns d'épaisseur, et la diffusion des chaînes macromoléculaires à l'interface¹¹. En refroidissant, la matrice solidifie permettant à l'interface d'être consolidée. En pratique, afin de favoriser le temps passé par la matrice au-dessus de son point de fusion avant la mise en contact, la source chauffe directement les surfaces du substrat et de la bande en cours de dépose.

De par cette possibilité de mise en œuvre en une étape ou *in situ*, les composites thermoplastiques, aussi dénommés APC2 (*Aromatic Polymer Composite*), suscitent l'intérêt de l'industrie aéronautique depuis une trentaine d'année.

1.4 Verrous technologiques

Suite à la maturation de ces technologies, les laminés thermoplastiques obtenus par dépose de bandes avec consolidation *in situ* atteignent environ 90 % des propriétés mécaniques des pièces consolidées en autoclave¹². A titre d'exemple, pour les tests mécaniques de résistance interfaciale (*Interlaminar Lap Shear Strength*, ILSS), les valeurs données dans le Tableau 1.3 ont été rapportées pour des empilements avec et sans consolidation en autoclave. De tels écarts freinent la certification de cette technologie pour la fabrication de pièces structurales primaires ou secondaires d'avions commerciaux⁴.

Tableau 1.3 : Force de résistance interfaciale de laminé fibres de carbone / matrice PEEK avec et sans post-consolidation en autoclave⁹.

Matériau	Autoclave ILSS (MPa)	AFP	
		Vitesse de dépose (m/min)	ILSS MPa
AS4 / PEEK ¹³	~105	1.8	~90
CF / PEEK ¹⁴	94	3	85

Plusieurs échelles de lecture peuvent être considérées pour interpréter cette perte de propriétés mécaniques.

Tout d'abord, à l'échelle **microscopique** des fibres (diamètre ~7µm) au cœur du pli. L'enjeu du procédé étant de réduire tout recours aux outils de post-consolidation, les défauts du produit semi-fini initial ne seront pas gommés au fil de la mise en forme. Le taux de porosité, lié à une mauvaise imprégnation des fibres¹³⁻¹⁷, ou bien encore les défauts d'ensimage¹⁸, auront des effets particulièrement néfastes sur les performances de la pièce finale¹³⁻¹⁷.

Puis, à l'échelle **mésoscopique**, on considère le pli au cours de sa dépose sur le substrat. Une difficulté majeure est de trouver une fenêtre de paramètres procédé permettant d'achever l'adhésion à l'interface des plis tout en maintenant une cadence de dépose intéressante¹⁹. Comme le soulignent certains auteurs, avec cette technologie, le temps de maintien des deux plis fondus sous la pression rouleau est inférieur à la seconde²⁰, voire à 25ms²¹ ; soit bien en deçà de ceux d'autres procédés de soudage thermoplastique comme le soudage par résistance (30 secondes²²) ou par induction (10 secondes²²). Par ailleurs, pour les mêmes raisons que précédemment, les éventuelles bulles d'air piégées lors de la mise en contact ne seront pas évacuées²³, fragilisant ainsi l'interface nouvellement formée.

Enfin, à l'échelle **macroscopique**, les effets de la machine sont considérés tels que les trajectoires de dépose²⁴, les défauts de positionnement ou de chevauchement de plis adjacents, ou encore les temps morts machine pour l'inspection ou le changement de trajectoires²⁵. Les problématiques considérées à cette échelle sont communes à la mise en forme de pré-imprégnés thermoplastiques que thermodurcissables. Elles relèvent d'ailleurs du domaine de l'automatisation et de la robotique, et ne seront pas considérées dans cette étude.

De cette description il apparaît que du fait de l'absence de post-consolidation en autoclave, le laminé mis en forme se trouve dans son état final à la fin de la dépose. La présence de défauts qui n'étaient jusqu'alors pas considérés, tels que les porosités intra ou inter-plis, ou le niveau d'adhésion aux interfaces, deviennent alors des critères d'évaluation de la qualité du laminé. Ainsi, alors qu'un empilement consolidé en autoclave présente une concentration de porosités internes d'environ 0.08 %, son équivalent non-recuit voit ce critère s'élever à 2.8%²⁶. L'exigence des hautes cadences ne permet donc pas encore de réaliser des pièces, avec une consolidation in-situ, répondant aux critères aéronautiques. A l'heure actuelle, les pièces réalisées par placement de bandes thermoplastiques nécessitent donc toujours une post-consolidation en autoclave.

La sélection d'une fenêtre de procédé permettant de remplir à la fois les exigences de productivité et de qualification aéronautique nécessite alors de suivre avec attention l'évolution du matériau aux échelles microscopique et mésoscopique.

2. Procédé de placement de fibres pour matrice TP

Les trois étapes clés de la mise en forme de composite thermoplastique par dépose de bandes avec consolidation *in situ* sont : le chauffage, l'adhésion et la consolidation (Figure 1.3). Afin de prédire l'état du laminé à la fin de la dépose, il est nécessaire de connaître les mécanismes physiques à l'origine du soudage des plis entre eux, mais aussi d'identifier les transformations parasites de la matière pouvant impacter indirectement la qualité du laminé. Dans la suite, l'ensemble de ces phénomènes et leur modélisation, tels qu'ils sont rapportés dans la littérature, sont présentés.

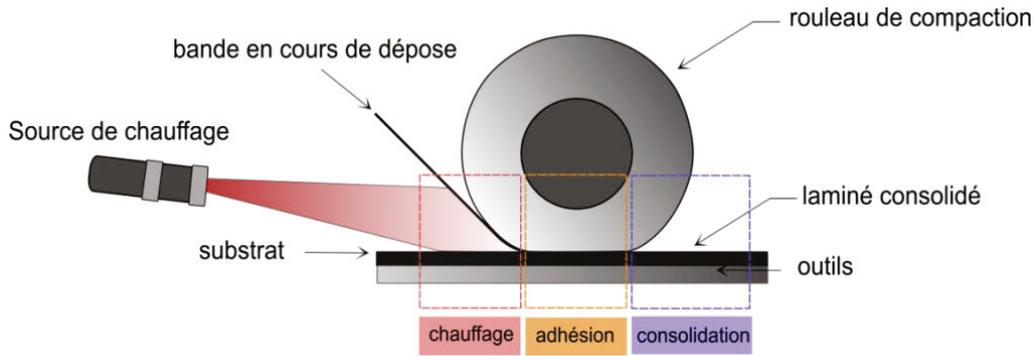


Figure 1.3 : Les trois étapes principales du procédé.

2.1 Le chauffage

2.1.1 Enjeux de l'étape

Lors de cette étape, les surfaces du substrat et de la bande en cours de dépose sont chauffées par une source extérieure avant d'être mises en contact. La distribution de la température entre la bande et le substrat, ainsi que la température maximale atteinte par le composite sont déterminantes pour les étapes suivantes. En effet, pour déclencher les mécanismes à l'origine du soudage des interfaces, la matrice doit être portée au-dessus de son point de fusion. Celui-ci est généralement haut pour les polymères semi-cristallins tels que le PEEK ou le PPS (Tableau 1.2), il est donc nécessaire de fournir efficacement, sur un temps court (quelques dizaines de millisecondes), une grande quantité d'énergie à la surface du pli. Cependant, malgré la stabilité thermique de la plupart des polymères thermoplastiques employés²⁷ une élévation trop importante de la température peut amener à une dégradation de la matrice. Les mécanismes de décomposition principaux sont la réticulation ou la rupture des chaînes de la matrice polymère^{20,28,29}, mais aussi son oxydation en présence d'air^{30,31}. Pour le PEEK, la décomposition se déclenche instantanément à 575°C³², et à 380°C pour le PPS³³. Les fenêtres thermiques de mise en forme entre le point de fusion et la température de dégradation sont alors comprises entre 100 et 200°C selon le polymère concerné. Par ailleurs, pour des temps d'exposition longs, les mécanismes de dégradation peuvent démarrer à des températures plus basses. La corrélation entre des deux grandeurs est rapportée par Cogswell³⁴ est rappelée dans le Tableau 1.4. Le contrôle de l'énergie apportée et des transformations de la matrice (fusion, dégradation,...) sont donc primordiales.

Tableau 1.4 : Temps d'exposition maximum pour le composite APC2 sous azote en fonction de la température³¹.

Température [°C]	400	450	500	550	600
Temps d'exposition	2 h	15 min	2 min	15s	2 s

2.1.2 Modélisation de la cinétique de fusion

La cinétique de fusion des parties cristallines du polymère est rarement mentionnée dans les différentes études multiphysiques procédés, aussi nombreuses soient elles. On peut noter les travaux de Sonmez et Hahn³⁵ qui tiennent compte d'un terme de vitesse de fusion des parties cristallines C_v adapté de travaux de Maffezzoli^{36,37} :

$$C_v(t) = C_v(t_{in}) \left(1 - 0.5 \int_{t_{in}}^t K_0 \exp\left(-\frac{E_{a,fusion}}{RT}\right) dt \right) \quad (1.1)$$

Avec t_{in} l'instant initial, K_0 une constante, $E_{a,fusion}$ l'énergie d'activation.

L'endothermie de la fusion a également été intégrée par Nicodeau²⁰ comme un terme source de fusion dans le bilan de son étude thermique. Elle propose alors de suivre la diminution du taux de cristallinité lors du chauffage à l'aide d'une fonction de Laplace-Gauss tenant compte la variation de l'épaisseur des lamelles cristallines. Il a en effet été montré depuis que la température de fusion dépend de la température de cristallisation de la matrice et donc de l'épaisseur des lamelles³⁸. Une connaissance fine de l'état initial des bandes pré-imprégnées employées sera donc, à terme, très importante pour la prédiction de l'adhésion dans le procédé AFP.

2.1.3 Modélisation des cinétiques de dégradation

Malgré les risques liés à la dégradation thermique pouvant affecter durablement l'adhésion entre les plis³⁹, peu d'auteurs intègrent le suivi de la cinétique de dégradation. On notera tout de même les travaux de Sonmez et Hahn³⁵ qui intègrent la cinétique de dégradation thermique développée par Nam et Seferis⁴⁰ pour suivre la décomposition du PEEK en présence d'azote. Les auteurs définissent le taux de dégradation α_d comme le ratio des pertes de masse à l'instant t et à l'instant final :

$$\alpha_d(t) = \frac{M_0 - M(t)}{M_0 - M_f} \quad (1.2)$$

Avec M_0 et M_f les masses initiale et finale, $M(t)$ la masse à chaque instant mesurée par analyse Thermogravimétrique Différentielle en conditions isothermes.

L'évolution du taux de dégradation en condition anisotherme est ensuite étudiée en fonction de deux mécanismes de dégradation, dont l'influence est pondérée par des coefficients w_1 et w_2 .

$$\frac{d\alpha_d(t)}{dt} = A_d \exp\left(-\frac{E_{a,dégradation}}{RT}\right) [w_1(1 - \alpha_d(t))w_2\alpha_d(t)(1 - \alpha_d(t))] \quad (1.3)$$

Où A_d est une constante d'Arrhenius, $E_{a,dégradation}$ une énergie d'activation, w_1 et w_2 les coefficients de pondérations des mécanismes de dégradation.

Nicodéau²⁰ puis Khan¹⁴ suivent également la dégradation de la matrice PEEK d'un composite APC2 à travers le nombre de points de réticulation de la matrice R_r et de sa viscosité η :

$$R_r = \frac{I_{p_0}}{M_{w_0}} \left[1 - \left(\frac{\eta_0}{\eta} \right) \right]^{1/3.4} \quad (1.4)$$

Où I_{p_0} est l'indice de polymolécularité de la matrice initiale, M_{w_0} sa masse molaire initiale, et η_0 sa viscosité initiale.

Enfin, dans des travaux récents²⁸, les auteurs adaptent la formulation d'Arrhenius du degré de dégradation en condition isotherme proposé par Cole⁴¹, en une loi intégrale, anisotherme :

$$G = \int_0^\infty \exp\left(-\frac{E_{a,dégradation}}{RT(t)}\right) dt \quad (1.5)$$

Où $E_{a,dégradation}$ est l'énergie d'activation, R la constante universelle des gaz parfaits.

Pour valider le modèle, des éprouvettes de composites APC2 PEEK sont d'abord dégradées à différentes températures à l'aide d'une diode laser infrarouge. Les essais sont donc anisothermes de durée comprise entre 7 et 25 secondes. Les températures de surface mesurées atteignent 700°C. Les produits issus de la décomposition sont ensuite identifiés par spectroscopie infrarouge, avec l'apparition d'un pic d'absorption à 1741 cm⁻¹ soit 574 nm. En reportant graphiquement l'amplitude du pic de dégradation à chaque température en fonction du degré de dégradation par rupture des chaînes G , les auteurs concluent que le composé n'apparaît qu'à partir d'une valeur seuil de G . Un critère D_g , qualifié d'index de dégradation, est alors proposé pour identifier le déclenchement de la décomposition :

$$D_g = \chi_0 + \log\left(\int_0^\infty \exp\left(-\frac{E_a}{RT(t)}\right) dt\right) \quad (1.6)$$

Avec $\chi_0 = 11.55$ le niveau seuil au dessus duquel la dégradation lieu.

Si D_g est inférieur à 0, la matériau n'est pas dégradé et inversement. Les lois proposées n'ont en revanche pas été implémentées dans un modèle de simulation de la dépose d'un pli.

2.2 L'adhésion : contact intime et cicatrisation

2.2.1 Phénomènes physiques

Après avoir été chauffées les deux surfaces sont mises en contact. Or, ces dernières ne sont pas parfaitement lisses et la quantité de surface effectivement en contact, alors qualifiée de *degré de contact intime* (voir 2.2.2), va dépendre des irrégularités mais aussi de la viscosité de la matrice. Celle-ci diminue avec la température favorisant ainsi l'écoulement de la matrice, et donc la mise en contact des deux surfaces ⁴², sous l'effet de la compression du rouleau. Dans les zones où le contact est établi, la diffusion des chaînes polymères gomme progressivement l'interface, qui acquiert une résistance mécanique croissante (Figure 1.4).

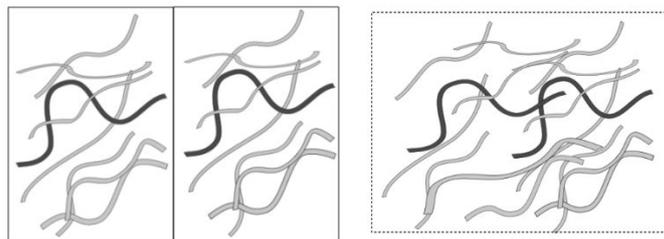


Figure 1.4 : Représentation schématique de la diffusion d'une chaîne à une interface.

La modélisation de ces deux phénomènes fortement couplés a fait l'objet d'un nombre important d'études.

2.2.2 Modélisation du contact intime

L'évolution de la proportion de surface en contact intime au cours de l'écrasement est suivie à travers le *degré de contact intime* D_{ic} , défini comme la quantité de surface en contact sur la surface totale :

$$D_{ic} = \frac{S_{effective}}{S_{totale}} \quad (1.7)$$

Cette définition reste générique et difficile à utiliser. Le modèle classique permettant d'exprimer cette grandeur en fonction de paramètres accessibles est le modèle de surface rectangulaire (Simplified Rectangular Waves).

Modèle de surface rectangulaire (Simplified Rectangular Waves)

Cette méthodologie classique développée par Mantell, Lee et Springer ^{43,44} consiste à exprimer D_{ic} en fonction de paramètres de rugosité de surface simplifiés. En partant du modèle de Dara et Loos ⁴⁵ qui considèrent la surface d'un matériau thermoplastique comme formée d'aspérités rectangulaires de dimensions variables, les auteurs font ici l'hypothèse que celles-ci sont identiques, de côté vertical a_0 et latéral b_0 , espacées d'une distance w_0 , et ce, à l'état initial t_0 (Figure 1. 5). Pour une température donnée T_m et pour une pression P_{app}

appliquée sur la zone de contact, la hauteur a des aspérités diminue et leur côté b s'élargit. La relation (1.8) devient alors, pour une cinématique purement 2D :

$$D_{ic} = \frac{b}{b_0 + w_0} \quad (1.9)$$

La matrice polymère étant considérée incompressible, et son écoulement laminaire, le volume V de chaque élément est constant et sa vitesse d'écoulement dépend uniquement de son volume et de la pression imposée :

$$V = ab = a_0 b_0 \quad (1.10)$$

En écrivant la conservation de la masse sur un élément de volume contrôlé au sein d'une aspérité, une expression du degré de contact intime, dans le cas isotherme et isobare, est ainsi établie :

$$D_{ic}(t) = \frac{1}{1 + \frac{w_0}{b_0}} \left[1 + 5 \left(1 + \frac{w_0}{b_0} \right) \left(\frac{a_0}{b_0} \right)^2 \int_0^t \frac{P_{app}}{\mu_{mf}(T_m)} dt \right]^{1/5} \quad (1.11)$$

Où μ_{mf} est la viscosité du matériau.

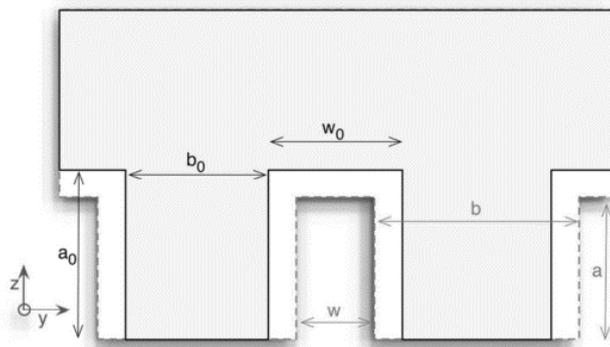


Figure 1. 5 : Représentation schématique du modèle de surface rugueuse "Simplified Rectangular Waves".

A l'aide de mesures d'état de surface sur un composite APC2 PEEK, Pitchumani⁴⁶ propose un modèle semi-empirique, non-isotherme, du degré de contact intime, où la pression et la température « vraies » sous le rouleau sont obtenues à partir de champs de température et de pression estimées à partir de modèle numérique :

$$D_{ic}(t) \approx 0.29 \left[\int_0^t \frac{P}{\mu_{mf}(T(\tau))} d\tau \right]^{1/5} \quad (1.12)$$

Yang et Pitchuamni⁴⁷ ont cherché à représenter la surface de manière plus réaliste, en prenant en compte la variation multi-échelle des rugosités en surface par une description fractale des hauteurs des aspérités. Plus, récemment des auteurs ont proposé

un maillage par éléments finis de la topologie de surface initiale est établi A partir d'images de surfaces obtenues par profilométrie optique,

On retiendra cependant que sur les trois méthodes, la première, bien que simple, a été utilisée avec succès par un grand nombre d'auteurs^{19,20,44,48}.

2.2.3 Modélisation de la cicatrisation de l'interface

2.2.3.1 Principes de la diffusion macromoléculaire

Lorsque les surfaces de deux matériaux thermoplastiques (ou composites à matrice thermoplastique) sont portées au-dessus de la température de transition vitreuse du polymère et mises en contact, il se développe une résistance mécanique d'interface, autrement dit une adhésion, par inter-diffusion des chaînes polymères.

Les mécanismes d'inter-diffusion à l'origine de la cicatrisation de l'interface ont été largement traités dans la littérature⁴⁹. Le modèle de De Gennes⁵⁰, repris ensuite par Doi et Edward⁵¹ et Wool⁵², fait référence pour décrire le mouvement d'une chaîne polymère contraint par la présence de chaînes voisines, dans un milieu non-dilué. L'auteur définit un temps de reptation caractéristique τ_{rept} nécessaire à une chaîne polymère pour renouveler entièrement sa configuration. Celui-ci diminue avec la température et augmente avec la masse molaire du polymère.

Degré de cicatrisation

A partir du modèle de reptation, Mantell⁴⁴ propose un degré de cicatrisation ou *autohesion* D_h défini comme :

$$D_h(t) = k \cdot t_a^n \quad (1.13)$$

Où t_a est le temps écoulé depuis le départ de la cicatrisation, k un paramètre dépendant de la température, et n une constante. Aucun détail ni explication ne sont donnés sur la détermination et la signification de ces paramètres.

La démarche de Bastien et Gillespie⁵³ s'appuie quant à elle sur la considération physique que la résistance de l'interface σ augmente et que la valeur maximale atteignable étant celle du polymère vierge. Alors :

$$D_h(t) = \frac{\sigma(t)}{\sigma_\infty} \quad (1.14)$$

Où σ_∞ est la contrainte à rupture du polymère vierge.

Pour un polymère thermoplastique fondu :

$$D_h(t) \propto \left(\frac{t}{\tau_{carac}} \right)^{\frac{1}{4}} \quad (1.15)$$

Où τ_{carac} est un temps caractéristique du polymère.

Pour certains auteurs, τ_{carac} est le temps de reptation τ_{rept} ^{35,53} tel qu'il est défini par de Gennes. La résistance mécanique à l'interface est alors considérée comme maximale si la chaîne polymère s'est déplacée de toute sa longueur.

Cependant pour les polymères à haute masse molaire, en reprenant le modèle de reptation, Wool⁵⁴ a montré que seule la diffusion des extrémités était nécessaire au développement d'une force d'interface. Ceci est alors achevé au bout d'un temps de soudage τ_w ⁵⁴ inférieur au temps de reptation.

De là, une formulation intégrale prenant en compte le temps de soudage, mais aussi la dépendance en température de la diffusion a été proposée par Yang et Pitchumani^{55,56} :

$$D_h(t) = \left[\int_0^t \frac{1}{\tau_w(T)} dt \right]^{1/4}, \quad (1.16)$$

avec

$$\tau_w(T) = A \exp \left(\frac{E_a}{R} \left(\frac{1}{T} - \frac{1}{T_{ref}} \right) \right), \quad (1.17)$$

et A une constante, T_{ref} une température de référence, E_a une énergie d'activation et R la constante des gaz parfaits.

Les auteurs ont évalué, à travers des essais de pelage, les paramètres A et E_a pour un composite APC2 PEEK avec respectivement $A = 0.11s$ et $E_a = 57.3 \text{ kJ/mol}$.

Pour les polymères semi-cristallins, la majorité des auteurs^{14,19-21,42} ayant repris cette modélisation font l'hypothèse que la diffusion n'est déclenchée qu'au-dessus de la température de fusion du polymère. En effet, la présence de sphérolites bloque le mouvement des chaînes polymères des zones fondues. Stokes-Griffin et al.⁵⁷ ont souligné que ce critère de température ne tenait pas compte de la cinétique de cristallisation du polymère qui, dans le cas du PEEK, est plus lente que les vitesses de refroidissement de la matrice en surface. En considérant que la diffusion peut avoir lieu à partir de la transition vitreuse à 143°C, les auteurs prédisent naturellement des degrés d'adhésion plus élevés.

Bien que dans le cas de polymères semi-cristallins, l'avancement de la soudure dépend non seulement du temps et de la masse molaire, mais également de la cristallinité de la matrice et donc de l'histoire thermique de la matrice, il est généralement admis que la cicatrisation ne pourra intervenir qu'au-dessus de la fusion du polymère.

Couplage

L'établissement du contact intime en un point est un prérequis au déclenchement de la diffusion. Le suivi complet de l'adhésion à l'interface nécessite de considérer le couplage des deux phénomènes.

Mantell⁴⁴ définit le degré d'adhésion (« bonding ») D_b comme le produit des degrés de contact intime D_{ic} et de cicatrisation D_h :

$$D_b = D_{ic} * D_h \quad (1.18)$$

Cette formulation est validée⁵⁸ par des essais sur des éprouvettes de pré-imprégnés APC2 PEEK mis en forme par un procédé de dépose continue, suivi pour certaines d'une post-consolidation en autoclave.

Afin de tenir compte du décalage temporel entre le départ de la cicatrisation et du contact intime, Pitchumani⁵⁹ propose une formulation intégrale :

$$D_b = \int_0^{\tau_{ic}} \frac{dD_{ic}(\tau)}{d\tau} * D_h(\tau_h - \tau) d\tau \quad (1.19)$$

Où τ_{ic} est le temps nécessaire pour le contact intime et τ_h pour la cicatrisation.

Si le temps requis pour établir le contact intime est très inférieur à celui nécessaire à la cicatrisation complète, la relation peut être simplifiée par :

$$D_h(\tau_h - \tau) \approx D_h(\tau_h) \quad (1.20)$$

Et,

$$D_b(\tau_h) = D_{ic}(\tau_{ic}) D_h(\tau_h) \quad (1.21)$$

La formulation généralisée est également détaillée par Butler⁶⁰, et reprise par Yang⁵⁶ et Stokes-Griffin⁵⁷ :

$$D_b(t_b) = D_{ic}(0)D_h(t_b) + \int_0^{t_b} \frac{dD_{ic}(t)}{dt} D_h([t, t_b]) dt \quad (1.22)$$

Où t_b est l'instant final du calcul de l'adhésion. D_h est évalué sur l'intervalle $[t, t_b]$, où t est l'instant de formation d'un nouvel incrément de contact intime.

2.3 La consolidation

2.3.1 Enjeux de l'étape

Lorsque la pression du rouleau est relâchée, l'interface nouvellement formée va refroidir. Si la matrice employée est semi-cristalline, la cristallisation des zones fondues est possible^{61,62}. Le relâchement de la contrainte du rouleau va également permettre une augmentation du volume des porosités⁹ et les importants gradients de température dans l'épaisseur provoquent l'apparition de contraintes résiduelles^{63,64}.

2.3.2 Modélisation de la cristallisation

Lors du refroidissement, les chaînes polymères de la matrice fondue peuvent se réorganiser sous forme de sphérolites. La fraction volumique, mais aussi la forme et la répartition de ces zones cristallines dépendent fortement de la vitesse de refroidissement, de la température et de la pression. Par ailleurs, la cristallisation de la matrice peut également être impactée par la présence des fibres de carbone. Certains travaux ont montré, par exemple, que les fibres limitaient la croissance totale des sphérolites du fait de l'encombrement⁶⁵. Cependant les fibres peuvent aussi agir comme des agents nucléants favorisant la formation des sphérolites. Elles permettent parfois dans ce cas d'atteindre un taux de cristallisation non négligeable, et ce malgré des vitesses de refroidissement élevées. Par exemple, à l'aide d'analyse DSC sur des plis fibres de carbone / PEEK refroidies à plus de 1000 K/s, Tierney et Gillespie⁶¹ ont mesuré des degrés de cristallisation pouvant atteindre 15 %.

Les taux de cristallisation jouent un rôle non négligeable sur les propriétés mécaniques finales d'un laminé. Grove²³ a par exemple mesuré par des tests de pelage une diminution de 25 % de la résistance mécanique d'interface de laminés fibres de carbone / PPS pour des échantillons dont le degré de cristallisation a été augmenté de 7.1 % à 27.5 % par recuit de 30 minutes à 130°C. L'auteur conclut que la présence de zones cristallines à l'interface de plis soudés la rend fragile, diminuant ainsi sa ténacité à la rupture.

La description des mécanismes de cristallisation en conditions de procédé (milieu anisotrope, hautes vitesses de refroidissement et pression) s'avère cependant complexe. Ainsi, bien qu'elle ait un impact direct sur les performances mécaniques du laminé, rares sont les auteurs ayant intégré le suivi de la cristallisation dans leurs études du procédé.

Tout d'abord, Sonmez et Hahn³⁵ ont couplé le modèle de Choe et Lee⁶⁶ pour la croissance des sphérolites dans un matériau fondu en milieu anisotherme, au modèle de Maffezzoli⁶⁷ pour la fusion des parties cristallines. Selon la température prédite par le modèle thermique, l'un ou l'autre des modèles est appelé. Bien que le modèle de cristallisation ait l'avantage de prendre en compte les effets anisothermes, les auteurs font l'hypothèse que les cinétiques de cristallisation de la matrice renforcée de fibres sont identiques à celle de la matrice pure. Le couplage des équations de cristallisation et de fusion semble cependant adapté pour l'étude

de procédé comme la dépose de bandes, où la matrice est fondue et solidifiée plusieurs fois. La même démarche est présente dans l'étude de Mantell⁴⁴ : l'auteur tient compte alternativement la fusion durant le chauffage et la cristallisation pendant le refroidissement avec le modèle de Velisaris et Seferis³⁷. Le premier est basé sur l'équation d'Ozawa, le deuxième sur la combinaison de deux expressions d'Avrami, dont une forme intégrée est utilisée retranscrire les effets anisothermes. Dans les deux cas, l'effet de la température et la présence des fibres dans le matériau est prise en compte. En revanche, les méthodes d'identification des paramètres ne sont pas explicitées. De la même manière, Nicodeau met une place une loi de cristallisation découlant de l'équation de Nakamura²⁰ dont les coefficients sont déterminés à partir d'analyse DSC (*Differential Scanning Calorimetry*). Seule l'évolution du taux de cristallisation en refroidissement est prise en compte. Enfin Tierney et Gillespie⁶¹ reprennent le modèle de Mantell⁴⁴, avec les mêmes paramètres, en comparant cette fois-ci les prédictions à des résultats expérimentaux. L'analyse DSC d'échantillons chauffés et refroidis à haute vitesse montre une bonne corrélation avec les estimations du modèle pour le taux de cristallinité. Il semblerait alors que malgré les hypothèses fortes des modèles de cristallisation classique, ceux-ci permettent tout de même de prédire le taux de cristallinité sur des composites thermoplastiques mis en forme sous conditions anisothermes. Cela suggère que la présence des fibres n'impactent pas la cristallisation de la matrice, contrairement à ce qui est généralement admis⁶⁸.

2.3.3 Taux de porosité

Comme indiqué dans le paragraphe 1.4, la présence de porosités dans la pièce finale a une influence forte sur ses propriétés mécaniques. La mise en place de modèles permettant de mieux connaître le taux de porosités final présente donc un intérêt non négligeable. Deux mécanismes sont à l'origine de la présence de bulles d'air.

Tout d'abord, celles-ci peuvent être piégées au niveau de l'interface entre les plis au moment de la dépose. Une pression insuffisante du rouleau et une adhésion inachevée ne permettront alors pas de les éliminer. Le suivi de ce type de défaut est mené avec les modèles décrits dans le paragraphe 2.2.

Les porosités peuvent aussi provenir des plis pré-imprégnés eux-mêmes. Sous l'effet de la pression et de la température les porosités vont voir leur taille réduire. Puis, suite au relâchement de la pression induite par le rouleau, leur volume peut ré-augmenter. Plusieurs travaux se sont penchés sur l'évolution du volume des porosités internes au cours de la mise en forme.

Ranganathan⁶⁹ étudie l'écoulement sous pression d'un système compressible fibres/matrice/porosité. L'auteur observe que, pour un taux de porosités final donné, il existe une relation quasi-linéaire entre la pression de compaction à appliquer et la vitesse de dépose.

L'hypothèse de fluide compressible est également utilisée par Pitchumani⁴⁶ pour mettre en place un modèle à deux échelles : la migration macroscopique des porosités par écoulement est couplée à la réduction par

compression, à l'échelle microscopique, du volume des porosités. Les auteurs montrent notamment que le préchauffage des plis induits un volume de porosités final plus haut.

Enfin, des travaux plus récents⁷⁰ ont mis en évidence à la fois le rôle du volume initial des porosités, ainsi que leur distribution à l'intérieur du pli, sur le taux final dans le pli consolidé. Ainsi, les auteurs démontrent que pour un même volume de porosités, et une même pression appliquée, la consolidation sera plus lente si la distribution des porosités n'est pas uniforme. Il apparaît notamment que les porosités de petit volume et isolées ne parviennent pas à être compactées. La qualité initiale du pli pré-imprégné a donc toute son importance¹⁶.

2.3.4 Contraintes résiduelles

L'application de la pression par le rouleau ainsi que les changements de phase de la matrice polymère au cours de la dépose et du refroidissement peuvent engendrer des déformations et des contraintes résiduelles dans l'empilement de plis.

Ces effets ont été étudiés en premier par Mantell et Springer⁴⁴ à travers le modèle de Lee et Springer⁷¹ pour l'enroulement filamentaire de composites thermodurcissables. Les auteurs adaptent le modèle au composite APC2 en remplaçant le degré de cuisson par le degré de cristallinité.

L'approche adoptée par Sonmez et Hahn^{35,48,72,73} s'appuie quant à elle sur une description du comportement viscoélastique d'un pli APC2 PEEK. La prédiction des états de contraintes en fin de dépose a permis aux auteurs d'émettre des recommandations quant aux choix du type de rouleau.

Récemment Lemarchand⁷⁴ a proposé une méthode de calcul 2D multi-échelle (couplage entre les échelles macroscopique et microscopique) permettant de prédire l'état de contrainte d'un empilement compacté, en prenant en compte la cristallisation de la matrice thermoplastique. L'application de la méthodologie sur un cas de placement de bandes thermoplastiques semble cohérente, mais aucune comparaison avec des mesures expérimentales n'est présentée.

2.4 Synthèse - Qualité de la pièce finale

Il apparaît que le soudage de plis composites thermoplastiques par dépose de bandes est un problème multiphysique et multiparamétrique. Les phénomènes accessibles à l'échelle du pli et influençant la qualité de l'empilement final sont donc :

- le degré d'adhésion interfaciale,
- le taux de cristallisation du polymère,
- l'éventuelle dégradation thermique,
- le taux de porosité
- les contraintes résiduelles.

A partir des modèles présentés, il est intéressant de regrouper les différents phénomènes physiques et les paramètres dont ils dépendent (Tableau 1.5). Avec cette représentation, il apparaît clairement que le procédé est multi-échelle et multiparamétrique.

Propriétés matériaux

Les caractéristiques des matériaux employés sont déterminantes pour les propriétés de la pièce finale. La nature de la matrice et des fibres confèrent les propriétés intrinsèques au pré-imprégné. Le taux de cristallinité χ , par exemple, influe sur la température de fusion, l'adhésion, si toutes les parties cristallines ne sont pas correctement fondues, et sur les propriétés mécaniques finales.

Tableau 1.5 : Résumé des phénomènes physiques et des paramètres contrôlant la qualité de l'interface, à l'échelle mésoscopique. M = masse molaire du polymère.

Etape	Physique	Facteur « process »	Facteur « matériau »
Chauffage	Fusion	T	$\chi, C_v, E_{a, \text{fusion}}, K_0$
	Dégradation	T, $t_{\text{exposition}}$	$E_{a, \text{dégradation}}, T_{\text{dégradation}}$
Adhésion	Contact intime	P, T, t_{contact}	Ra, μ
	Cicatrisation	T	M, $\mu, \chi, t_{\text{cicatrisation}}$
Consolidation	Cristallisation	T, vitesse de refroidissement	χ, M
	Croissance des porosités	T, P	Taux de porosité, μ
	Contraintes résiduelles	T, P	μ, χ

Facteurs procédés

Vitesse de dépose

La vitesse de dépose joue bien entendu un rôle prépondérant à travers les différents temps nécessaires à l'établissement du contact intime (t_{contact}) et à la cicatrisation ($t_{\text{cicatrisation}}$); ou à l'inverse, par l'excès de chauffage induisant la dégradation de la matrice ($t_{\text{exposition}}$).

Champ de pression

Afin de favoriser la conformation entre les plis et évacuer les porosités, il est nécessaire d'appliquer une pression suffisante. Springer et Lee⁴³ définissent un seuil à 0.4 MPa. Cela signifie que pour une pression inférieure, l'établissement du contact intime est plus lent. En revanche, une valeur supérieure n'engendre pas d'amélioration des propriétés mécaniques. Cela indique notamment que le mécanisme global d'adhésion est limité par la vitesse de cicatrisation. Par ailleurs, à l'instar de la dégradation thermique, un excès de pression

peut engendrer des dommages comme des ruptures de fibres⁷². Les auteurs recommandent de maintenir la pression sur les plis en-dessous de 20MPa.

Toutes les études ayant abordé la distribution du champ de pression sous le rouleau, et les conséquences sur les propriétés mécaniques finales de la pièce convergent vers les mêmes conclusions^{48,57,75}. Il a en effet été démontré que l'utilisation d'un système de compaction déformable est plus favorable qu'un rouleau rigide. Cela s'entend par le fait que la zone de contact étant plus large, le temps de maintien sous pression sera plus élevée. Le champ de pression est également plus uniforme et moins abrupt, limitant ainsi les risques de déformation et les contraintes résiduelles⁶⁴. Dans les nouvelles versions du procédé, les rouleaux en acier sont remplacés par des rouleaux en silicone déformables simples^{26,76,77} ou bien encore par des dispositifs sophistiqués de compaction⁷⁸.

Enfin, certains auteurs ont étudié l'effet de l'asservissement du rouleau en température, en le chauffant pour faciliter le chauffage de la matière²⁰, soit en le refroidissant pour éviter le collage de la matrice au rouleau^{13,26}. Il est à noter que dans le premier cas, les auteurs ont observé une amélioration de l'adhésion mais une augmentation de la porosité interne.

Champ de température

Enfin, le champ de température dans la pièce est déterminant pour ces caractéristiques finales. L'avancement de tous les phénomènes physiques caractérisant la qualité de l'empilement final, est piloté par la température. C'est le cas des propriétés thermiques du matériau mais aussi de son comportement mécanique. En effet, celui-ci est directement impacté par l'état, fondu ou solide, de la matrice polymère.

Au-delà d'un apport de chaleur suffisant, c'est toute l'histoire thermique du matériau qui doit être connue et maîtrisée pour satisfaire au cahier des charges de fabrication d'un laminé.

Dans la suite, les moyens numériques et expérimentaux mis en place dans la littérature pour accéder à cette histoire thermique sont présentés.

3. Etude thermique du procédé

On dénombre dans la littérature de nombreuses études thermiques de la dépose d'un pli, desquelles découlent les différentes analyses et modèles physiques présentés précédemment. Les diverses variantes de modèles thermiques proposés seront présentées dans un premier temps. Puis, dans un deuxième temps, les moyens expérimentaux mis en place pour valider ces modèles seront explicités.

3.1 Dimension et hypothèses

L'objet est ici de résoudre l'équation de transfert de chaleur par conduction en partant de sa forme générale :

$$\rho(T)C_p(T)\frac{\partial T}{\partial t} = \nabla(\mathbf{k}(T) \cdot \nabla T) + Q_v(t, T) \quad (1.23)$$

Avec respectivement \mathbf{k} , ρ , et C_p , le tenseur de conductivité, la masse volumique, et la capacité calorifique du matériau homogène équivalent. Dans le cas d'un matériau composite unidirectionnel, l'anisotropie est prise en considération via une conductivité thermique plus grande dans le sens des fibres. Enfin, Q_v est une source de chaleur volumique induite par les réactions chimiques ou les transformations physiques.

La résolution du problème thermique 3D fait appel à des méthodes de types éléments finis. L'écart d'ordre de grandeur entre un pli déposé ($\sim 150 \mu\text{m}$) et le substrat ($\sim 10 \text{cm}$) nécessite un maillage fin et donc des puissances de calcul importantes. C'est donc dans des études récentes que sont traités ce type de cas complexes^{6,7,79-82}. Il est important de retenir que le choix d'une modélisation 3D se fait tout de même toujours au détriment d'autres paramètres. La majorité des cas sont étudiés en stationnaire avec des propriétés matériaux isotropes et non thermo-dépendantes^{79,80,83}. Hassan⁷ propose un modèle transitoire 3D pour l'enroulement filamentaire therm durcissable résolu par éléments finis, mais ses hypothèses sont fortes :

- les propriétés matériaux sont isotropes et non thermo-dépendantes,
- le pli est déposé instantanément,
- les pertes thermiques vers les outils sont négligées,
- la surface est supposée chauffée uniformément.

Toso⁸⁴ développe un modèle 3D transitoire sur le logiciel éléments finis ANSYS pour l'enroulement filamentaire de plis thermoplastiques. L'auteur compare ses résultats avec des mesures expérimentales et observe une bonne concordance (Figure 1.6). On pourra noter que le traitement des conditions aux limites est réalisé avec soin et que des méthodes expérimentales spécifiques sont mises en place pour déterminer les coefficients d'échange du système.

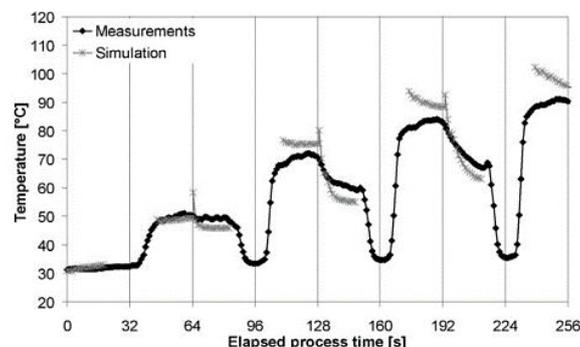


Figure 1.6 : Comparaison de la température de surface du substrat mesurée expérimentalement à l'aide d'un pyromètre et de la température simulée avec un modèle thermique 3D éléments finis⁸⁴.

Bien que coûteuse, la résolution d'un modèle 3D est inévitable pour l'étude du drapage d'une pièce complète. En revanche, si l'on ne s'intéresse qu'aux phénomènes physiques prépondérants intervenant à l'échelle mésoscopique, une modélisation 2D est suffisante pour comprendre les relations entre les paramètres procédés et la qualité des pièces réalisées. Cette modélisation 2D est d'autant plus valable que la source de chauffage est large et uniforme. En effet, les pertes thermiques adjacentes sont alors négligeables en comparaison du flux fourni au centre du spot. Comme on le verra par la suite, l'interaction laser/composite produit inévitablement des effets 3D, particulièrement si l'orientation des plis n'est ni parallèle, ni perpendiculaire. Sous les deux hypothèses évoquées ci-dessus, l'étude se résume alors à un problème à deux dimensions, résolues en régime stationnaire⁸⁵⁻⁸⁸ ou transitoire^{20,43,44,89-92}.

Enfin plusieurs auteurs approchent le problème thermique à travers un modèle 1D stationnaire^{21,42} ou transitoire⁹³⁻⁹⁵. Ce type de résolution permet de gagner en temps de calcul, et est préconisée à des fins d'optimisation²¹ ou de contrôle en boucle fermée⁹⁶.

Outre les choix des dimensions considérées, le problème thermique peut aussi être résolu selon deux référentiels différents. Tout d'abord, l'approche Eulérienne, la plus courante^{14,20,35,44,59,76,84,97-100}, se place dans un système lié au rouleau (Figure 1.2). Pour tenir compte des transferts thermiques induits par le passage de la matière sous le rouleau, un terme de convectif est ajouté à l'équation de la chaleur. Il est alors nécessaire de fournir des conditions à la limite de flux de chaleur en entrée et en sortie des plis. Les autres conditions à la limite sont fixées sur les frontières géométriques.

Dans l'approche Lagrangienne en revanche^{7,21,42,92}, le système de coordonnées est fixé au moule. C'est donc le passage du rouleau qui rythme l'évolution de la température. Les conditions à la limite du système changent donc à selon l'étape considérée, avant, pendant et après le passage du rouleau.

En revanche, de ces études, il apparait que la pertinence des modèles thermiques proposés repose en grande partie sur le bon traitement des conditions à la limite. En effet, étant donné les temps considérés et l'épaisseur des plis déposés, les échanges thermiques en surface des plis, ou aux interfaces entre plusieurs plis ou les outils, impactent fortement les champs de température.

Dans la suite, on présente les différents modèles proposés pour la description des conditions à la limite dans les modèles thermiques du procédé.

3.2 Modélisation des conditions aux limites

3.2.1 Traitement de la source de chauffage

3.2.1.1 Les différents types de source

L'énergie nécessaire pour porter la température de surface de la bande en cours de dépose et du substrat au-dessus du point de fusion de la matrice (quelques centaines de degrés) requiert des dispositifs de chauffage performants. Afin de fournir plus efficacement la chaleur, des modifications ont d'ailleurs été apportées aux dispositifs de chauffage originaux. Ainsi, les torches à air/gaz chaud ^{12,13,20,46,72,73,77,81} traditionnellement utilisées ont été remplacées par des lasers CO₂ ^{62,101 99}, et plus récemment par les lasers Nd-Yag diodes lasers infrarouges ^{23,86,102}.

Pour le chauffage par torche, un gaz porté à haute température, principalement de l'air ou de l'azote, est pulvérisé sur la surface du matériau (Figure 1.7a). La largeur de la zone chauffée est contrôlée par l'ouverture de la buse (Figure 1.7b). La température finale atteinte par la surface du matériau est, quant à elle, ajustée par la température du gaz mais aussi par son débit. Plus celui-ci est élevé, plus l'échange entre la surface et le gaz est efficace. Le rendement de ce système reste cependant faible du fait des pertes latérales importantes^{48,77}

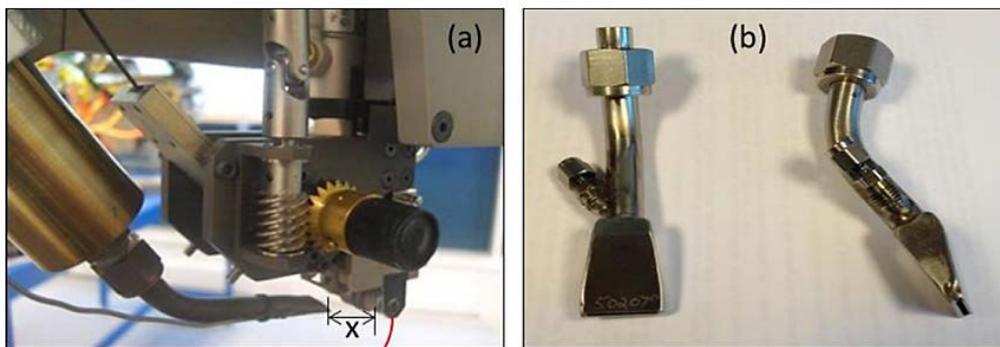


Figure 1.7 : Exemples de dispositif de chauffage HGT (Hot Gas Torch)⁷⁷ a) la buse est montée sur la tête de dépose ; b) vue de la buse de sortie de gaz de face et de côté.

Pour le chauffage laser, le rayonnement émis est absorbé à la surface du matériau engendrant ainsi l'élévation de sa température. Dans ce cas, la puissance et la forme du faisceau, donc la taille de la zone chauffée, sont parfaitement contrôlées. La différence principale entre les sources lasers est la gamme spectrale des faisceaux. Alors que les lasers CO₂ ont une longueur d'onde de 10,6 μm , les lasers Nd :Yag et les diodes se trouvent dans le domaine du proche infrarouge à respectivement 1064 nm et 780 – 980 nm. Pour ces derniers, le faisceau sortant peut donc être transporté via une fibre optique, qui sera elle-même montée sur la tête de dépose (Figure 1.8a). L'encombrement du système de chauffage est ainsi considérablement réduit permettant son adaptation au système tel que l'AFP. A l'inverse, le faisceau des lasers CO₂ est amené par un système de miroir jusqu'à

la zone d'intérêt, réduisant ainsi leur utilisation à des procédés statiques d'enroulement filamenteux¹⁰³. La différence de longueur d'onde a également un impact sur la mise en forme du faisceau de sortie et sur les puissances atteignables. Alors que les lasers CO₂ sont limités à des spots fins rectangulaires d'une puissance maximale de 90W, les faisceaux des lasers infrarouges (Nd :Yag ou diodes lasers) peuvent être mis sous des formes variées (Figure 1.8b) et les puissances sortantes atteignent aujourd'hui jusqu'à 20 kW. La densité de puissance décroît cependant rapidement sur les bords conduisant à des distributions de flux surfaciques variant avec l'angle d'incidence du faisceau ¹⁰².

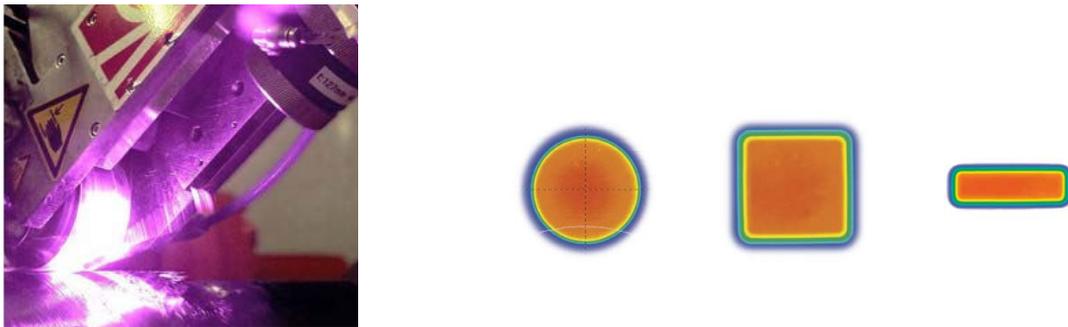


Figure 1.8 : Chauffage de la surface par laser infrarouge a) image du faisceau transporté en sortie de l'optique dans le procédé d'enroulement filamenteux b) exemples de forme de faisceau possibles. Source : Laserline.de.

Un aperçu des caractéristiques principales de chaque système et de leur intérêt est présenté dans le Tableau 1.6.

Tableau 1.6 : Caractéristiques des différentes sources de chauffage utilisées dans le procédé AFP.

Source	Paramètres	Avantages	Inconvénients
Torches à gaz	Débit de gaz Distance Largeur Ouverture de la buse	Faible coût	Flux non-uniforme Spécifique à chaque montage Temps de réponse long Puissance limitée
Laser CO ₂ – 10,6 μm	Angle d'incidence Puissance Forme du faisceau	Flux uniforme Contrôle la taille de la zone	Statique (enroulement filamenteux) Dimensions de la zone de chauffage limitée Puissance limitée (90 W)
Lasers infrarouges Nd :Yag 1064 nm Diodes 780 – 980 nm.	Angle d'incidence Puissance Forme du faisceau	Flux uniforme au centre Forte puissance (20 kW) Temps de réponse rapide Transport par fibre optique	Coût Sécurité Distribution de flux en surface

Du fait des échanges thermiques différents entre la source et le matériau, de type convectif pour les torches à gaz chaud, et radiatif pour les sources laser, le traitement de la condition à la limite est complètement différent dans ces deux cas. Comme il sera explicité par la suite, la modélisation et la mesure du flux laser réellement absorbé en chaque point de la surface ne sont pas triviales.

3.2.1.2 Chauffage par une torche à gaz

Dans les configurations du procédé où la source de chauffage est une torche à gaz chaud, une condition à la limite de convection est généralement adoptée. Lorsque la surface est chauffée à l'aide d'une torche à gaz chaud, la condition de convection^{20,35,44,59,84} :

$$-k\nabla T = h_{conv}(T - T_{\infty}) \quad (1.24)$$

Où h_{conv} est le coefficient de convection, et T_{∞} la température loin de la surface.

La valeur attribuée aux coefficients de convection dépend du matériau mais aussi du type de torche. Comme le montre Toso⁸⁴, les coefficients d'échange sont propres à chaque dispositif et leur détermination est la clé d'une bonne concordance entre les résultats numériques et expérimentaux. Ce paramètre doit donc être ajusté en fonction de l'ouverture de la buse, du débit de gaz et de sa température²⁶, mais aussi du point considéré.

3.2.1.3 Chauffage par une source laser

Du fait de l'évolution des techniques de chauffage, les études récentes traitent de chauffage par diodes laser infrarouge (longueur d'onde avoisinant 1000 nm), et relèvent donc du domaine transfert radiatif. Avant de présenter les modèles proposés dans la littérature pour décrire l'échange thermique entre la source et le matériau, il convient de rappeler les notions fondamentales de l'interaction entre une surface et une onde monochromatique.

3.2.1.3.1 Propriétés radiatives d'un matériau

Lorsque une onde électromagnétique de longueur d'onde λ se propageant dans un milieu quelconque (ou dans le vide), rencontre l'interface séparant ce dernier d'un autre milieu, l'onde peut-être réfléchiée en totalité et renvoyée vers le premier milieu, ou seulement partiellement, la partie non-réfléchiée franchissant alors l'interface vers le second milieu (Figure 1.9). Dans ce cas, selon la nature de celui-ci, l'onde sera atténuée par absorption au cours de sa propagation, contribuant ainsi à l'élévation de la température du milieu. On désignera alors comme étant *opaques* les milieux pour lesquels une onde est absorbée entièrement avant de franchir l'interface opposée ; comme *semi-transparentes* ceux pour lesquels l'atténuation est seulement partielle, et comme *transparentes*, si celle-ci est nulle. L'appartenance d'un milieu à l'une des trois catégories est fonction de sa classe de matériau, mais aussi de son épaisseur, et de la longueur de l'onde considérée.

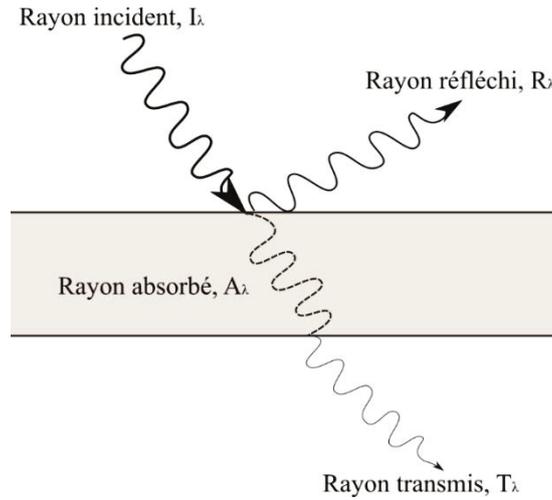


Figure 1.9 : Interaction d'un rayon incident de longueur d'onde avec un milieu quelconque.

Désignons par I_λ l'intensité associée à l'onde incidente et par R_λ , A_λ , T_λ , les portions de ce flux respectivement réfléchi à l'interface, absorbée au cours de la propagation dans le milieu et transmise à son extrémité. La conservation de l'énergie implique que :

$$I_\lambda = A_\lambda + R_\lambda + T_\lambda \quad (1.25)$$

Et, si $I_\lambda \neq 0$:

$$1 = \frac{A_\lambda}{I_\lambda} + \frac{R_\lambda}{I_\lambda} + \frac{T_\lambda}{I_\lambda} \quad (1.26)$$

L'absorptivité, la réflectivité et la transmittivité spectrales du milieu $n^{\circ}2$ sont alors définies par :

$$\alpha_\lambda = \frac{A_\lambda}{I_\lambda} \quad (1.27)$$

$$\rho_\lambda = \frac{R_\lambda}{I_\lambda} \quad (1.28)$$

$$\tau_\lambda = \frac{T_\lambda}{I_\lambda} \quad (1.29)$$

Alors :

$$1 = \alpha_\lambda + \rho_\lambda + \tau_\lambda \quad (1.30)$$

En reprenant les qualifications précédentes, pour un milieu donné :

- Opaque, $\tau_\lambda = 0$
- Semi-transparent, $\alpha_\lambda \neq 0$

- Transparent, $\alpha_\lambda = 0$

En pratique, il est donc possible de caractériser les propriétés radiatives d'un matériau éclairé par un rayonnement laser en mesurant les flux réfléchis et transmis. Il faut alors souligner qu'en fonction de la nature du matériau, les directions empruntées par les rayons transmis peuvent varier. Tout d'abord, si le matériau est homogène en volume le rayon incident sera dévié selon une trajectoire toujours spécifique au matériau traversé (Figure 1.10a). A l'inverse, si le matériau présente des défauts ou des inhomogénéités, la direction du rayon sortant dépendra de la microstructure du matériau. Si on considère un faisceau composé d'une multitude de rayons, le faisceau transmis aura un certain étalement angulaire et sera *diffusé* par la surface (Figure 1.10b).

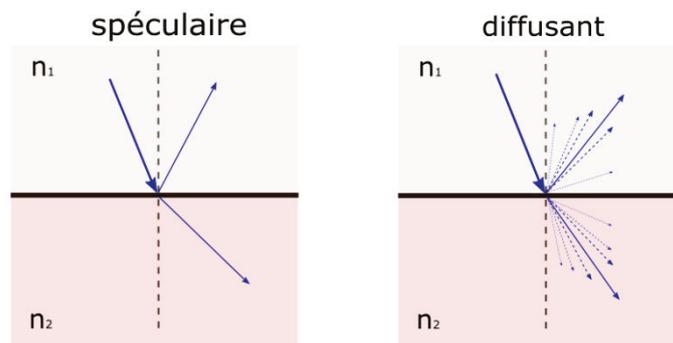


Figure 1.10 : Comparaison schématique des comportements spéculaire et diffusant.

Les mêmes observations sont applicables à l'interaction en réflexion mais les mécanismes de diffusion ont deux origines : la microstructure du volume mais également l'état de surface du matériau. Ainsi, un rayon incident sur un matériau homogène, avec une surface lisse à l'instar d'un miroir, sera réfléchi de manière spéculaire c'est-à-dire sur la direction symétrique à la direction incidente. A l'inverse, si le matériau est hétérogène et/ou avec une surface rugueuse, elle présentera un comportement optique *diffusant*.

3.2.1.3.2 Propriétés optiques

Les propriétés décrites précédemment caractérisent le milieu dans son ensemble, c'est-à-dire qu'elles dépendent de son épaisseur. La transmittivité est notamment une grandeur qui dépend fortement de l'épaisseur de l'échantillon. Malgré cela, le milieu peut également être défini à partir de ses propriétés optiques intrinsèques n et k qui sont respectivement les indices de réfraction et d'absorption du milieu.

L'indice n est défini par rapport à la vitesse de propagation c de l'onde dans le milieu considéré

$$n = \frac{c}{c_0} \quad (1.31)$$

où $c_0 = 2.99792458 \cdot 10^8 \text{ m} \cdot \text{s}^{-1}$ est la vitesse de la lumière dans le vide.

L'indice d'absorption caractérise l'atténuation de l'onde dans le milieu et est relié à au coefficient d'absorption κ_λ par la relation :

$$\kappa_\lambda = \frac{4\pi k}{\lambda} \quad (1.32)$$

Et κ_λ est lui-même relié à l'absorptivité α_λ par la loi de Beer-Lambert :

$$\alpha_\lambda = \exp(-\kappa_\lambda x) \quad (1.33)$$

Où x est la profondeur de pénétration du faisceau.

Ces indices permettent de relier la trajectoire d'une onde après interaction avec l'interface séparant un milieu 1 d'un milieu 2 par la loi de Snell (Figure 1.11 :). Si les défauts de l'interface sont suffisamment faibles devant la longueur d'onde alors la réflexion est spéculaire :

$$\theta_i = -\theta_r \quad (1.34)$$

Et :

$$\tilde{n}_1 \sin(\theta_i) = \tilde{n}_2 \sin(\theta_t) \quad (1.35)$$

Avec $\tilde{n}_i = n_i + ik_i$ l'indice de réfraction complexe du milieu i .

Les expressions reliant les grandeurs macroscopiques aux grandeurs intrinsèques sont établies moyennant certaines hypothèses sur la nature du matériau. On rappelle ici un résultat classique où les milieux sont non absorbants c'est-à-dire où $k_i = 0$.

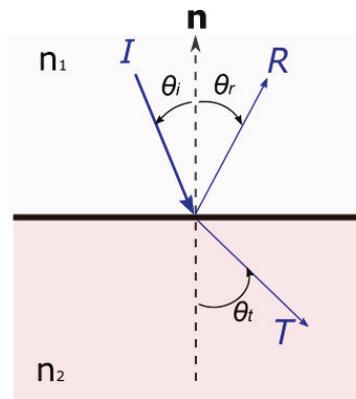


Figure 1.11 : Représentation schématique de la loi de Snell –Descartes.

En établissant la continuité du champ électromagnétique lors de la réflexion d'une onde plane monochromatique à une interface idéale, les équations de Fresnel sont obtenues pour les composantes parallèles ρ_{\parallel} et perpendiculaires ρ_{\perp} (par rapport à la normale au plan impacté) de la réflectivité :

$$\rho_{\perp} = \left(\frac{n_1 \cos(\theta_i) - n_2 \cos(\theta_t)}{n_1 \cos(\theta_i) + n_2 \cos(\theta_t)} \right) \quad (1.36)$$

$$\rho_{\parallel} = \left(\frac{n_1 \cos(\theta_t) - n_2 \cos(\theta_i)}{n_1 \cos(\theta_t) + n_2 \cos(\theta_i)} \right) \quad (1.37)$$

Avec θ_t estimé à partir de la relation (1.34).

La réflectivité non polarisée s'écrit alors :

$$\rho = \frac{\rho_{\parallel} + \rho_{\perp}}{2} \quad (1.38)$$

Propriétés radiatives d'un matériau fibres de carbone / matrice thermoplastique

Lorsqu'un faisceau incident atteint la surface d'un matériau composite, plusieurs mécanismes sont possibles selon qu'il rencontre une zone composée de matrice ou de fibres. L'ensemble des situations possibles est schématisé sur la Figure 1.12.

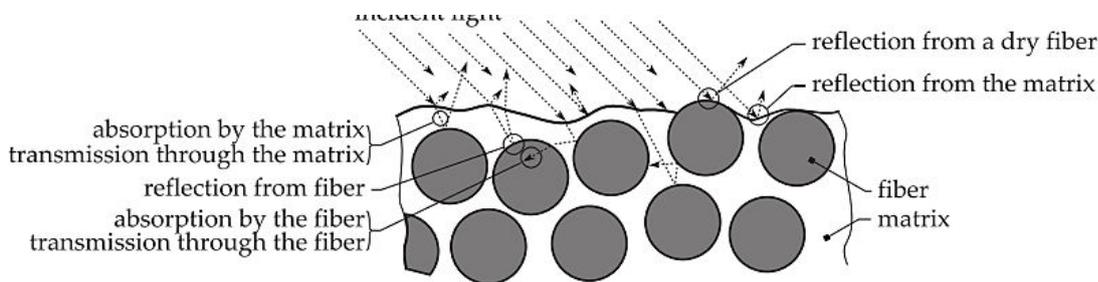


Figure 1.12 : Représentation schématique des mécanismes d'interaction possibles d'un rayon incident avec la matrice ou les fibres à l'échelle microscopique de la surface. Source : Groupe²¹.

Il apparaît dès lors que pour un matériau composite le comportement optique global est la superposition des interactions à l'échelle de la microstructure de la matrice et des fibres avec le faisceau incident. Bien qu'un chapitre soit consacré à l'étude des propriétés radiatives d'un composite carbone / PEEK, les résultats principaux accessibles dans la littérature sont présentés dans la suite.

Propriétés radiatives d'un matériau fibres de carbone / matrice thermoplastique

Tout d'abord, les matrices polymères employées pour ces applications (PPS, PEEK) sont transparentes au rayonnement des diodes infrarouges^{102,104}. A partir de mesures de réflectivité et de transmittivité sur des lames de PEEK semi-cristallines, et en appliquant la loi de Beer-Lambert, Stokes-Griffin¹⁰² montre que seul 0.5 % du flux incident est absorbé à la longueur d'onde 980 nm pour une épaisseur de 10 µm (Figure 1.13).

Les fibres de carbone à l'inverse sont opaques et absorbent le rayonnement. Après absorption, leur température s'élève, puis celle de leur environnement par conduction, justifiant alors l'utilisation des diodes laser comme source de chauffage. Du fait de la fraction volumique importante de fibres dans les pré-imprégnés, 60% environ, ces derniers sont également opaques. Pour un pli de 160 µm d'épaisseur, Stokes-Griffin¹⁰² rapporte une transmission inférieure 0.1%¹⁰². Alors :

$$\alpha_\lambda + \rho_\lambda = 1 \quad (1.39)$$

D'après la relation (1.39), l'étude des propriétés optiques globales des pré-imprégnés se résume donc à l'étude de la réflexion. Ceux-ci étant naturellement hétérogènes et anisotropes du fait de la présence des fibres de carbone, ils sont optiquement diffusants en réflexion.

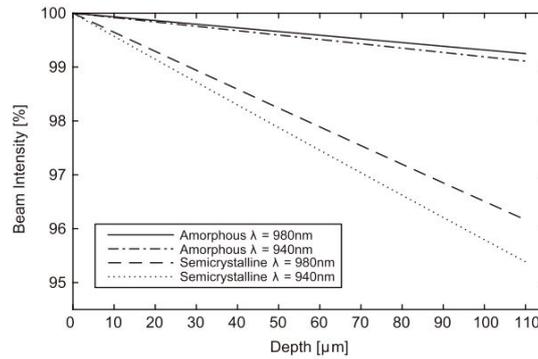


Figure 1.13 : Atténuation d'un rayon de longueur d'onde 940 et 980 nm en fonction de l'épaisseur d'une plaque plane de polymère. Les résultats sont obtenus¹⁰² à partir de mesures de réflectivité et transmittivité puis application de la loi de Beer – Lambert.

Expérimentalement, Groupe²¹ a récemment mis en évidence le comportement diffusant, fortement anisotrope du composite en fonction de la direction des fibres de carbone. Les formes des profils de diffusion d'un pointeur visible par la surface d'une composite fibres de carbone / PPS ont été observées sur un écran adjacent (Figure 1.14). En faisant tourner l'échantillon et donc l'orientation des fibres, il apparaît de manière qualitative que pour une incidence donnée, la tâche de diffusion adopte consécutivement une forme de croissant ou rectiligne selon que les fibres soient parallèles ou perpendiculaires. Il est important de noter qu'aucune information quantitative ne peut être extraite de ce type de montage et les observations dépendent de la position et de la distance de l'écran par rapport à l'échantillon.

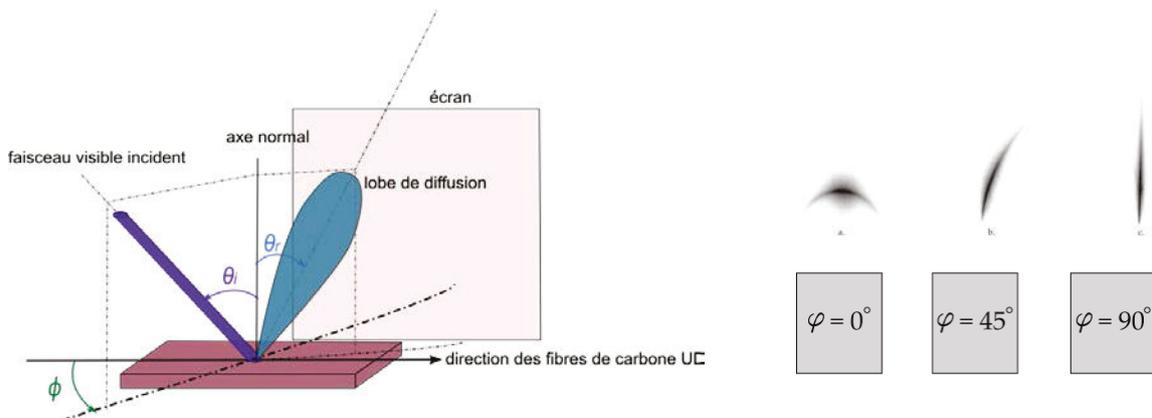


Figure 1.14 : Représentation schématique du dispositif d'observation du comportement diffusant²¹, $\theta_i = 60^\circ$.

La réflectivité spéculaire du matériau à la longueur d'onde du laser est également mesurée par l'auteur. La surface du matériau est éclairée par un faisceau monochromatique incliné d'un angle θ par rapport à la surface du matériau, et un détecteur photométrique mesure le flux réfléchi dans la position symétrique $-\theta$ (Figure 1.15a).

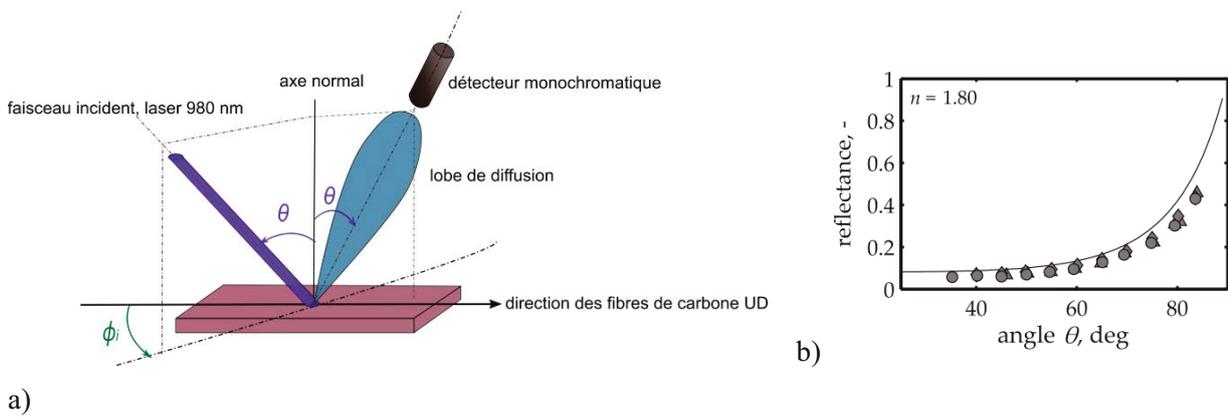


Figure 1.15 : a) montage expérimental pour la mesure de la réflectivité spéculaire employée²¹; b) évolution de la réflectivité en fonction de l'angle d'incidence pour un matériau avec les fibres orientées parallèlement.

En variant les angles d'incidence de 30° et 75° , il apparaît que le niveau de réflectivité augmente de manière importante (Figure 1.15b). Les mesures expérimentales sont comparées à la réflectivité spéculaire (1.38) calculée pour un indice de réfraction $n = 1.80$. La signification de la mesure reste cependant floue car l'ouverture angulaire du détecteur n'est pas mentionnée et qu'une seule orientation ϕ a été testée.

Stokes-Griffin¹⁰² ont également réalisé des mesures de réflectivité sur un matériau composite carbone / PEEK en fonction de l'angle d'incidence mais cette fois à l'aide d'une sphère intégrante. Ce type de dispositif a l'avantage de mesurer la totalité du flux réfléchi dans toutes les directions par la surface et donc de donner une information globale sur le comportement de l'échantillon (Figure 1.16a). Il est à noter que cette caractérisation est menée une nouvelle fois à température ambiante.

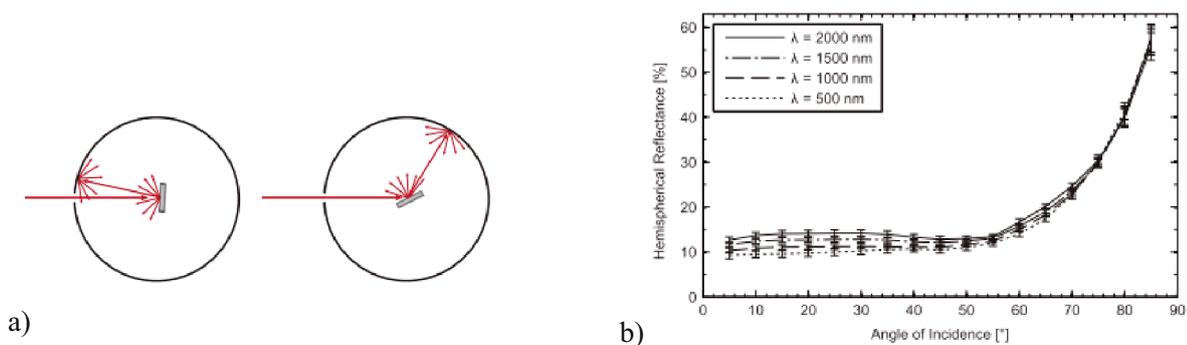


Figure 1.16 : a) Sphères intégrantes pour la mesure du flux réfléchi dans tout l'espace; b) Réflectivité mesurée¹⁰² en fonction de l'angle d'incidence défini rapport à la normale à la surface.

Les auteurs ont ainsi montré que pour des incidences rasantes, au-dessus de 60°, la surface n'absorbe plus qu'au maximum 70 % du rayonnement incident (Figure 1.16b).

Les études citées précédemment ont souligné la dépendance de la réponse optique du composite en réflexion à l'angle d'incidence et à l'orientation des fibres. Cependant, la distribution des intensités sur les lobes de diffusion en fonction de l'angle d'incidence et de l'orientation des fibres n'a pas été étudiée de manière quantitative dans la littérature.

Par ailleurs, bien que la matrice subisse un changement de phase au cours de l'illumination par le laser, très peu d'études traitent de l'influence de la température sur les propriétés radiatives. Seul Grove a étudié l'évolution de la réflectivité spéculaire d'un composite fibres de carbone / PPS de 20 à 250°C en plaçant un élément chauffant sous le dispositif présenté par la Figure 1.15. L'auteur conclut que les variations sont négligeables bien qu'aucune preuve de la validité de la température mesurée en surface à l'aide d'un thermocouple, ni de l'homogénéité de sa répartition, n'aient été apportées.

Pour dimensionner la puissance nécessaire à la fusion de la matrice du polymère en surface, il faut donc caractériser d'une part, l'absorptivité du matériau en fonction de l'incidence et d'autre part, son comportement diffusant. En effet, un certain nombre de réflexions secondaires, représentant 30 % de la puissance incidente à $\theta_i = 30^\circ$, sont induites à la surface, et peuvent prendre part au chauffage avant absorption complète. Le bilan de flux est donc complexe et nécessite de prendre également en compte l'interaction des surfaces dans la configuration de la zone de chauffage.

Dans la suite, les différentes méthodes proposées pour déterminer le flux en surface sont présentées.

3.2.1.3.3 Modélisation des transferts radiatifs dans le procédé AFP

Les premiers travaux intégrant une source de chauffage laser font l'hypothèse d'un flux d'entrée uniforme φ_s sur la surface du substrat et de la bande^{35,100,101,105}.

$$-k\nabla T = \varphi_s = \frac{P}{S} \quad (1.40)$$

où P la puissance de la diode et S la surface du spot.

Aucune indication n'est donnée sur la prise en compte d'une éventuelle répartition du flux le long du spot. Les études de Sonmez et Hahn³⁵ et de Nejhad^{100,105} sont purement numériques et la pertinence des hypothèses faites sur les conditions à la limite n'est pas vérifiée expérimentalement. Cette hypothèse est également faite par Barasinski¹⁰⁶ mais pour un rayonnement en incidence normale.

Or, en confrontant les estimations numériques de la température de surface lors de l'enroulement filamentaire d'un pli chauffé par un laser CO2 a des mesures expérimentales, Agarwal¹⁰¹ montre les limites de l'hypothèse d'une absorptivité égale à 1. Du fait de la géométrie cylindrique du système, l'angle d'incidence entre le laser

et la bande déposée varie entre 80 et 90°. En effet, le modèle thermique estime à 6 watts, contre les 30 watts imposés expérimentalement, la puissance nécessaire pour élever la température du point de contact à 400°C. Cela suggère alors qu'une grande partie du flux (entre 80 et 85%) est réfléchi par les surfaces éclairées, sans être absorbée par la surface opposée.

La connaissance seule du flux en sortie du laser n'est donc pas suffisante pour estimer la température de surface. L'auteur met en avant la nécessité de caractériser les propriétés radiatives sans pour autant proposer de caractérisation du matériau composite. Cependant, à l'aide d'un modèle basé sur les équations de Maxwell pour une matrice polymère pure, l'auteur calcule la fraction théorique du flux réfléchi à la surface de la bande déposée et du substrat. Bien que les amplitudes fournies ne soient pas fiables, la démarche proposée souligne l'existence de comportements différents pour les deux surfaces. Au final, le flux laser n'est pas absorbé en totalité par les surfaces et la répartition de l'absorption n'est pas isotrope.

Cette observation pour le procédé d'enroulement filamentaire est transposable au procédé de placement de fibres. Ainsi, Di Fransesco⁹⁶ établit une condition de flux surfacique homogène mais pondérée cette fois d'une absorptivité égale à 0.6. Afin de prendre en compte l'effet de l'angle d'incidence du laser sur la distribution du flux en surface, Schaefer⁸⁵ introduit l'absorptivité $\alpha(\theta)$:

$$-k\nabla T = \frac{P}{s} \alpha(\theta) \cos(\theta) \quad (1.41)$$

Avec :

$$\alpha(\theta) = \alpha_n (1 - (1 - \cos(\theta))^6) \quad (1.42)$$

Où α_n est l'absorptivité en incidence normale.

La relation (1.42) est obtenue par comparaison entre des mesures de réflectivités par sphères intégrantes pour différentes incidences, et de réflectivités spéculaires en incidence normale.

En pratique, dans le procédé de dépose de bandes, contrairement à celui d'enroulement filamentaire, le flux réfléchi par une surface peut atteindre la surface opposée. De plus, le laser devant être placé en amont pour ne pas encombrer le montage, il existe une zone d'ombre au niveau du point de contact, qui n'est pas directement éclairée par le faisceau et qui, selon la vitesse de dépose, va subir une chute de température plus ou moins rapide^{23,86,102}. Cependant, comme le souligne Grove⁹⁹, si la surface du matériau réfléchi partiellement le faisceau, des rayons additionnels peuvent atteindre le point de contact.

Dans son étude, Schaefer⁸⁵ prend en compte la première réflexion du flux à l'aide de considération géométriques. Pour considérer davantage de réflexions, des méthodes plus complexes basées sur les techniques de lancer de rayons peuvent être mises en place. Dans ce cas, le faisceau incident est modélisé par N rayons, associés à une énergie, et dont on suit le parcours dans le système jusqu'à extinction complète. A chaque

rencontre avec l'interface d'un nouveau milieu, les lois de Snell sont appliquées pour déterminer les directions des rayons transmis et réfléchis. La méthode suppose alors la connaissance des indices optiques n et k des milieux considérés.

Dans son étude numérique, Grove⁹⁹ prend en compte les deux réflexions secondaires d'un même rayon provenant d'une source laser CO2 collimatée. Le modèle suppose que la surface du matériau est spéculaire à la longueur d'onde du laser CO2 employé (10.6 μm) avec un coefficient de réflexion constant et égal à 0.28. Ce coefficient est obtenu en faisant la moyenne de la réflectivité mesurée par une méthode non explicitée sur une distance de 10 mm sur la surface du composite utilisé. L'auteur affirme que la réflectivité du matériau varie peu avec l'angle d'incidence, sans indiquer les intervalles angulaires concernés. L'attention de cette étude porte plus sur le développement d'un modèle numérique que sur l'obtention de données d'entrée cohérentes et réalistes.

Plus récemment, bien qu'ayant mis en avant le comportement diffusant du composite, Grove²¹ estime la distribution du flux en surface avec un modèle de lancer de rayons 2D sur une surface simplement spéculaire. Les indices de réfraction n et k pour le composite sont obtenus à partir des équations de Fresnel et des mesures de réflectivités spéculaires. Au final, les observations de l'effet de l'angle sur la température finale au point de contact sont à nuancer. En effet, à l'aide d'une étude paramétrique, l'auteur observe qu'une variation de 3° de l'angle d'incidence de la source entraîne une différence de 100K sur la température du point de contact.

Enfin, afin d'établir le bilan complet de l'interaction entre le faisceau laser et les surfaces dans la zone de chauffage Stokes-Griffin¹⁰² effectue également un calcul de lancer de rayons 3D sur une surface homogène équivalente, dimensionnée pour reproduire le comportement optique du composite. Elle est composée de micro-cylindres dont les indices optiques sont obtenus à partir des mesures de réflectivités via les sphères intégrantes (Figure 1.17a). Pour justifier l'utilisation des lois de Fresnel et de Snell, établies pour un matériau spéculaire, les auteurs simulent par Lancer de rayons l'expérience présentée sur la Figure 1.14 et observent les mêmes formes (Figure 1.17b). Cette conclusion reste cependant purement qualitative. Les auteurs ont par ailleurs traité avec soin la modélisation du flux en sortie de la diode laser. En effet, la distribution de l'intensité sur la zone irradiée a été prise en compte et modélisé avec une fonction dite en *top-hat*.

Il est à souligner que les méthodes de lancer de rayons sont complexes et requièrent l'utilisation d'algorithmes ou de logiciels spécifiques, comme OptiCad pour Stokes-Griffin¹⁰². L'objectif de leur emploi est de caractériser finement la distribution du flux en chaque point. Mais les conditions à la limite finales implémentées dans le modèle thermique restent purement surfaciques et imposées sur un matériau homogène équivalent :

$$-k\nabla T = \varphi_s(x, y) \quad (1.43)$$

La pertinence de cette hypothèse n'a pas été, à notre connaissance, traitée dans la littérature.

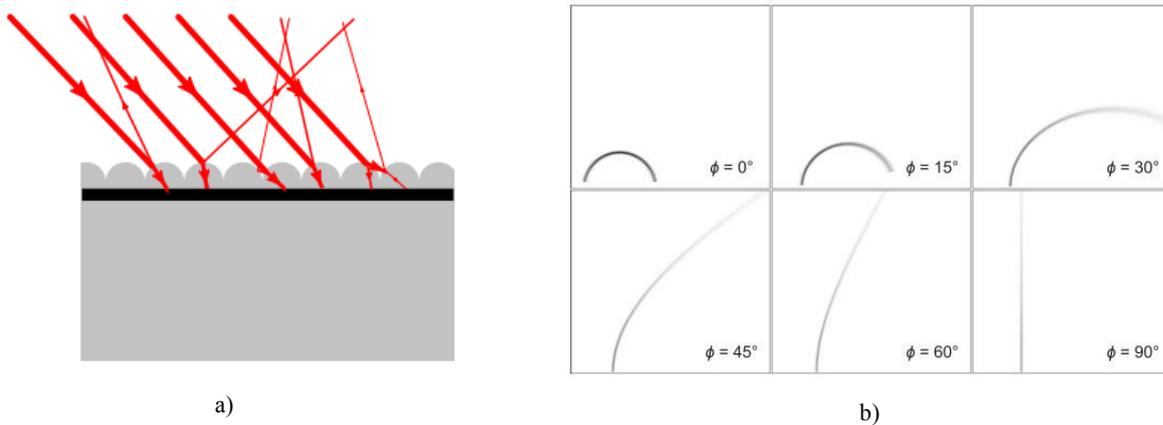


Figure 1.17 : a) Schéma du modèle de surface équivalente composée de micro-cylindres¹⁰² b) Intersection entre les lobes de diffusion obtenus par un calcul de Lancer de Rayons sur la surface équivalente et un écran fictif.

3.2.2 Conditions d'interface

Du fait de la faible épaisseur des plis, le traitement des conditions à la limite doit être adapté à la nature des différentes zones de contact possibles. Dans un modèle mésoscopique, celles-ci se trouvent entre deux plis, entre un pli et le rouleau, entre un pli et le moule. La qualité du contact entre les surfaces est déterminante pour le passage du flux thermique à l'interface. Celui-ci peut-être :

- *parfait* : il n'y a pas de discontinuité dans le champ de température ;
- *très mauvais* : le flux à l'interface est nul. Les surfaces sont thermiquement isolées l'une de l'autre ;
- *intermédiaire* : en fonction des topologies de chaque surface, seuls certains points sont effectivement en contact. Le reste du milieu interfacial est alors composé d'air piégé, et le passage du flux, passant préférentiellement par les milieux solides, est ralenti entraînant une chute de température d'un milieu à l'autre.

Ce dernier phénomène peut être modélisé via une résistance thermique de contact (RTC) entre deux solides notés 1 et 2 (Figure 1.18). Elle est établie en faisant l'hypothèse que la zone perturbée par la modification des lignes de flux est suffisamment mince pour considérer que le flux φ la traversant est conservé à chaque instant. Elle est alors représentée comme un plan π fictif. Pour des transferts unidimensionnels dans un milieu continu, un saut de température de part et d'autre de π est estimé en projetant les champs de températures unidimensionnels T_1 et T_2 de chaque volume sur π . Alors :

$$RTC = \frac{T_{1,0} - T_{2,0}}{\varphi} \quad (1.44)$$

On retrouve alors pour une interface continue :

$$RTC = 0 \quad (1.45)$$

Et pour une interface adiabatique :

$$RTC = \infty \quad (1.46)$$

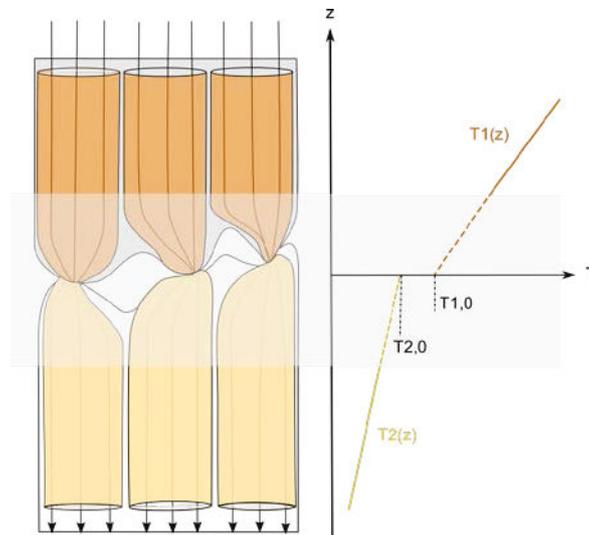


Figure 1.18 : Représentation schématique des constriction des lignes de flux dans la zone de contact¹⁰⁷.

Les problématiques liées aux résistances thermiques de contact sont bien connues dans le domaine de la mise en forme de matériaux métalliques¹⁰⁸ et polymères¹⁰⁹⁻¹¹¹. L'un des enjeux est de connaître l'évolution du contact à chaque instant du procédé, selon la pression, la température et l'état du matériau. L'approche classique de Mikic et Cooper¹¹² vise à dans un premier temps adopter une description simplifiée de la topologie de surface – par une distribution gaussienne, par exemple – et à estimer les résistances thermiques des milieux solides et fluides. La résistance induite par la constriction des lignes de flux est alors établie en fonction du nombre de points de contact et du volume respectif des phases solides et gazeuse. Puis, l'affaissement des hauteurs des rugosités au cours de la mise en forme est suivi via des modèles de déformation, et la résistance est actualisée à chaque instant. Dans la formulation de Mikic et Cooper¹¹², les hauteurs des pics sont reliées à la pression via des modèles plastiques. De nombreux autres modèles de déformations et de surface existent en fonction des applications. L'approche de Somé¹¹³ pour l'injection de polymère thermoplastique fondu dans un moule en acier utilise un approche de mouillabilité avec les tensions de surface solide / liquide et les pressions capillaires.

La caractérisation expérimentale de la résistance thermique de contact se fait généralement via des approches stationnaires où deux corps sont maintenus en contact sous pression, et les champs de températures internes sont mesurés à l'aide de thermocouples¹¹⁴. Dans cette approche la présence des thermocouples est intrusive et requiert un temps d'établissement long.

Une autre approche consiste à reproduire la mise en forme du matériau dans un environnement contrôlée et instrumenté. Le Goff¹⁵ s'intéresse par exemple à l'effet de la cristallisation dans le procédé d'injection thermoplastique sur la RTC l'aide du dispositif dit « Lagardère » (Figure 1.19b). Celui-ci permet de recréer l'injection de polymère fondu chaud contre un moule froid. L'échantillon est maintenu entre deux plaques chauffées et contrôlées en température (Figure 1.19a). Lorsque la fusion est atteinte, la plaque supérieure est remplacée par un élément froid instrumenté par un capteur de flux. A l'aide d'un modèle thermique unidimensionnel des transferts thermiques dans le polymère, la température d'interface côté moule est obtenue par méthodes inverses. Pour pallier l'incertitude liée à la mesure indirecte, Pignon¹⁰⁹ a intégré à ce système une fibre optique permettant de mesurer directement la température d'interface.

Au final, les ordres de grandeurs rapportées dans la littérature pour des contacts polypropylène / acier sont compris entre 4.10^{-4} et $1.8.10^{-3} \text{ K.m}^{-2}.\text{W}^{-1}$ ^{110,116,117}.

Dans le cas de la modélisation du procédé de placement de bandes, les conditions d'échanges thermiques aux différentes interfaces sont souvent établies sans vérification ou caractérisation expérimentales préalables. La plupart des études suggèrent un coefficient d'échange constant avec les outils (rouleau, moule)^{20,21} ou bien font l'hypothèse d'un contact adiabatique⁸⁶. Schaeffer⁸⁵ intègre une résistance thermique de contact entre le rouleau et le pli, et entre le pli et le moule en acier inoxydable à respectivement 2.10^{-3} et $7.10^{-4} \text{ K.m}^{-2}.\text{W}^{-1}$. Ces coefficients sont obtenus par minimisation entre les températures de surface chauffées obtenus par le modèle thermique, et avec des mesures par thermographie infrarouge.

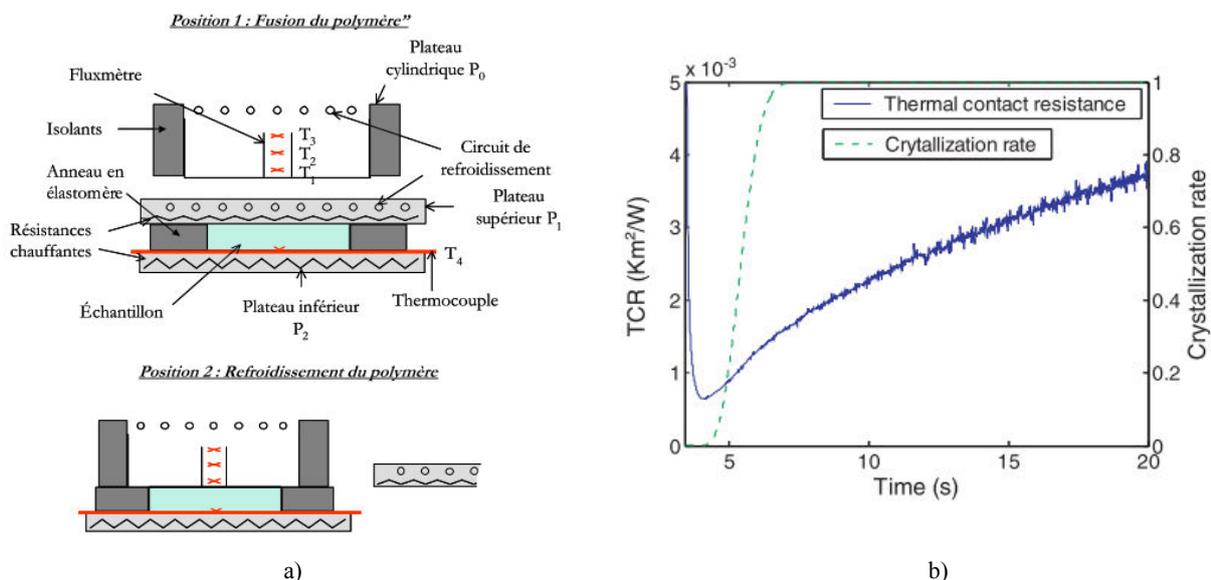


Figure 1.19 : a) Montage "Lagardère" pour la mesure de RTC lors de l'injection de polymères thermoplastiques ; b) évolution de la RTC au cours de la solidification et comparaison au taux de cristallisation.

Par ailleurs, la conduction dans le substrat est généralement considérée comme continue. Seule Barasinski⁸⁷ introduit une résistance thermique de contact entre les plis. Plusieurs configurations ont été étudiées par

l'auteur avec des valeurs constantes comprises entre 10^{-3} (contact imparfait) et 10^{-6} (contact parfait) $\text{K}\cdot\text{m}^2\cdot\text{W}^{-1}$, mais aussi avec un modèle variable où le contact est amélioré sous l'effet de la pression du rouleau. Dans ce cas, il apparait que la température de surface varie largement si les plis précédents ont été mal consolidés. La chaleur stagne en effet dans les premiers plis pouvant alors entraîner une élévation importante et non souhaitée de la température. Bien que le rôle majeur joué par ce paramètre ait été mis en avant, aucune mesure expérimentale n'a été entreprise pour le caractériser explicitement.

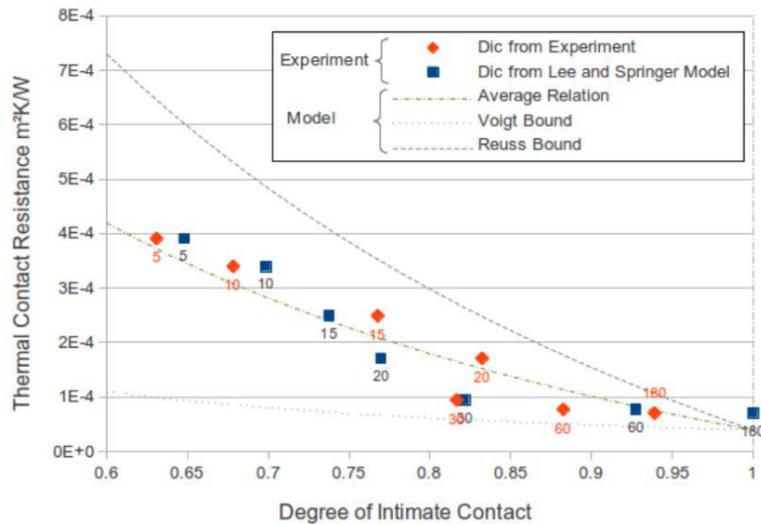


Figure 1.20 : Evolution de la résistance thermique de contact en fonction du degré de contact intime des surfaces des plis ¹¹⁸.

Pourtant le suivi de la RTC sous l'effet de l'application de pression par le rouleau fait se naturellement à travers les modèles employés pour décrire le contact intime (voir 2.2.2)¹¹⁸. Cette approche a été proposée par Levy¹¹⁸ avec une description de la surface par éléments rectangulaires simples, et a été reprise par Leon⁸⁷ avec un maillage de la topographie réelle de la surface. Levy a confronté le modèle développé à des mesures expérimentales réalisées par méthode Flash. La face arrière d'un empilement de deux plis est irradiée par un spot laser, et la température de surface en face avant est suivie par une mesure sans contact. En supposant que la diffusivité thermique de l'empilement est bien connue, il est possible de remonter à la résistance thermique globale de l'empilement puis de la résistance thermique d'interface. Il est à noter que justement, les propriétés thermiques (conductivité thermique, capacité calorifique) des plis pré-imprégnés sont peu renseignées et notamment leur dépendance en température.

Il est à noter que cette configuration reste éloignée des conditions thermiques du procédé AFP. Au final, la résistance thermique de contact mesurée estimée à $4\cdot 10^{-4}$ $\text{K}\cdot\text{m}^2/\text{W}$ pour deux plis initialement à 60 % de contact intime (Figure 1.20).

3.2.3 Validation des modèles avec des mesures expérimentales

La validation des modèles thermiques à l'aide de mesures de température est une tâche complexe. Comme le souligne Stokes-Griffin⁹⁷, la plupart des études portent sur l'optimisation des paramètres du procédé sur les critères de qualité définis plus haut^{48,59}, à l'aide de méthodes numériques. Ou bien encore, sur des mesures de propriétés mécaniques des pièces après leur fabrication. A chaque fois, les observations sont quantifiées en termes de vitesse de dépose, de débit de torche ou de puissance laser, mais pas de l'histoire thermique subie par la pièce^{14,26}.

Dans les études comportant des mesures de températures, trois approches sont utilisées, seules ou de façon complémentaire :

- les mesures dans le volume à l'aide de thermocouples,
- les mesures à la surface et à l'interface avec des thermocouples,
- les mesures de surface avant le point de contact par pyrométrie ou thermographie infrarouge.

Pour fournir des mesures fiables les thermocouples doivent avoir un diamètre fin limitant leur intrusivité par rapport à l'épaisseur des plis pré-imprégnés (environ 150 μm), un temps de réponse rapide et être associé à un système d'acquisition hautes fréquences. Pour ne pas perturber le champ de température dans la zone d'intérêt, il a été démontré qu'un thermocouple doit être placé à 10 fois son diamètre de celle-ci^{119,120}. En revanche, ils doivent également pouvoir résister aux fortes températures et pressions ressenties. La plupart des auteurs choisissent des sondes de type K, de diamètre inférieur à 100 μm ^{20,98,121}

Les thermocouples peuvent être placés sur les plis pour mesurer la température de surface puis d'interface au cours de la dépose^{57,97,122}. Cette méthode est en revanche à prendre avec précaution car le capteur, chauffé par la source, fournit sa propre température et non celle du matériau. De la même manière, tant que la jonction du thermocouple n'est pas totalement emprisonnée dans la matière, l'interprétation de la mesure de température reste délicate. D'ailleurs, plusieurs auteurs rapportent des différences entre les mesures par contact et celles sans contact détaillées plus loin^{21,57,86,97}. Inversement, la mesure de température dans le volume donne donc des résultats fiables^{6,13,26,77,88,121,123}. Mais des méthodes inverses sont nécessaires pour remonter à la température de l'interface en cours de dépose.

D'un point de vue pratique, afin de garantir la solidité des instruments de mesures, Comer²⁶ introduit les thermocouples dans des plaques composites consolidées par autoclave, et mesure les températures du volume lors de la dépose de plis additionnels. Nicodeau²⁰ a mis en place un système de cadran à insérer sur le moule lors de la dépose (Figure 1.21). Son système permet de connaître avec précision la position des thermocouples, tout au long de la mesure, en évitant d'éventuels glissements.

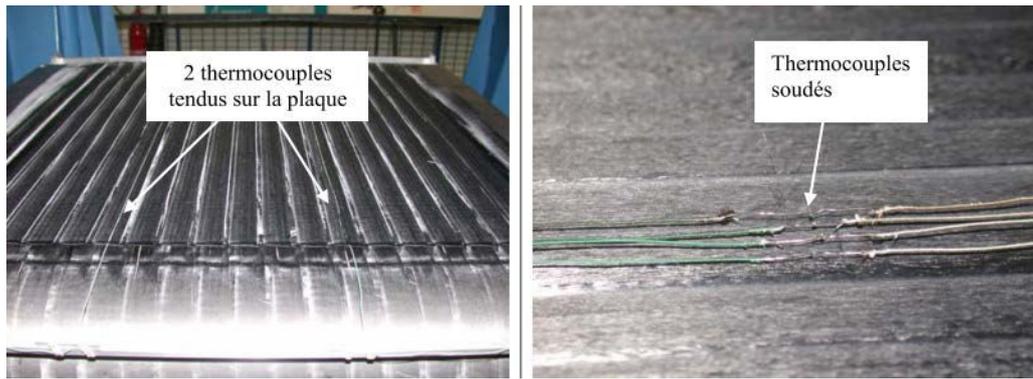


Figure 1.21 : Montage expérimental proposé par Nicodeau²⁰ consistant à maintenir les thermocouples en surface à l'aide d'un cadre rigide.

Les mesures sans contact par thermographie infrarouge^{21,77,86,96-98} sont intéressantes car elles fournissent une information temporelle et surfacique. Les variations de températures selon les zones apparaissent clairement à l'image. Cela suppose cependant de connaître la distribution d'émissivité du matériau. Cela est aisé lorsqu'une seule surface plane est concernée²⁸. En revanche, dans le procédé AFP, le flux thermique émis par un pli peut être réfléchi par le pli opposé, entraînant ainsi une surestimation de la température fournie par la caméra. De plus l'information donne la répartition de température uniquement avant le point de contact. La Figure 1.22 montre les profils de température à la surface des plis déposés obtenus par Stokes-Griffin⁸⁶ par le biais d'un modèle numérique optique / thermique. En comparant les estimations du modèle à des mesures de température de surface par thermographie infrarouge, les auteurs observent une surestimation de la température de surface mesurée avant le point de contact (« *Experimental Temp.* »). Ils proposent de compenser cet écart en comparant la mesure à celle d'un thermocouple en surface (« *Compensated Temp.* »). L'ajustement proposé est cependant discutable car il existe également une incertitude sur la signification de la mesure fournie par le thermocouple.

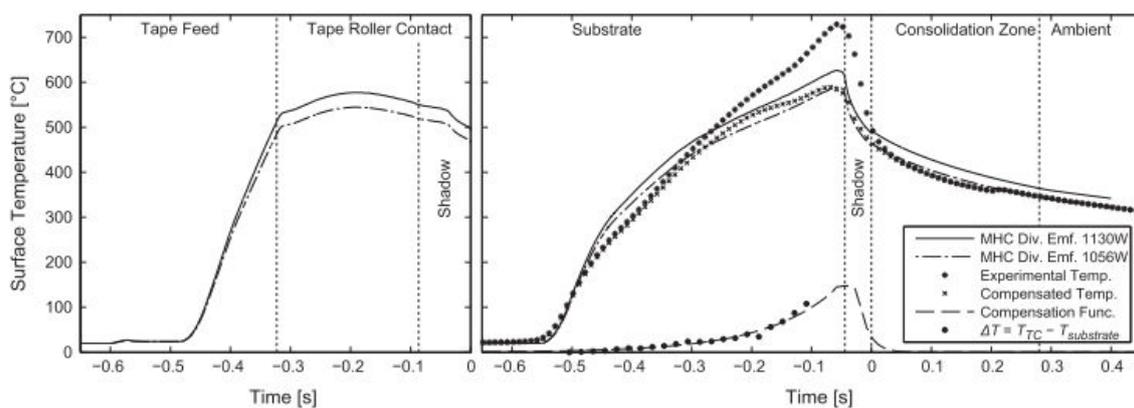


Figure 1.22 : Profils de température à la surface de la bande déposée et du substrat obtenus par un modèle numérique optique / thermique et des mesures par thermographies infrarouge⁸⁶. La vitesse de dépôt de 100 mm/s et la puissance laser de 1000 W.

En conclusion, il n'existe aujourd'hui pas d'étude ayant fournie avec certitude et précision une mesure expérimentale de l'évolution de la température dans la zone de contact au cours de la dépose.

4. Conclusion partielle et positionnement du projet

A partir de cette étude bibliographique, on perçoit l'étendue des travaux de recherche ayant porté sur l'analyse et la modélisation du procédé de dépose bandes composites thermoplastiques. Cette technologie se situe au croisement de domaines technologiques à la croissance rapide et aux avancées majeures : l'automatisation des procédés, le développement des polymères thermoplastiques hautes performances, et les diodes laser infrarouges. Par ailleurs, de nombreuses modifications techniques ont été apportées sur le dispositif au fil des études réalisées.

Des verrous subsistent cependant encore pour permettre à cette technologie de devenir suffisamment productive et s'imposer face aux procédés existants. La qualité de la pièce finale étant pilotée par des mécanismes physiques thermo-dépendants, la maîtrise de l'histoire thermique du matériau est incontournable. Or, de l'état de l'art sur la modélisation thermique émergent des approximations et des lacunes, en particulier concernant les hypothèses de conditions aux limites. L'histoire thermique du matériau à l'échelle du procédé est ainsi toujours modélisée dans son ensemble et aucune étude thermique d'un pli seul n'a été réalisée à ce jour.

Il apparaît ainsi qu'une caractérisation complète des propriétés radiatives du composite est nécessaire pour établir avec certitude la condition de flux en entrée du matériau. Mais aussi que la validation ou l'infirmité de l'hypothèse de flux d'entrée surfacique est primordiale pour espérer prédire correctement l'élévation de température en surface d'un pli.

Par ailleurs, les échanges thermiques aux différentes interfaces ont jusqu'à présent été peu étudiés. Quelques auteurs ont utilisé le modèle de résistance thermique de contact dont les prérequis d'application sont exigeants (régime stationnaire, zone perturbée fine). Pourtant, la répartition de la température à la surface et dans le volume du substrat et de la bande en cours de dépose impacte directement la prédiction de la consolidation. L'analyse des flux transmis en face arrière d'un pli lors de son éclairage par une source laser fera donc également l'objet de ce travail. L'objectif sera de vérifier s'il existe un temps d'établissement du transfert thermique dans la zone perturbée à l'interface, dont l'épaisseur devra aussi être estimée.

Enfin, l'établissement d'un modèle numérique est nécessairement renforcé par une validation expérimentale. Cependant, l'étude bibliographique fait ressortir un certain nombre de difficultés pour la mise en œuvre de mesure de température directement sur des bras de dépose. Une approche alternative consiste à reproduire les conditions thermiques subies par un laminé lors du procédé à l'aide d'un dispositif expérimental dont l'environnement et la métrologie sont parfaitement contrôlés. Ce projet s'inscrit dans cette démarche dont l'objectif est, à plus long terme, de développer un tel système de caractérisation.

La suite du manuscrit présente un travail mené sur la caractérisation radiative et thermique d'un pli composite carbone / PEEK. Dans le chapitre 2, un modèle thermique 2D du procédé à l'échelle de la dépose d'un pli permettra de définir les ordres de grandeurs des temps de chauffage et des températures atteintes par le matériau en fonction des paramètres d'entrée (vitesse, puissance, angle d'incidence). L'influence des conditions aux limites sur l'histoire thermique du matériau, et la difficulté d'établir une fenêtre de procédé pour le soudage des plis, seront mises en avant. Puis, l'analyse du comportement en réflexion du composite par spectroscopie infrarouge sera traitée dans le chapitre 3. Le rôle de la longueur d'onde, de l'angle d'incidence et de l'orientation des fibres sur l'amplitude et la forme des lobes de diffusion sera quantifié. Enfin, un dispositif de caractérisation thermique permettant d'analyser les transferts thermiques à l'échelle d'un pli unique sera présenté. Le développement du système et l'instrumentation thermique déployée pour la mesure de la température de surface et du flux thermique sur des temps courts feront l'objet du chapitre 4. L'exploitation du banc et l'analyse des mesures obtenues sur le matériau composite sera menée dans le chapitre 5.

Références bibliographiques

1. Cinquin, J. Les composites en aérospatiale. *Tech. l'ingénieur* 1–14 (2002).
2. Lukaszewicz, D. H.-J. a., Ward, C. & Potter, K. D. The engineering aspects of automated prepreg layup: History, present and future. *Compos. Part B Eng.* **43**, 997–1009 (2012).
3. Frketic, J., Dickens, T. & Ramakrishnan, S. Automated manufacturing and processing of fiber-reinforced polymer (FRP) composites : An additive review of contemporary and modern techniques for advanced materials manufacturing. *Addit. Manuf.* **14**, 69–86 (2017).
4. Mondo, J., Wijskamp, S. & Lenferink, R. *Overview of Thermoplastic Composite ATL and AFP Technologies. ITHEC 25*
5. Aström, T. *Manufacturing of Polymer Composites.* (London : Chapman & Hall, 1997).
6. Lichtinger, R., Hörmann, P., Stelzl, D. & Hinterhölzl, R. The effects of heat input on adjacent paths during Automated Fibre Placement. *Compos. Part A Appl. Sci. Manuf.* **68**, 387–397 (2015).
7. Hassan, N., Thompson, E. & Batra, R. A Heat Transfer Analysis of the Fiber Placement Composite Manufacturing Process. *J. Reinf. Plast. Compos.* **24**, 869–888 (2005).
8. Hörmann, P. *et al.* On the numerical prediction of radiative heat transfer for thermoset automated fiber placement. *Compos. Part A Appl. Sci. Manuf.* **67**, 282–288 (2014).
9. Simacek, P., Advani, S. G., Gruber, M. & Jensen, B. A non-local void filling model to describe its dynamics during processing thermoplastic composites. *Compos. Part A Appl. Sci. Manuf.* **46**, 154–165 (2013).
10. Aucher, J. *etude comparative du comportement composites à matrice thermoplastique ou thermodurcissable.* (2011).
11. Ageorges, C. & Le, Y. in *Fusion Bonding of Polymer Composites* 105–133 (Springer-Verlag London, 2002).
12. Lamontia, M. Remaining developments required for commercializing in-situ thermoplastic ATP. in *SAMPE Conference and Exhibition, June 3,6 2007* (2007).
13. Lamontia, M. A. *et al.* Modeling the Accudyne Thermoplastic In Situ ATP Process. in *30th International SAMPE Europe Conference, March 23-25* (2009).

14. Khan, M. A., Mitschang, P. & Schledjewski, R. Identification of Some Optimal parameters to achieve Higher Laminate Quality through Tape Placement Process. *Adv. Polym. Technol.* **29**, 98–111 (2010).
15. Lamontia, M. A., Gruber, M. B., Tierney, J. & Gillespie, J. W. In Situ Thermoplastic ATP Needs Flat Tapes and Tows with Few Voids. in *30th International SAMPE Europe Conference*, (2009).
16. Gruber, M. B. *et al.* Thermoplastic in situ placement requires better impregnated tapes and tows. in *SAMPE Conference and Exhibition, May 21-24* (2012).
17. Khan, M. A. & Schledjewski, R. Influencing factors for an online consolidating thermoplastic tape placement process. in *International Conference on Composites Material 17* (2010).
18. Giraud, I. Elaboration d'ensimages thermoplastiques thermostables : influence sur le comportement mécanique des composites PEEK /Fibres de carbone. (2011).
19. Lamèthe, J. Etude de l'adhésion de composites thermoplastiques : Application à la mise en œuvre par soudure. (Pierre et Marie Curie - Paris VI, 2005).
20. Nicodeau, C. Modélisation du soudage en continu de composites à matrice thermoplastique. (Ecole Nationale Supérieure d'Arts et Métiers, 2005).
21. Grouve, W. Weld strength of laser-assisted tape placed thermoplastic composites. (Universiteit Twente, 2012).
22. Ageorges, C., Ye, L. & Hou, M. Advances in fusion bonding techniques for joining thermoplastic matrix composites: A review. *Compos. - Part A Appl. Sci. Manuf.* **32**, 839–857 (2001).
23. Grouve, W. J. B., Warnet, L. L., Rietman, B. & Akkerman, R. On the weld strength of in situ tape placed reinforcements on weave reinforced structures. *Compos. Part A Appl. Sci. Manuf.* **43**, 1530–1536 (2012).
24. Debout, P. & De, C. Calcul de trajets de dépose dans le cadre de la fabrication de pièces aéronautiques : calcul de trajets de dépose de composite. (Université Balise Pascal Clermont-Ferrand, 2012).
25. Schmidt, C., Denkena, B., Hocke, T. & Völtzer, K. Influence of AFP process parameters on the temperature distribution used for thermal in-process monitoring. *Procedia CIRP* **66**, 68–73 (2017).
26. Comer, A. J. *et al.* Mechanical characterisation of carbon fibre–PEEK manufactured by laser-assisted automated-tape-placement and autoclave. *Compos. Part A Appl. Sci. Manuf.* **69**, 10–20 (2015).
27. Lee, Y. & Porter, R. S. Effects of Thermal History on Crystallization of Poly (ether ether ketone) (PEEK). **2776**, 2770–2776 (1988).

28. Dolo, G., Férec, J., Cartié, D., Grohens, Y. & Ausias, G. Model for thermal degradation of carbon fiber filled poly(ether ether ketone). *Polym. Degrad. Stab.* **143**, 20–25 (2017).
29. Patel, P. *et al.* Mechanism of thermal decomposition of poly(ether ether ketone) (PEEK) from a review of decomposition studies. *Polym. Degrad. Stab.* **95**, 709–718 (2010).
30. K. Cole, I. C. Fourier transform infrared spectroscopic study of thermal degradation in poly(ether ether ketone) carbon composites. *Polymer (Guildf)*. **34**, 740–745 (1993).
31. K. Cole, I. C. Fourier transform infrared spectroscopic study of thermal degradation in films of poly(ether ether ketone). *Thermomechanica Acta* **211** 209–228 (1992).
32. Hilado, C. J. in *Flammability Handbook For Plastics* (Technomic Publishing Company Inc, 1998).
33. Day, M. & D.R. Budgell. Kinetics of the thermal degradation of poly(phenylene sulfide). *Thermochim. Acta* **203**, 465–474 (1992).
34. Cogswell, F. N. *Thermoplastic Aromatic Polymer Composites*. (Butterworth-Heinemann Ltd, 1992).
35. Sonmez, F. O. & Hahn, H. T. Modeling of heat transfer and Crystallization in thermoplastic Composite Tape Placement Process. *J. Thermoplast. Compos. Mater.* **10**, 198–240 (1997).
36. A.M. Maffezzoli, J.M. Kenny, L. N. Welding of PEEK/Carbon Fiber Composite Laminates. *SAMPE J.* **25**, 35–39 (1989).
37. Maffezzoli, A. M., Kenny, J. M. & Nicolais, L. *Modeling of Thermal and Crystallization Behavior of the Processing of Thermoplastic Matrx Composites. Materials and Processing - Move into 90's* (1989).
38. Tardif, X. *et al.* Experimental study of crystallization of PolyEtherEtherKetone (PEEK) over a large temperature range using a nano-calorimeter. *Polym. Test.* **36**, 10–19 (2014).
39. Grouve, W. J. B., Warnet, L. L., Rietman, B., Visser, H. a. & Akkerman, R. Optimization of the tape placement process parameters for carbon–PPS composites. *Compos. Part A Appl. Sci. Manuf.* 44–53 (2013). doi:10.1016/j.compositesa.2013.03.003
40. Nam, J. D. & Seferis, J. C. Generalized Composite Degradation Kinetics under Isothermal and Nonisothermal CONditions. *J. Polym. Phys.* **30**, 455–463 (1992).
41. Carti, D., Grohens, Y., Ausias, G., Dolo, G. & Julien, F. Model for thermal degradation of carbon fi ber fi lled poly (ether ether ketone). *Polym. Degrad. Stab.* **143**, 20–25 (2017).
42. Tierney, J. & Gillespie, J. W. Modeling of Heat Transfer and Void Dynamics for the Thermoplastic

- Composite Tow-Placement Process. *J. Compos. Mater.* **37**, 1745–1768 (2003).
43. Lee, W. Il & Springer, G. S. A Model of the Manufacturing Process of Thermoplastic Matrix Composites. *J. Compos. Mater.* **21**, 1017–1055 (1987).
44. Mantell, S. C. & Springer, G. S. Manufacturing Process Models for Thermoplastic Composites. *J. Compos. Mater.* **26**, 2348–2377 (1992).
45. Loos, A. C. & Dara, P. H. *Processing of Thermoplastic Composites*. (1987).
46. Pitchumani, R., Gillespie, J. W., Lamontia, M. A. & Systems, A. M. Analysis of transport phenomena governing interfacial bonding and void dynamics during thermoplastic tow-placement. *Int. J. Heat Mass Transf.* **39**, (1996).
47. Yang, F. & Pitchumani, R. A fractal Cantor set based description of interlaminar contact evolution during. *J. Mater. Sci.* **36**, 4661–4671 (2001).
48. Sonmez, F. O. & Hahn, H. T. Analysis of the On-line Consolidation Process in thermoplastic Composite tape Placement. *J. Thermoplast. Compos. Mater.* **10**, 543–572 (1997).
49. Wool, R. P. Self-healing materials: a review. *Soft Matter* **4**, 400 (2008).
50. Gennes, P. de. Reptation of a Polymer Chain in the Presence of Fixed Obstacles. *J. Chem. Phys.* **55**, 572–579 (1971).
51. Edwards, S. F. & Doi, M. Concentrated Polymer Systems. *J. Chem. Soc. Faraday Trans. 2 Mol. Chem. Phys.* **74**, 1818–1832 (1978).
52. Wool, R. P. & O'Connor, K. A theory of crack healing in polymers. *J. Appl. Phys.* **52**, 5953 (1981).
53. Bastien, L. J. & Gillespie, J. W. A Non Isothermal healing Model for Strength and Toughness of Fusion Bonded Joints of Amorphous Thermoplastics. *Polym. e* **31**, (1991).
54. Wool, Y. H. K. and R. P. A theory of healing at a polymer-polymer interface. *Macromolecules* **16**, 1115–1120 (1983).
55. Yang, F. & Pitchumani, R. Healing of Thermoplastic Polymers at an Interface under Nonisothermal Conditions. 3213–3224 (2002).
56. Yang, F. & Pitchumani, R. Nonisothermal healing and interlaminar bond strength evolution during thermoplastic matrix composites processing. *Polym. Compos.* **24**, 263–278 (2003).
57. Stokes-Griffin, C. M. & Compston, P. Investigation of sub-melt temperature bonding of carbon-

- fibre/PEEK in an automated laser tape placement process. *Compos. Part A Appl. Sci. Manuf.* **84**, 16–19 (2014).
58. Mantell, S. C. & Springer, G. S. Processing Thermoplastic Composites in a Press and by Tape Laying ; Experimental Results. *J. Compos. Mater.* **26**, 2378–2401 (1992).
59. Pitchumani, R., Gillespie, J. W. & Lamontia, M. . Design and Optimization of a thermoplastic Tow-Placement Process with in-situ Consolidation. *J. Compos. Mater.* **31**, 244–275 (1997).
60. Christine A. Butler, R. L. M. An Analysis of Mechanisms Governing Fusion Bonding of Thermoplastic Composites. *J. Thermoplast. Compos. Mater.* **11**, 338–363 (1998).
61. Tierney, J. J. & Gillespie Jr., J. W. Crystallization kinetics behavior of PEEK based composites exposed to high heating and cooling rates. *Compos. Part A Appl. Sci. Manuf.* **35**, 547–558 (2004).
62. Agarwal, V. The Thermoplastic Laser-Assisted Consolidation Process -Mechanical and Microstructure Characterization. *J. Thermoplast. Compos. Mater.* **9**, 365–380 (1996).
63. Parlevliet, P. P., Bersee, H. E. N. & Beukers, A. Residual stresses in thermoplastic composites—A study of the literature—Part I: Formation of residual stresses. *Compos. Part A Appl. Sci. Manuf.* **37**, 1847–1857 (2006).
64. Sonmez, F. O. & Hahn, H. T. Analysis of Process-Induced Residual Stresses in Tape Placement. *J. Thermoplast.* **15**, 525–544 (2002).
65. Velisaris, C. N. & Seferis, J. C. Crystallization kinetics of polyetheretherketone (peek) matrices. *Polym. Eng. Sci.* **26**, 1574–1581 (1986).
66. Choe, C. R. & Lee, K. H. Non-isothermal Crystallization Kinetics of Poly(Etheretherketone) PEEK. *Polym. Eng. Sci.* **29**, 801–805 (1989).
67. Kenny, J. M., Maffezzoli, a. & Nicolais, L. A model for the thermal and chemorheological behavior of thermoset processing: (II) Unsaturated polyester based composites. *Compos. Sci. Technol.* **38**, 339–358 (1990).
68. Gao, S. & Kim, J. Cooling rate influences in carbon fibre / PEEK composites . Part 1 . Crystallinity and interface adhesion. **31**, 517–530 (2000).
69. Ranganathan, S. & Advani, S. A Non-Isohermal Process Model for Consolidation and Void reduction During In-situ tow placmeent of thermoplastic composites. *J. Compos. Mater.* **29**, 1040–1062 (1994).
70. Simacek, P., Heider, D., Gillespie, J. W. & Advani, S. Post-filling flow in vacuum assisted resin transfer

- molding processes: Theoretical analysis. *Compos. Part A Appl. Sci. Manuf.* **40**, 913–924 (2009).
71. Springer, G. S. & Lee, S.-Y. Filament Winding Cylinders III. Selection of the Process Variables. *J. Compos. Mater.* **24**, 1344–1366 (1990).
 72. Sonmez, F. O. & Hahn, H. T. Thermoviscoelastic analysis of the Thermoplastic Composite Tape Placement Process. *J. Thermoplast. Compos. Mater.* **10**, 381–414 (1997).
 73. Sonmez, F. O. & Akbulut, M. Process optimization of tape placement for thermoplastic composites. *Compos. Part A Appl. Sci. Manuf.* **38**, 2013–2023 (2007).
 74. Lemarchand, F. Etude de l'apparition des contraintes résiduelles dans le dépose d'empilement par soudage et consolidation en continu de composites thermoplastiques Docteur 1^{er} École Nationale Supérieure d'Arts et Métiers.
 75. Lamontia, M. a *et al.* Conformable Compaction System used in Automated Fiber Placement of Large Composite Aerospace Structures. in *International SAMPE Europe Conference* 745–756 (2002).
 76. Stokes-Griffin, C. M., Matuszyk, T. I., Compston, P. & Cardew-Hall, M. J. Modelling the Automated Tape Placement of Thermoplastic Composites with In-Situ Consolidation. *Sustain. Automot. ...* (2012). doi:10.1007/978-3-642-24145-1_9
 77. Qureshi, Z., Swait, T., Scaife, R. & El-Dessouky, H. M. In situ consolidation of thermoplastic prepreg tape using automated tape placement technology: Potential and possibilities. *Compos. Part B Eng.* **66**, 255–267 (2014).
 78. Lamontia, M. A. *et al.* Contoured Tape Laying and Fiber Placement Heads for Automated Fiber Placement of Large Composite Aerospace Structures. in *34th ISTC* (2003).
 79. Chinesta, F. *et al.* First steps towards an advanced simulation of composites manufacturing by automated tape placement. *Int. J. Mater. Form.* **7**, 81–92 (2014).
 80. Kergomard, Y. D., Satheesh, B., Dufort, L. & Schledjewski, R. 3D Thermo-mechanical model based simulation for the welding of thermoplastic composite tape using automated tape laying (ATL) process. 19–24 (2015).
 81. Schledjewski, R. & Latrille, M. Processing of unidirectional fiber reinforced tapes—fundamentals on the way to a process simulation tool (ProSimFRT). *Compos. Sci. Technol.* **63**, 2111–2118 (2003).
 82. Tumkor, S; Turkmen, N. Modeling of heat transfer un thermoplastic composite tape lay-up manufacturing. **28**, (2001).

83. Dedieu, C., Chinesta, F. & Leygue, A. Advanced Simulation of the Laser-Assisted Tape Placement Process. 2–3 (2014).
84. Toso, Y. M. P., Ermanni, P. & Poulidakos, D. Thermal Phenomena in Fiber-reinforced Thermoplastic Tape Winding Process: Computational Simulations and Experimental Validations. *J. Compos. Mater.* **38**, 107–135 (2004).
85. Schaefer, P. M., Gierszewski, D., Kollmannsberger, A., Zaremba, S. & Drechsler, K. Analysis and improved process response prediction of laser- assisted automated tape placement with PA-6 / carbon tapes using Design of Experiments and numerical simulations. *Compos. Part A* **96**, 137–146 (2017).
86. Stokes-Griffin, C. M. & Compston, P. A combined optical-thermal model for near-infrared laser heating of thermoplastic composites in an automated tape placement process. *Compos. Part A Appl. Sci. Manuf.* **75**, 104–115 (2014).
87. Leon, A. *et al.* Modeling the Evolution of Thermal Contact Resistance between Two Thermoplastic Pre-impregnated Tapes Considering the Real Surface . in *ESAFORM 2016* **170023**, (2016).
88. Barasinski, A. *et al.* An Improvement in Thermal Modelling of Automated Tape Placement Process. **185**, 185–190 (2011).
89. Mantell, S. C. & Springer, G. S. Filament winding process models. **27**, 141–147 (1994).
90. Regnier, G., Nicodeau, C., Verdu, J., Cinquin, J. & Chinesta, F. A multi-physic and multi-scale approach to model the continuous welding of thermoplastic matrix composites. *Macromolecules* **2**, 1–6 (2007).
91. Sarrazin, H. & George S. Springer. Thermochemical and Mechanical Aspects of Composite Tape Laying. *J. Compos. Mater.* **29**, 1908–1942 (1995).
92. Skandali, M. Two-dimensional and transient thermal model of the continuous tape talying process. in *20th International Conference on Composite Materials* (2015).
93. Colton, J. & Leach, D. Processing Parameters for Filament Winding Thick-Section PEEK / Carbon Fiber Composites. *Polym. Compos.* **13**, 427–434 (1992).
94. Colton, J., Muzzy, J., Birger, S., Yang, H. & Norpoth, L. Processing Parameters for Consolidating PEEK / Carbon Fiber (APC2) composiets. *Polym. Compos.* **13**, 421–426 (1992).
95. Schell, J. S. U., Guillemintot, J., Binetruy, C. & Krawczak, P. Computational and experimental analysis of fusion bonding in thermoplastic composites: Influence of process parameters. *J. Mater. Process. Technol.* **209**, 5211–5219 (2009).

96. Di Francesco, M., Veldenz, L., Dell, G. & Potter, K. Composites : Part A Heater power control for multi-material , variable speed Automated Fibre Placement. *Compos. Part A* **101**, 408–421 (2017).
97. Stokes-Griffin, C. M. & Compston, P. The effect of processing temperature and placement rate on the short beam strength of carbon fibre–PEEK manufactured using a laser tape placement process. *Compos. Part A Appl. Sci. Manuf.* **78**, 274–283 (2015).
98. Barasinski, A., Leygue, A., Soccard, E. & Poitou, A. Identification of non uniform thermal contact resistance in automated tape placement process To cite this version : Identification of non uniform thermal contact resistance in automated tape placement process. *Int. J. Mater. Forming* **7**, 479–486 (2013).
99. Grove, S. Thermal modelling of tape laying with continuous carbon fibre- reinforced thermoplastic. *Composites* **19**, 367–375 (1988).
100. Nejhad, M. G., Cope, R. & Güçeri, S. Thermal Analysis of in-situ Thermoplastic Composite Tape Laying. *J. Thermoplast. Compos. Mater.* **4**, 20–45 (1991).
101. Agarwal, V., Güçeri, S., McCullough, R. & Schultz, J. Thermal Characterization of the Laser- Assisted Consolidation Process. *J. Thermoplast.* **5**, 115–135 (1992).
102. Stokes-Griffin, C. M. & Compston, P. Optical characterisation and modelling for oblique near-infrared laser heating of carbon fibre reinforced thermoplastic composites. *Opt. Lasers Eng.* **72**, 1–11 (2015).
103. Orth, T. Zeitschrift Kunststofftechnik. *J. Plast. Technol.* **11**, (2015).
104. J.M. Chalmers, N.J. Overall, S. E. Specular Reflectance : A Convenient Tool for Polymer Characterisation by FTIR-Microscopy ? *Micron* **27**, 315–328 (1996).
105. Nejhad, M. N. G. Thermal Analysis For Thermoplastic Composite Tow/Tape Preheating and Pultrusion. *J. Thermoplast. Compos. Mater.* **10**, 504–523 (1997).
106. Barasinski, A. Modélisations du procédé de placement de fibres composites à matrice thermoplastique. (Ecole Centrale Nantes, 2012).
107. Somé, C. *Caractérisation de l'adhésion dans un procédé de surmoulage.* (2014).
108. Masson, P. Le, Bourouga, B., Dessain, C. & Penazzi, L. Etude théorique et expérimentale des aspects thermiques de l'emboutissage à chaud de l'Usibor 1500P sur des outillages partiellement chauffés. (Université de Nantes, 2013).
109. Pignon, B. Cristallisation des polymère semi-cristallins en condition thermique extrême. (Université de

- Nantes, 2015).
110. Bendada, a, Dourdour, a, Lamontagne, M. & Simard, Y. Analysis of thermal contact resistance between polymer and mold in injection molding. *Appl. Therm. Eng.* **24**, 2029–2040 (2004).
 111. Delaunay, D., Le Bot, P., Fulchiron, R., Luye, J. F. & Regnier, G. Nature of contact between polymer and mold in injection molding. Part I: Influence of a non-perfect thermal contact. *Polym. Eng. Sci.* **40**, 1682–1691 (2000).
 112. Cooper, M. G. & Yovanovich, B. B. M. and M. M. Thermal Contact Conductance. *Int J. Heat Mass Transf.* **153**, 317–23 (1969).
 113. Somé, S. C. *et al.* Modeling of the thermal contact resistance time evolution at polymer-mold interface during injection molding: Effect of polymers' solidification. *Appl. Therm. Eng.* **84**, 150–157 (2015).
 114. Fieberg, C. & Kneer, R. Determination of thermal contact resistance from transient temperature measurements. **51**, 1017–1023 (2008).
 115. Le Goff, R., Poutot, G., Delaunay, D., Fulchiron, R. & Koscher, E. Study and modeling of heat transfer during the solidification of semi-crystalline polymers. *Int. J. Heat Mass Transf.* **48**, 5417–5430 (2005).
 116. Goff, R. Le. Etude et modélisation des transferts thermiques lors de la solidification de pièces injectées en polymère semi-cristallin chargé de fibres. (Ecole Polytechnique de l'Université de Nantes, 2006).
 117. Delaunay, D. 1. Introduction to Heat Transfer During the Forming of Organic Matrix Composites. 1–27
 118. Levy, A., Heider, D., Tierney, J. & Jr, J. G. Inter-layer Thermal Contact Resistance Evolution with the Degree of Intimate Contact in the processing of Thermoplastic Composite Laminates. *J. Compos. Mater.* **48**, 491–503 (2012).
 119. Bardon, J. La mesure des températures de surface par contact. Erreurs liées aux transferts de chaleur parasites. *Rev. Générale Therm.* **170**, 123–135 (1976).
 120. Bardon, J. P. & Cassagne, B. Température de surface - Mesure par contact. *Tech. l'ingénieur* 1–27 (1998).
 121. Kim, H. J. A Study on Heat Transfer During Thermoplastic Composite Tape Lay-up Process. *Exp. Therm. Fluid Sci.* **13**, 408–418 (1996).
 122. Grouve, W. J. B., Warnet, L. L. & Akkerman, R. Critical assessment of the mandrel peel test for fiber reinforced thermoplastic laminates. *Eng. Fract. Mech.* **101**, 96–108 (2013).

123. Shih, P.-J. On-Line Consolidation of Thermoplastic Composites On-Line Consolidation of Thermoplastic Composites. (Faculty of the Virginia Polytechnic Institute and State University, 1997).

Chapitre 2

Modélisation thermique du procédé

1.	Introduction.....	61
2.	Matériau composite de référence.....	61
2.1	Propriétés thermiques du composite.....	62
2.1.1	Conductivité thermique	62
2.1.2	Capacité thermique.....	63
2.1.3	Masse volumique.....	65
3.	Modèle thermique préliminaire.....	65
3.1	Modèle simplifié.....	65
3.1.1	Géométrie du modèle.....	65
3.1.2	Modèle thermique.....	67
3.1.3	Conditions aux limites.....	69
3.1.4	Surface éclairée.....	71
3.2	Maillage.....	74
3.3	Résultats	75
3.3.1	Convergence en maillage.....	76
3.3.2	Etat transitoire.....	77
3.3.3	Etat stationnaire	78
3.3.4	Etude paramétrique.....	79
3.3.5	Fenêtre de procédé.....	89

4. Conclusion partielle	91
Références bibliographiques	93

1. Introduction

A présent que les enjeux liés à la compréhension des phénomènes physiques ont été décrits, un modèle thermique simplifié de la dépose d'un pli est présenté. Cette modélisation est établie à partir des données de la littérature. L'objectif est d'une part d'établir les ordres de grandeurs caractéristiques du procédé (temps de chauffage, températures atteintes,..), mais aussi de mettre en avant l'influence des paramètres du procédé sur l'histoire thermique du matériau. A travers une étude paramétrique, on analyse les variations de température de surface engendrées par les fluctuations des paramètres dits « procédé » (vitesse de dépose, puissance, angle d'incidence) mais aussi « matériaux » (conductivité thermique, résistance thermique de contact). On montre que la connaissance seule des paramètres « procédé » ne suffit pas pour prédire les distributions de température en surface. Il est également nécessaire de déterminer avec précision les propriétés du matériau et d'affiner la définition des conditions à la limite. Dans un premier temps, les propriétés thermiques du matériau considéré et leurs caractérisations expérimentales sont détaillées.

2. Matériau composite de référence

Le matériau sélectionné pour cette étude est composé de fibres de carbone unidirectionnelles pré-impregnées, entourées d'une matrice polymère PEEK (Poly Ether Ether Ketone).

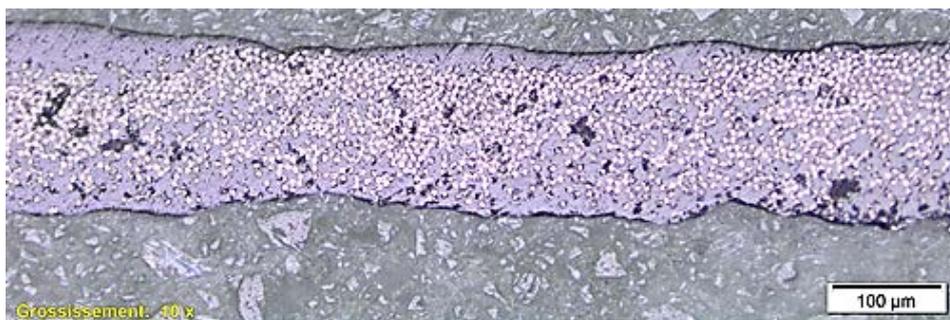


Figure 2.1 : Micrographie d'un pli composite dans le sens perpendiculaire aux fibres unidirectionnelles.

La fraction volumique $v_{v,fibres}$ des fibres dans le matériau est de 62 % (données fournisseur), soit environ une fraction massique $v_{m,fibres}$ de 68 %. Une micrographie d'une coupe perpendiculaire au sens des fibres est présentée sur la Figure 2.1. L'épaisseur moyenne des plis est évaluée à 158 µm +/- 12 µm.

La matrice est le polymère aromatique PEEK semi-cristallin présentant une température de transition vitreuse T_g et une température de fusion T_f . Une analyse par Calorimétrie Différentielle à Balayage (DSC, *Differential*

Scanning Calorimetry) est effectuée lors du chauffage entre 20 et 400°C, avec une vitesse de 5 K/min, de granulés de matrice PEEK 150G pure. Sur la Figure 2.2 on identifie que les deux transitions majeures se déroulent à respectivement à $T_g = 143^\circ\text{C}$ et $T_f = 345^\circ\text{C}$

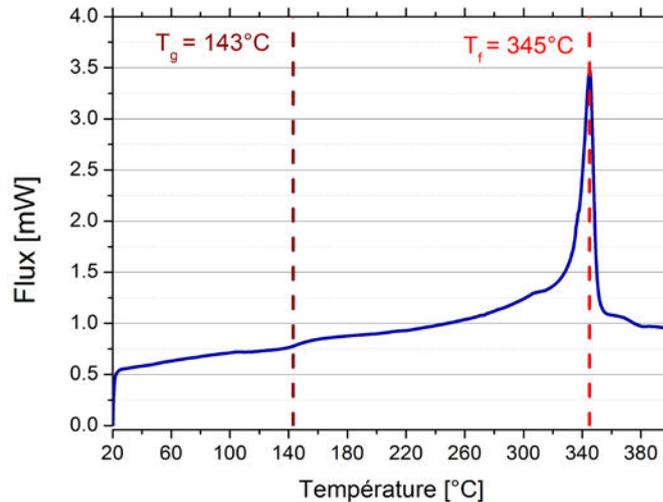


Figure 2.2 : Thermogramme du flux obtenu par DSC lors du chauffage entre 20 et 400°C à 5°C/min de granulés de polymère PEEK 150G pur.

2.1 Propriétés thermiques du composite

Le matériau composite fibreux est anisotrope par nature. Cependant, dans une approche de modélisation du procédé à l'échelle mésoscopique, c'est-à-dire celle de la tête de dépose, il n'est pas concevable de considérer les propriétés individuelles des composants à l'échelle microscopique. L'étude numérique des transferts thermiques lors de la dépose d'un nouveau pli considère donc un matériau homogène équivalent, défini par un modèle continu classique. Les propriétés thermiques de ce dernier sont données dans la suite (§2.1.1-3).

2.1.1 Conductivité thermique

Les fibres de carbone unidirectionnelles de type AS4 ont un diamètre avoisinant 7 μm . Du fait de leur microstructure, la conductivité thermique des fibres est plus importante dans le sens longitudinal que radial. La matrice polymère étant isotrope, la conductivité thermique du pli pré-imprégné aura les mêmes directions d'anisotropie que celles des fibres.

La conductivité transverse d'un pli carbone / PEEK est mesurée expérimentalement à l'aide d'un système s'apparentant à un dispositif de plaques chaudes gardées, adapté aux échantillons de faible épaisseur. Une éprouvette cylindrique de diamètre 2 cm est maintenue entre deux plots en acier, portés respectivement à 20°C (plot froid) et 50°C (plot chaud) (Figure 2.3). L'axe radial de chaque plot est instrumenté d'un capteur de flux,

mesurant les flux thermiques entrant et sortant du pli, φ_1 et φ_2 . Lorsque l'état stationnaire est établi, c'est-à-dire quand $\varphi_1 = \varphi_2$, la conductivité transverse de l'échantillon est évaluée à l'aide de la loi de Fourier :

$$k_{t,composite} = \frac{|\varphi_1|e}{(T_2 - T_1)} \quad (2.1)$$

Il est à noter que, du fait de sa faible épaisseur e et de la faible conductivité dans le sens transverse, une fine couche de graisse thermique est apposée sur les deux surfaces du pli, afin de diminuer les résistances thermiques de contact et accroître les transferts thermiques vers les plots.

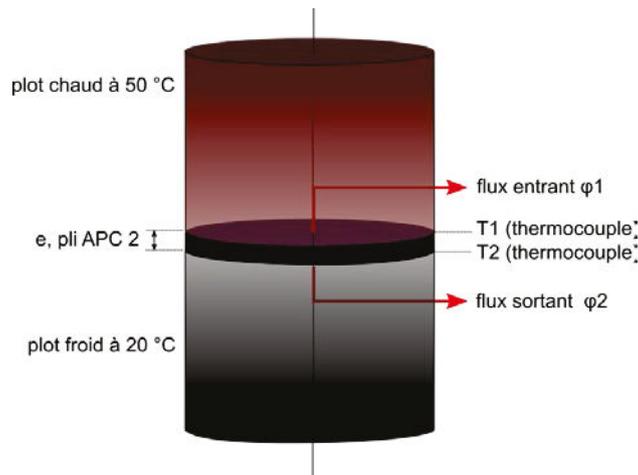


Figure 2.3 : Schéma du dispositif de mesure de conductivité thermique transverse.

Grâce à ce dispositif, la conductivité transverse mesurée sur le pli composite est :

$$k_{t,composite} = 0.43 \text{ W} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{K}^{-1} \text{ à } 50^\circ\text{C}$$

La conductivité longitudinale du pli, dans le sens des fibres, est quant à elle, obtenue à partir des données bibliographiques¹ :

$$k_{l,composite} = 4.6 \text{ W} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{K}^{-1} \text{ à } 50^\circ\text{C}$$

2.1.2 Capacité thermique

La capacité thermique de polymère pur PEEK de grade 150G $C_{p,PEEK}$ est calculée à partir des données issues de l'Analyse Calorimétrique Différentielle (DSC, *Differential Scanning Calorimetry*). La matière est disponible sous la forme de granulés. L'échantillon est chauffé et fondu une première fois, puis refroidi. La capacité calorimétrique en fonction de la température est évaluée sur le second cycle de chauffe, à une vitesse de 5 K/min. Les valeurs obtenues se situent en dessous des données rapportées dans la littérature^{1,2} (Figure 2.4a) pour le polymère PEEK. Cet écart peut être attribué à la différence entre le grade des matrices employées.

Lamèthe² effectue en effet ses mesures sur une matrice de grade 450G. Par ailleurs, le type de polymère employé dans le composite n'est pas indiqué non plus.

Tableau 2.1 Interpolation linéaire de la capacité thermique de la matrice PEEK 150G mesurée par DSC sur les plages de températures entre la transition vitreuse et la fusion.

Plage de température	$C_{p,PEEK}$ [J.kg ⁻¹ .K ⁻¹]
[0°C – 143°C[$3.75*T[°C]+683$
[143°C – 343°C[$4.49*T[°C] + 593$
] 343°C – 450°C]	$0.34*T[°C] + 1197$

La capacité thermique du composite $C_{p,composite}$ est obtenue à partir de la loi des mélanges :

$$C_{p,composite} = C_{p,PEEK}(1 - v_{m,fibres}) + C_{p,fibres}v_{m,fibres} \quad (2.2)$$

Avec la capacité thermique des fibres $C_{p,fibres}$ est obtenue à partir de données de la littérature¹. Finalement, la capacité thermique du composite peut être considérée comme bornée par les deux courbes rouge et bleue de la Figure 2.4b).

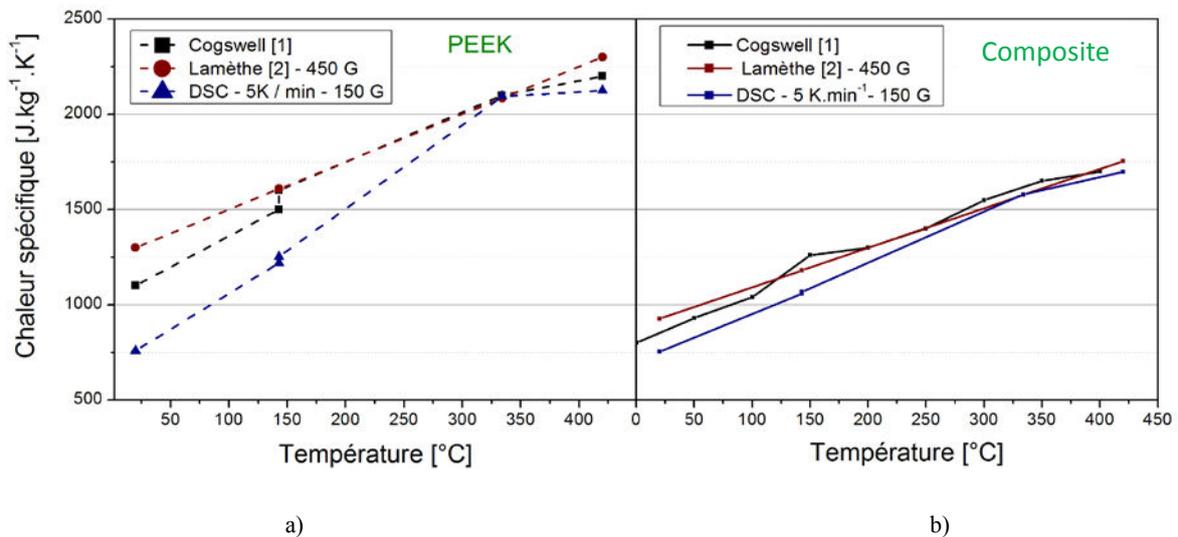


Figure 2.4 : Capacités thermiques de la matrice pure PEEK 150G (a) et du composite (b) mesurées par DSC.

Pour le modèle thermique ci-dessous, on considère une capacité thermique ne dépendant pas de la température, égale à 1600 J.kg⁻¹.K⁻¹.

2.1.3 Masse volumique

Les masses volumiques à 20°C de chaque composant sont obtenues à partir des fiches techniques du fournisseur :

$$\rho_{PEEK} = 1320 \text{ kg.m}^{-3} \text{ (matrice PEEK)}$$

$$\rho_{AS4} = 1790 \text{ kg.m}^{-3} \text{ (fibres de carbonées)}$$

La masse volumique du composite est alors obtenue à l'aide de la loi des mélanges avec le taux d'imprégnation volumique V_F :

$$\rho_{composite} = (1 - v_{v,fibres})\rho_{PEEK} + v_{v,fibres} \rho_{AS4} \quad (2.3)$$

$$\rho_{composite} = 1610 \text{ kg.m}^{-3}$$

3. Modèle thermique préliminaire

3.1 Modèle simplifié

Un modèle thermique 2D a été développé sur le logiciel éléments finis COMSOL Multiphysics afin d'étudier l'histoire thermique du matériau lors de la dépose d'un nouveau pli. Dans le procédé, un des enjeux majeurs est de parvenir à déterminer une fenêtre de paramètres procédé permettant d'obtenir une fusion de la matrice en surface des plis lors de la mise en contact. On s'intéresse donc en particulier à l'étape de chauffage du substrat et du pli de pré-imprégné déposé. Dans le cadre de cette étude paramétrique, on ne considère pas les effets de bords inhérents à la réalisation pratique d'une pièce mais on se place dans le cas d'un régime cinématique établi. Il est alors plus avantageux d'adopter une description eulérienne du problème. Nous retenons donc une approche de type 'tranche' où le référentiel de l'étude est attaché au rouleau de compaction, et où la matière entre et sort d'un volume de contrôle à la vitesse du déplacement de la dépose.

3.1.1 Géométrie du modèle

En pratique, la pièce en cours de fabrication est maintenue sur un outillage ou un bâti métallique. Pour l'étude à l'échelle mésoscopique, ces conditions ont peu d'importance et nous pouvons nous permettre de nous focaliser sur une zone d'épaisseur réduite. La bande de composite est ainsi délivrée avec un angle β_2 sur le substrat par la tête dépose se déplaçant à une vitesse v_0 (Figure 2.5). Le référentiel est celui du rouleau et le point de contact entre le rouleau et la bande est pris comme origine $O(0,0)$. Dans ce repère, le rouleau tourne sur lui-même autour de son centre C , et le substrat ainsi que la bande déposée se déplacent en translation. Par

ailleurs, on s'intéresse ici à un empilement (0°/0°/0°), c'est-à-dire que tous les plis unidirectionnels sont déposés selon la même orientation.

Avant la mise en contact, le laser de section S_{laser} éclaire le substrat et la bande au point de coordonnées (x_s, y_s) avec un angle d'incidence β_1 , et une puissance Q . Puis, un rouleau de compaction en silicone applique une pression P_{app} à la surface du stratifié nouvellement formé pour favoriser l'adhésion à l'interface. Le rouleau étant plus mou que le composite carbone / PEEK celui-ci se déforme et s'abaisse de la hauteur $R3 - R2$. La surface de la zone de contact $L2$ est estimée à partir du modèle de contact de Hertz pour un contact cylindre plan, avec la relation suivante :

$$L2 = \frac{P_{app}(1 - \nu)R3}{E} \quad (2.4)$$

Avec E et ν le module d'Young et le coefficient de poisson du rouleau en silicone pris égaux à 0.005 GPa et 0.5 respectivement. Pour une pression appliquée dans la zone de contact de 0.5 MP, $L2$ est égale à 2.27 cm. Cette valeur est arrondie à 2.5 cm.

La déformation du pli en cours de dépose n'est en revanche pas implantée dans le modèle et on considère que l'épaisseur du pli reste constante tout au long de la mise en forme.

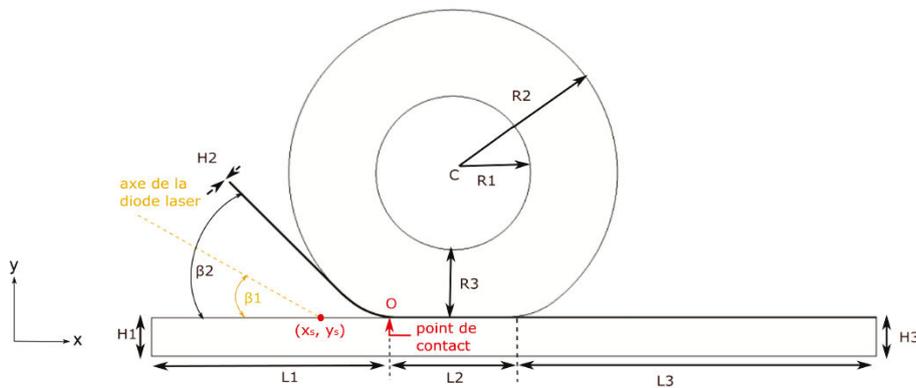


Figure 2.5 : Schéma du modèle thermique.

L'ensemble des dimensions géométriques et des paramètres sélectionnés sont fournies dans le Tableau 2.2.

Tableau 2.2 : Dimensions de la géométrie pour la résolution du modèle thermique.

Nom	Valeur	Nom	Valeur	Nom	Valeur	Nom	Valeur
H1	30 mm	R1	16 [mm]	L1	50 mm	β_1	15°
H2	0.15 mm	R2	34 [mm]	L2	25 mm	β_2	45°

H3	30.15 mm	R3	14 [mm]	L3	125 mm	x_s	- 9 mm
----	----------	----	---------	----	--------	-------	--------

3.1.2 Modèle thermique

L'objet du problème est de résoudre l'équation de la chaleur en deux dimensions sur tous les domaines : le rouleau, le pli en cours de dépose et le substrat déjà déposé. Sur la Figure 2.6, les domaines sont notés D1, D2 et D3 respectivement. Pour prendre en compte la translation de la matière sous le rouleau, en rotation sur lui-même, un terme de vitesse \mathbf{v} est intégré au problème :

$$\rho C_p(T) \frac{\partial T}{\partial t} + \rho C_p(T) \mathbf{v} \cdot \nabla T = \nabla \cdot (\mathbf{k} \cdot \nabla T) + Q \quad (2.5)$$

Les sources de chaleur dues à la fusion et à la cristallisation sont négligées, le terme source Q est donc nul.

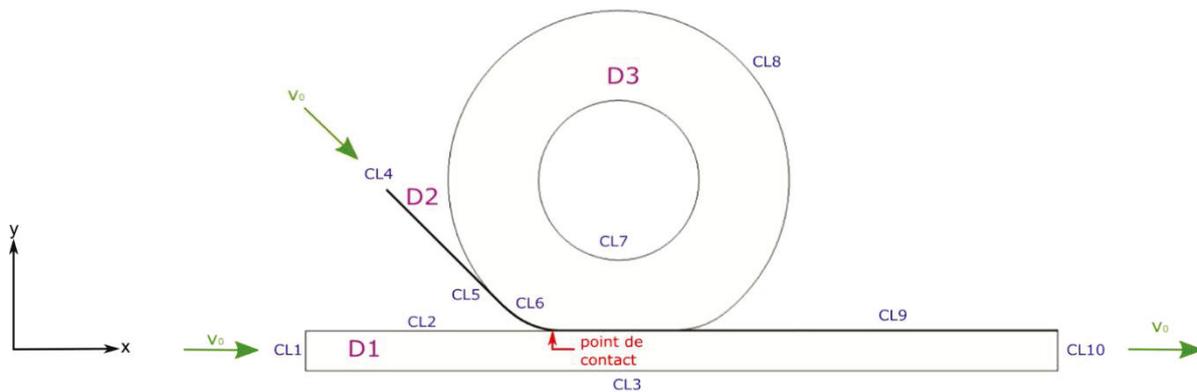


Figure 2.6 : Domaines et conditions aux limites du modèle thermique.

3.1.2.1 Domaine D1 : le substrat

L'étude du substrat est réalisée dans le référentiel cartésien (\vec{x}, \vec{y}) . La direction des fibres de carbone unidirectionnelles est portée par l'axe (O, \vec{x}) , nous n'étudions ici que le cas de dépose de bandes parallèles mais il est raisonnable de juger que du point de vue de la conduction, l'orientation des plis déposés n'aura que peu d'impact. L'anisotropie du matériau se traduit par un tenseur des conductivités thermiques diagonal dans ce repère et considéré indépendant de la température :

$$\mathbf{k} = \begin{bmatrix} k_L & 0 \\ 0 & k_T \end{bmatrix}_{(x,y)} \quad (2.6)$$

Le déplacement relatif du substrat par rapport au rouleau est colinéaire à l'axe (O, \vec{x}) . En notant v_x l'amplitude de la vitesse dans cette direction, l'équation (2.4) s'écrit dans le domaine D1 :

$$\rho C_p(T) \frac{\partial T}{\partial t} + \rho C_p(T) v_0 \frac{\partial T}{\partial x} = k_L \frac{\partial^2 T}{\partial x^2} + k_T \frac{\partial^2 T}{\partial y^2} \quad (2.7)$$

3.1.2.2 Domaine D2 : le pli déposé

La résolution du problème thermique dans le pli déposé est similaire à celle du domaine D1, mais réalisée dans un repère lié à l'abscisse curviligne du pli. En notant respectivement \vec{e}_1 et \vec{e}_2 les vecteurs tangent et normal à l'axe des fibres, orienté dans le sens de dépose, l'équation (2.5) s'écrit dans le pli dans le repère (\vec{e}_1, \vec{e}_2) :

$$\rho C_p(T) \frac{\partial T}{\partial t} + \rho C_p(T) v_0 \frac{\partial T}{\partial x_1} = k_L \frac{\partial^2 T}{\partial x_1^2} + k_T \frac{\partial^2 T}{\partial x_2^2} \quad (2.8)$$

où l'on a introduit un système de coordonnées locales (x_1, x_2) .

3.1.2.3 Domaine D3 : le rouleau

Pour résoudre l'équation (2.5) dans le rouleau, il est nécessaire de connaître le champ de vitesse dans la géométrie déformée. On fait tout d'abord l'hypothèse que cette dernière ne varie pas au cours de la dépose, conformément à l'hypothèse de régime cinématique établi adopté ici. La distribution de vitesse est ensuite obtenue par un calcul de mécanique des fluides dans la géométrie.

Pour ce faire, le rouleau est apparenté à un fluide incompressible de viscosité μ_s en écoulement laminaire. Le champ de vitesse est alors solution de :

$$\rho_s \nabla \cdot \vec{u} = 0 \quad (2.9)$$

$$\rho_s \frac{\partial \vec{u}}{\partial t} + \rho_s (\vec{u} \cdot \nabla) \vec{u} = \nabla \cdot [-p \mathbf{I} + \mu_s (\nabla \vec{u} + (\nabla \vec{u})^T)] + \mathbf{F}$$

Où \vec{u} est le champ de vitesse, ρ_s la densité de la matrice, p la pression, T la température, \mathbf{F} une force de volume interne, et \mathbf{I} la matrice identité.

Les conditions suivantes sont appliquées :

CL1	$\vec{u} = v_0 \vec{t}$	Paroi externe en contact avec le pli déposé à la vitesse v_0
CL2	$\vec{u} \cdot \vec{n} = 0$	Vitesse normale nulle

Avec \vec{t} et \vec{n} respectivement les vecteurs tangent et normal aux parois considérées.

La Figure 2.7 illustre le mouvement relatif du pli et du substrat par rapport au rouleau.

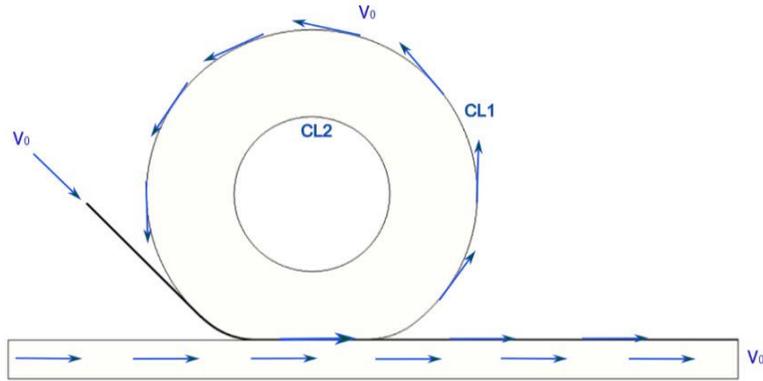


Figure 2.7 : Conditions à la limite pour la résolution du problème de mécanique des fluides dans le rouleau.

Les propriétés thermiques du silicone étant isotrope on peut alors résoudre l'équation (2.5) dans le référentiel cartésien de référence (x,y) :

$$\rho_s C_{p,s} \frac{\partial T}{\partial t} + \rho_s C_{p,s} \left(v_x(x,y) \frac{dT}{dx} + v_y(x,y) \frac{dT}{dy} \right) = k_s \left(\frac{d^2 T}{dx^2} + \frac{d^2 T}{dy^2} \right) \quad (2.10)$$

où $v_x(x,y)$ et $v_y(x,y)$ désignent les composantes du champ de vitesse solution de (2.8).

Les propriétés du rouleau en silicone sont données dans le Tableau 2.3.

Tableau 2.3 : Propriétés du rouleau en silicone.

Nom (unité)	Dénomination	Valeur
Viscosité dynamique (Pa.s)	μ_s	5000
Masse volumique (kg.m ⁻³)	ρ_s	1320
Chaleur spécifique (J.kg ⁻¹ .K ⁻¹)	$C_{p,s}$	1255
Conductivité thermique (W.m ⁻¹ .K ⁻¹)	k_s	0.18

3.1.3 Conditions aux limites

Les conditions aux limites appliquées aux différents domaines sont les suivantes (Figure 2.6) Il est à noter que dans cette étude, les résistances thermiques de contact entre les plis ont été négligées et le substrat est considéré comme homogène et continu. Une résistance de contact RTC a en revanche été appliquée à l'interface entre le pli déposé et le rouleau.

CL1	$T_{ext} = 20^{\circ}\text{C}$	Flux entrant
CL2	$k_{transverse} \frac{\partial T}{\partial n} = -h_{air}(T - T_{ext})$ $\lambda_y \frac{\partial T}{\partial n} = -A(x,y) * q_0(x,y)$ <p>si $M(x,y) \in \text{Zone Eclairée}$.</p>	Surface en contact avec l'air et avec le faisceau laser
CL3	$T_{b\hat{a}ti} = 20^{\circ}\text{C}$ en CL3	Contact avec le moule en acier
CL4	$T_{ext} = 20^{\circ}\text{C}$	Flux entrant
CL5	$-k_{transverse} \frac{\partial T}{\partial n} = -h_{air}(T - T_{ext})$ $\lambda_y \frac{\partial T}{\partial n} = -A(x,y) * q_0(x,y)$ <p>tel que $M(x,y) \in \text{Zone Eclairée}$.</p>	Surface en contact avec l'air et avec le faisceau laser
CL6	$RTC = 5.10^{-4} \text{ K.m}^2/\text{W}$	Contact avec le rouleau
CL7	$T_{rouleau} = 20^{\circ}\text{C}$	Asservissement en température du rouleau
CL8, CL9	$k_{transverse} \frac{\partial T}{\partial n} = -h_{air}(T - T_{ext})$	Surface en contact avec l'air
CL10	$T_{ext} = 20^{\circ}\text{C}$	Flux sortant

Avec :

- h_{air} , le coefficient d'échange par convection naturelle pris égal à $10 \text{ W.m}^{-2}.\text{K}^{-1}$
- $q_0(x,y)$, la valeur du flux surfacique provenant du laser au point (x,y)
- $A(x,y)$, l'absorptivité du rayonnement laser par le surface au point (x,y)
- **Zone Eclairée**, l'ensemble des points atteints par le faisceau laser.

Dans la suite (§3.1.4), la définition des paramètres requis pour décrire le flux laser est explicitée.

3.1.4 Surface éclairée.

Dans le référentiel cartésien (\vec{x}, \vec{y}) , le laser arrive avec un angle d'incidence βl défini par rapport à l'axe (O, \vec{x}) par rapport à l'axe. Dans cette étude, on suppose que la densité de flux dans le faisceau est parfaitement uniforme.

Tout d'abord, la puissance surfacique du laser atteignant un point (x,y) de la surface du pli ou du substrat varie en fonction de l'angle d'impact du faisceau avec la surface. On définit alors le flux surfacique entrant comme :

$$q_0(x,y) = \frac{Q}{\frac{S_{laser}}{(\vec{n} \cdot \vec{u})}} \quad (2.11)$$

Avec $(\vec{n} \cdot \vec{u})$ le produit scalaire entre la normale \vec{n} à la surface considérée au point (x,y) et le vecteur incident \vec{u} portant du laser. La Figure 2.8 montre l'interaction de deux faisceaux incidents de vecteur \vec{u} avec un point à la surface du substrat et un point à la surface du pli respectivement.

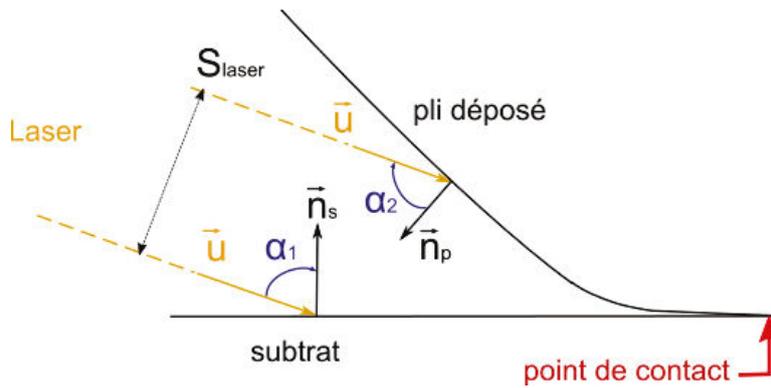


Figure 2.8: Interaction de deux rayons incidents portés par l'axe u du laser et interagissant avec la surface du substrat et du pli déposé.

De plus, le matériau composite présente un comportement diffusant à la longueur d'onde du laser infrarouge : la portion de flux laser atteignant un point (x,y) réellement absorbée dépend également de $\left(\frac{\vec{n}}{n} \middle| \frac{\vec{u}}{u}\right)$. Les mesures d'absorptivité angulaire d'un composite carbone / PEEK fournies par Stokes-Griffin³ sont utilisées dans le modèle pour déterminer $A(x,y)$ en fonction de l'angle défini par rapport à l'angle $\left(\frac{\vec{n}}{n} \middle| \frac{\vec{u}}{u}\right)$ (Figure 2.9). Sur le graphique, l'ensemble des valeurs d'absorptivité à la surface du substrat et du pli déposé sont représentées en fonction des angles respectifs avec le faisceau incident, α_1 et α_2 (voir Figure 2.8). La surface du substrat étant plane α_1 adopte une unique valeur égale à $90^\circ - \beta l$, soit 75° dans cette configuration, et l'absorptivité est en tout point égale à 0.7. A l'inverse, la surface du pli déposée étant courbée au voisinage du point de contact, l'angle α_2 varie et l'absorptivité décroît jusqu'à 0 lorsque $\alpha_2 = 90^\circ$. Dans cette configuration, le faisceau incident est parallèle à la tangente à la surface et les rayons ne pénètrent plus dans le matériau. Il existe donc une zone non éclairée à la surface du pli déposé.

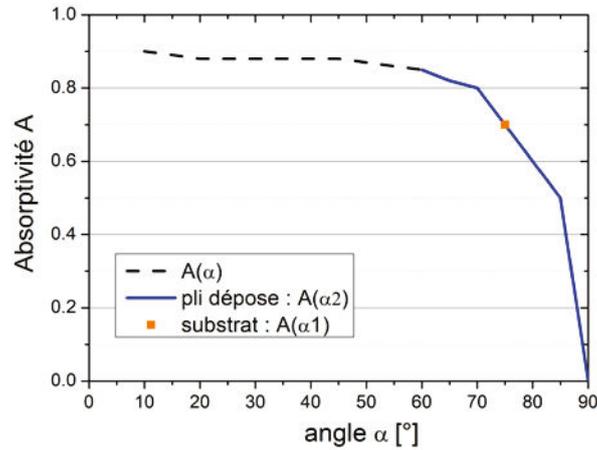


Figure 2.9 : Valeur de l'absorptivité du flux en fonction de l'angle entre l'axe du laser et la normale à la surface.

Par ailleurs, du fait de la configuration géométrique, il est également nécessaire de déterminer l'abscisse x_m du dernier point éclairé à la surface du substrat par le faisceau incident (démonstration en annexe A) :

$$x_m = -(R_2 + e) * \tan \frac{\beta_1}{2} = -(R_2 + e) * \sqrt{\frac{1 - \cos \beta_1}{1 + \cos \beta_1}} \quad (2.12)$$

Par ailleurs, le laser ayant une section finie, il est nécessaire de définir l'ensemble des points atteints par le faisceau sur les surfaces du substrat et du pli déposé. L'approche géométrique employée est schématisée sur la Figure 2.10.

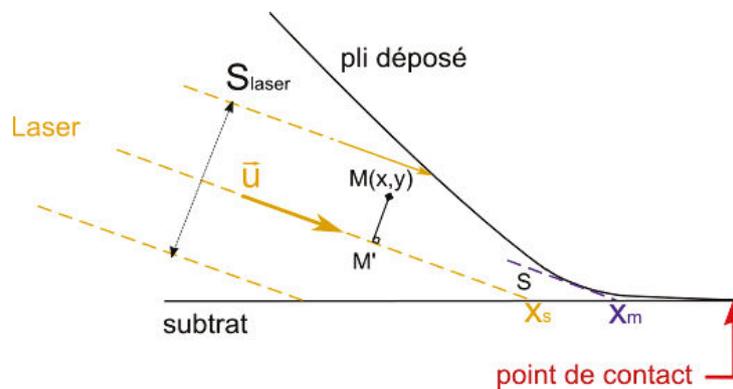


Figure 2.10 : Schéma du modèle géométrique pour le flux surfacique.

Un point $M(x,y)$ appartient au faisceau si et seulement si :

$$\|\vec{M'M}\| = \|-(\vec{SM} \cdot \vec{u})\vec{u} + \vec{SM}\| \leq \frac{S_{laser}}{2} \quad (2.13)$$

Ou encore :

$$\sqrt{(x - x_s)^2 + (y - y_s)^2 - ((x - x_s) \cos \beta_1 + (y - y_s) \sin \beta_1)} \leq \frac{S_{laser}}{2} \quad (2.14)$$

A titre d'exemple, sur la Figure 2.11, on présente la zone éclairée définie pour une incidence rasante $\beta_1 = 15^\circ$ par rapport à la surface du substrat et une largeur de faisceau $S_{laser} = 20$ mm. Il est à noter que la forme des profils en surface dépend également de la position de point x_s : plus le centre le faisceau est proche du point de contact, plus la taille de la zone éclairée à la surface du substrat est réduite. A l'inverse, celle à la surface du pli déposé augmente. La position du laser est donc un paramètre à considérer dans l'analyse des profils de température.

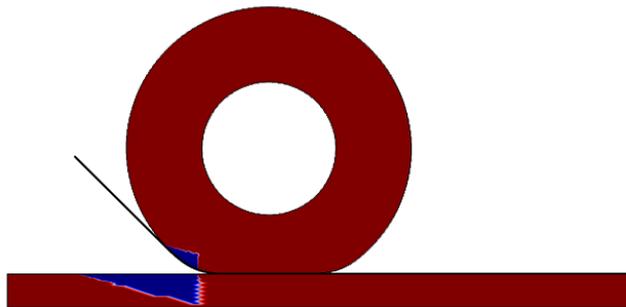


Figure 2.11 : Représentation de la zone éclairée.

Enfin, la définition précédente du flux ne prend pas en compte la réflexion du faisceau à la surface du substrat et du pli déposé. Afin d'étudier l'influence de cette contribution secondaire sur les élévations de température en surface, on calcule en chaque point des surfaces éclairées les directions des faisceaux réfléchis, supposés spéculaires, par une méthode de lancer de rayon ainsi que l'amplitude du flux surfacique associé. Sur la Figure 2.12, le flux effectif imposé comme condition à la limite du substrat et du pli déposé pour un angle d'incidence de 15° et une puissance initiale de 1000 W est présenté.

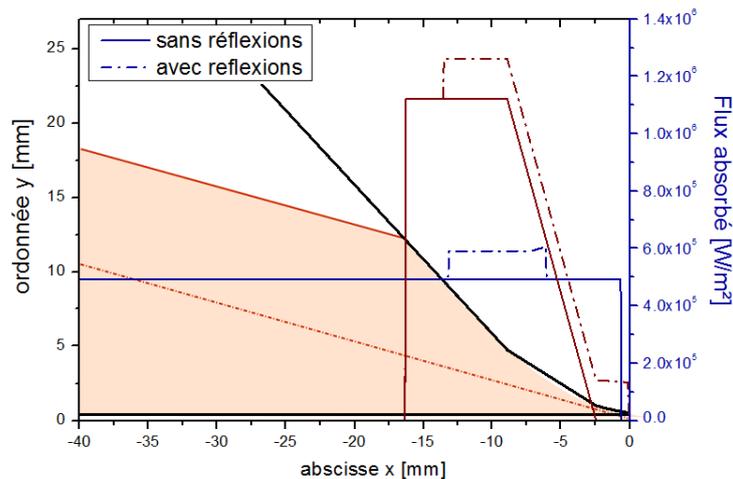


Figure 2.12 : Flux surfacique effectif imposé à la surface du pli et du substrat sans et avec pris en compte d'une première réflexion.

Bien que la zone éclairée par le laser soit bien restreinte à la surface du pli déposé, la puissance surfacique atteint 1.1 MW.m^{-2} contre 0.55 MW.m^{-2} pour le substrat. Par ailleurs, il apparaît également que la prise en compte d'une réflexion augmente localement l'amplitude du flux surfacique, pour le pli et le substrat, à l'approche du point de contact.

3.2 Maillage

Le maillage de la géométrie est réalisé à partir d'éléments triangulaires, l'interpolation quant à elle est celle utilisée par défaut dans le logiciel Comsol, à savoir une approximation quadratique de type Lagrange (éléments P2). Plusieurs difficultés numériques découlant de la géométrie et du problème thermique sont identifiées :

1. La différence d'échelle entre le système rouleau / substrat et le pli déposé.
2. L'anisotropie du composite.
3. La mauvaise conduction thermique dans le sens transverse : l'éclairage par le flux de chaleur incident s'apparente alors à un choc thermique.
4. Le déplacement dans le sens des fibres.

Pour ce dernier point, la convection dominante peut provoquer des oscillations parasites sur la solution. Il est alors nécessaire de mailler suffisamment finement dans le sens de déplacement pour que le nombre de Péclet P_e dans cette direction soit inférieur à 1 :

$$P_e = \frac{vL\rho C_p}{k_L} < 1 \quad (2.15)$$

Avec L la largeur des éléments dans le sens de déplacement.

Pour une vitesse de 100 mm/s , la largeur maximale des éléments est donc de $2.8.10^{-5} \text{ m}$. Or, le domaine est long (0.150 m). On choisit donc de mailler finement principalement la zone autour du point de contact. Les caractéristiques du maillage sont données dans le Tableau 2.4. Finalement, la condition (2.15) est respectée dans les zones d'intérêt, c'est-à-dire, sur les surfaces éclairées et autour du point de contact.

Par ailleurs, pour bien capturer le choc thermique dans le sens transverse, la fonctionnalité de mise à l'échelle géométrique présente dans le logiciel Comsol permet d'imposer la hauteur des éléments à $1/5^{\text{ème}}$ de leur largeur. Il est ainsi possible d'augmenter le nombre de nœuds dans le sens transverse de manière découplée avec l'axe longitudinal. Le maillage final présenté sur la Figure 2.13 comprend au total 417957 éléments et 16469 nœuds.

Tableau 2.4. : Caractéristiques du maillage du pli déposé et du substrat

Distribution des mailles à la surface du substrat							
Zone	Avant le point de contact				Après le point de contact		
x (mm)	-50	-10	-1	-0.7	0	20	100
Largeur des éléments (mm)	0.4	0.09	0.003	0.007	0.015	0.05	
Péclet ($v=100$ mm/sec)	14.8	3.3	0.11	0.25	0.48	1.85	
Distribution des mailles dans la bande déposée							
$e1$ (mm)	-45.5	-13.83	-9.65	0.65		20	100
Largeur des éléments (mm)	0.02	0.003	0.006		0.05		
Péclet ($v=100$ mm/sec)	0.74	0.11	0.22		1.85		

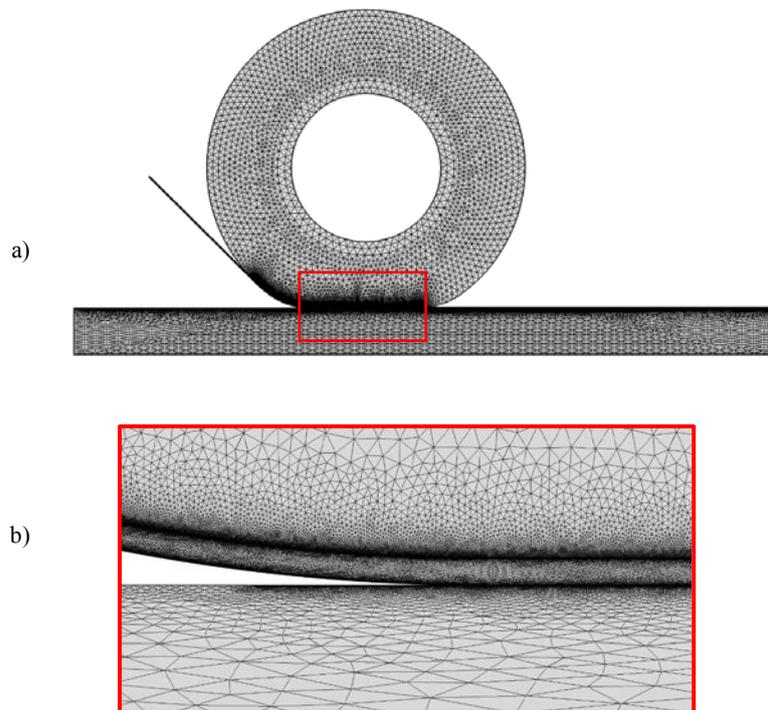


Figure 2.13 : a) maillage de la géométrie complète ; b) agrandissement dans la région du point de contact.

3.3 Résultats

Dans la suite, les paramètres suivants ont été imposés pour l'étude du problème thermique.

Tableau 2.5: Paramètres procédés et matériaux du cas de référence pour l'étude numérique.

Paramètre	Nom	Valeur
Puissance du laser	Q	1000 W
Largeur du faisceau	S_{laser}	20 mm
Angle d'incidence	β_1	15°
Vitesse de dépose	v	100 mm/s
Position du laser	x_s	-9 mm
RTC pli / rouleau	$RTC_{pli/rouleau}$	Isolation thermique
RTC pli / pli dans substrat	$RTC_{pli/pli}$	Continuité thermique

3.3.1 Convergence en maillage

Afin de s'assurer que le maillage permet la convergence de la solution, le nombre d'éléments est progressivement diminué en le réduisant de manière uniforme dans le substrat, le pli déposé, et le laminé. Ainsi la diminution globale du nombre d'élément traduit une perte de raffinement similaire dans chaque zone. On relève ; pour chaque cas ; la température finale du point de contact, ainsi que les températures maximales mesurées à la surface du substrat et du pli déposé.

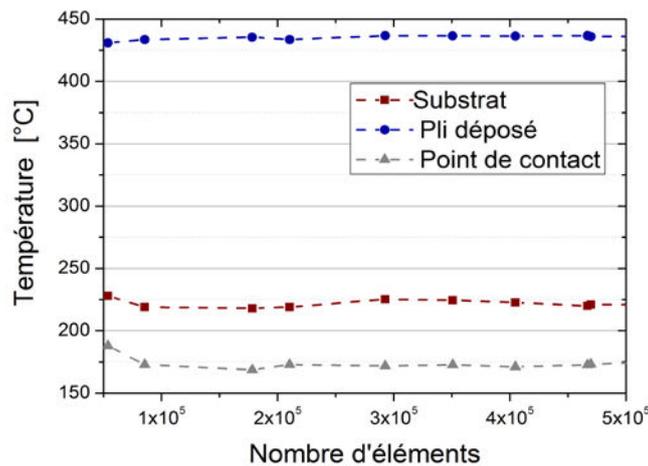


Figure 2.14 : Convergence en maillage de la solution par rapport aux températures finale du point de contact et maximales du substrat et du pli déposé.

Un des effets notables d'un maillage grossier (53085 éléments et 3102, nœuds) est l'oscillation du champ de température lors de variations importantes de la température. Ainsi, on observe dans le substrat par endroits

des nœuds où la température est inférieure à celle de la matière entrante à 20°C, en dépit de l'apport de chaleur. Pour ce modèle thermique, un maillage très raffiné est donc absolument nécessaire. Les résultats présentés sur la Figure 2.14 indiquent que le maillage est suffisamment raffiné pour faire converger la solution.

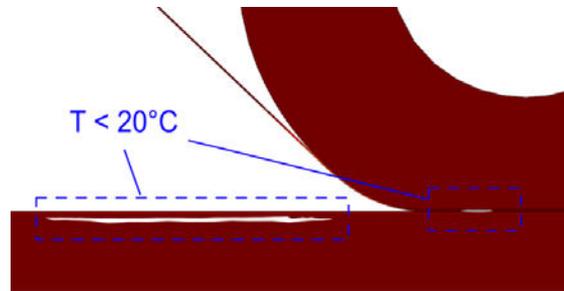


Figure 2.15 : Oscillations du champ de température pour un maillage grossier.

3.3.2 Etat transitoire

La majorité des différentes études font souvent l'hypothèse d'un état stationnaire⁴⁻⁸. Pour s'assurer de cette hypothèse, le modèle est dans un premier temps résolu en transitoire, entre 0 et 5 secondes. La Figure 2.16 représente l'évolution temporelle des températures au point x_s , sous le laser (voir Figure 2.5), et au point de contact, pour une vitesse de dépose de 100 mm/s. On observe d'abord une transition rapide entre 0 et 0.5 seconde, où les températures au point x_s et point de contact augmentent respectivement de 114°C et 200°C. Puis, il apparaît à partir de 1 seconde, la température continue d'augmenter mais avec une vitesse inférieure à 0.5 °C/s. On fait donc dans la suite l'hypothèse que la distance de dépose est supérieure à 10 cm et on considère que l'état stationnaire est atteint au bout d'une seconde.

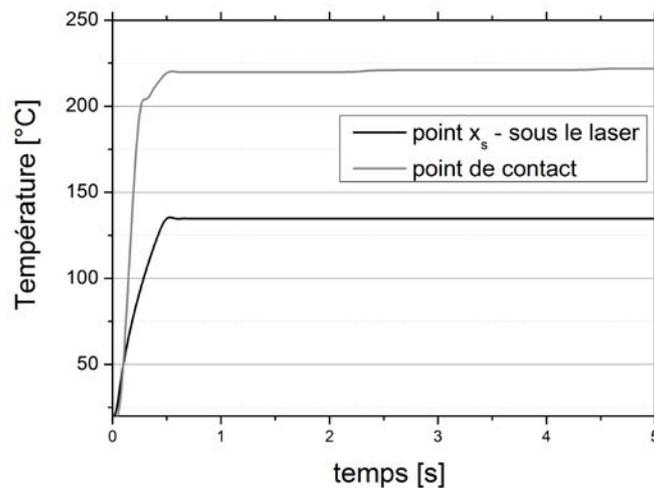


Figure 2.16 : Evolution temporelle de la température au point x_s (sous le laser) et au point de contact.

3.3.3 Etat stationnaire

Dans la suite, on s'intéresse à l'intervalle de temps pour lequel l'état stationnaire est établi. Sur la Figure 2. 17a, on présente les champs de température en surface sur toute la géométrie. Sur la Figure 2. 17b, on observe en particulier que les transferts thermiques sont confinés dans la zone de contact et que la diffusion de chaleur dans l'épaisseur est très limitée.

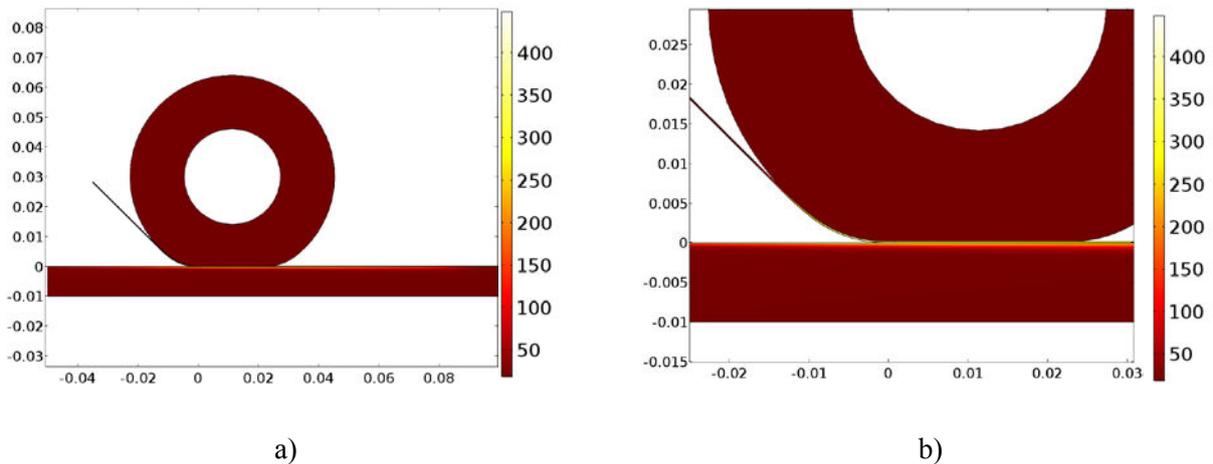


Figure 2. 17 : Champs de température en stationnaire.

Dans la suite, on s'intéressera plus particulièrement à l'évolution des profils de température en surface du substrat et du pli déposé, ainsi qu'à l'interface nouvellement formée sous le rouleau.

La Figure 2.18 présente le profil de température en surface du substrat et du pli déposé, puis à l'interface formée, sous le rouleau et à l'air ambiant. La vitesse de dépôt étant constante, on peut identifier le temps passé par un point en surface sous le faisceau laser. Pour une vitesse de 100 mm/s et un angle d'incidence de 15° , un point à la surface du substrat est éclairé pendant 450 ms, contre 180 ms pour un point à la surface du pli déposé. On observe également que lors du passage dans la zone d'ombre, comprise entre le dernier point éclairé x_m et le point de contact, la température chute brutalement. En 42 ms, la température décroît de 30°C et 100°C à la surface du substrat et du pli respectivement.

Dans la zone éclairée, la forme et l'amplitude des profils de température de surface varient fortement entre le substrat et le pli. Cette divergence est due à la différence de l'angle d'incidence du laser par rapport à chacune de ces surfaces (Figure 2.8). En effet, sur la surface du substrat, l'angle $\left(\vec{n} \mid \vec{u}\right)$ est bien égal à 15° et la puissance surfacique en chaque point vaut 0.23 MW.m^{-2} du fait de l'inclinaison entre le faisceau et la surface. Le matériau composite n'absorbe que 70% du flux laser à cette incidence (Figure 2.9). En revanche, sur la surface du pli déposé, $\left(\vec{n} \mid \vec{u}\right)$ vaut initialement 30° puis augmente et donc, l'absorptivité diminue à l'approche du point de contact (Figure 2.9).

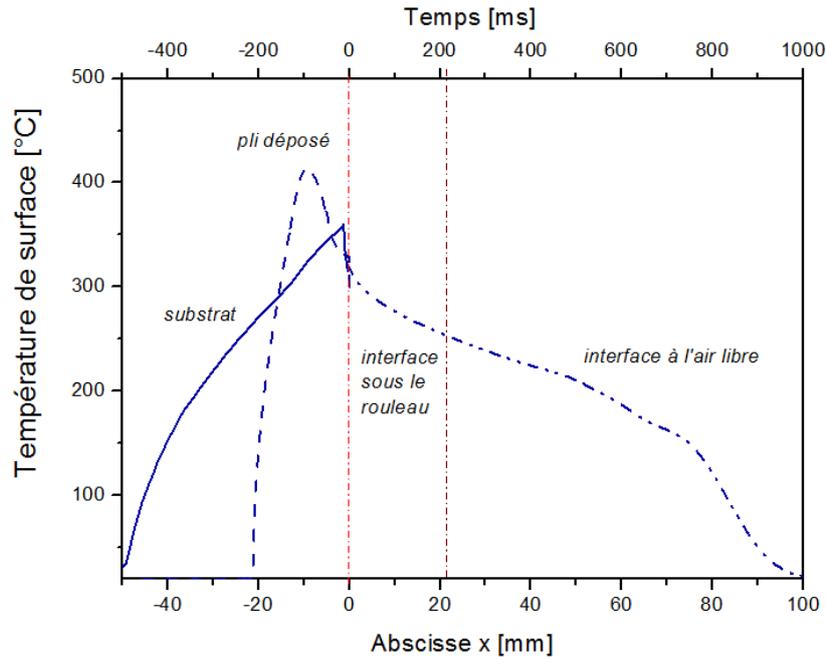


Figure 2.18 : Profils de température à la surface du substrat et du pli déposé, et à l'interface pendant et après le passage du rouleau.

Dans la suite, on s'intéresse l'évolution de la forme et de l'amplitude des profils de température dans la zone de chauffage en fonction des différents paramètres d'entrée du problème thermique.

3.3.4 Etude paramétrique

L'objectif de l'étude présentée ci-après n'est pas à proprement parler une étude de sensibilité destinée à dégager la prépondérance d'un paramètre spécifique sur les conditions de dépose. Il s'agit d'une étude paramétrique destinée à comprendre en première approche les effets des différents paramètres du procédé pris individuellement et de mettre en évidence leurs éventuels couplages. Cette étude n'est pas exhaustive et se fait à partir des conditions géométriques et conditions aux limites décrites au paragraphe précédent.

3.3.4.1 Paramètres « procédé »

L'étude paramétrique porte dans un premier temps sur l'influence des paramètres dits « procédé » qui, en pratique, sont sélectionnés et ajustés lors la mise en forme d'un stratifié : la vitesse de dépose, l'angle d'incidence du laser, sa position, et sa puissance. On s'intéressera d'une part aux évolutions des valeurs absolues des températures T calculées pour un paramètre w (Figure 2.19) ; d'autre part, on analysera les variations relatives $\frac{\Delta T}{T_0}$ de température par rapport à un cas de référence T_0 ; pour une variation relative du paramètre $\frac{\Delta w}{w_0}$. Cette dernière a été volontairement choisie élevée, égale à 10 %. En effet, on cherche à être représentatif de la variabilité des paramètres, non pas à l'échelle d'une mesure en laboratoire, mais à celle des

conditions industrielles du procédé. Le Tableau 2.6 résume l'ensemble des valeurs attribuées aux différents paramètres « procédé » au cours de l'étude.

Tableau 2.6 : Plage d'étude des paramètres "procédé".

Paramètres étudiés w	Plage « absolu » w	Plage « relatif » $w_0 \pm \frac{\Delta w}{w_0} = 10 \%$
Puissance du laser Q [W]	[900, 1000, 1100]	[900,1000,1100]
Vitesse de dépose v [m.s ⁻¹]	100	[90, 100, 110]
Angle d'incidence β_1 [°]	[15,22.5]	[13.5, 15, 16.5]
Position du laser x_s [mm]	[-9,- 5, 0]	/

Sur la Figure 2.19, les températures en surface du substrat (a, c, e) et de la bande (b, d, f) sont représentées pour des différentes valeurs de puissance d'entrée, de positions du laser et d'angles d'incidence (Tableau 2.5). On rappelle que lorsqu'un paramètre varie, les autres sont fixes et prennent leur valeur dans le Tableau 2.4.

On observe d'abord que, pour une vitesse donnée à 100 mm.s⁻¹, la température le long des profils éclairés augmente linéairement avec la puissance d'entrée, lorsque celle-ci s'accroît de 900 à 1100 W (Figure 2.19 a et b). La puissance impacte le niveau de température seulement, et le maximum de température est atteint au même point. Sur la Figure 2.20 a), l'évolution de la température maximum atteinte à la surface du substrat et du pli déposé est représentée en fonction de la puissance d'entrée. Les propriétés thermiques imposées dans cette étude étant indépendantes de la température, l'évolution de la température de surface avec la puissance est linéaire.

Par ailleurs, à partir des Figure 2.19 c) et d), on observe que l'effet du rapprochement de la source laser du point de contact est inverse pour les surfaces du substrat et du pli déposé. En effet, sur la surface du pli déposé, lorsque la taille de la zone éclairée est réduite en éloignant le laser, la température maximale à la surface décroît. A l'inverse, l'éloignement de la source laser favorise l'augmentation de la température à la surface du substrat. Au final, la position du laser conditionne, comme la puissance du laser et la vitesse de dépose, l'énergie fournie à la surface. L'allure des profils de température n'est donc pas modifiée.

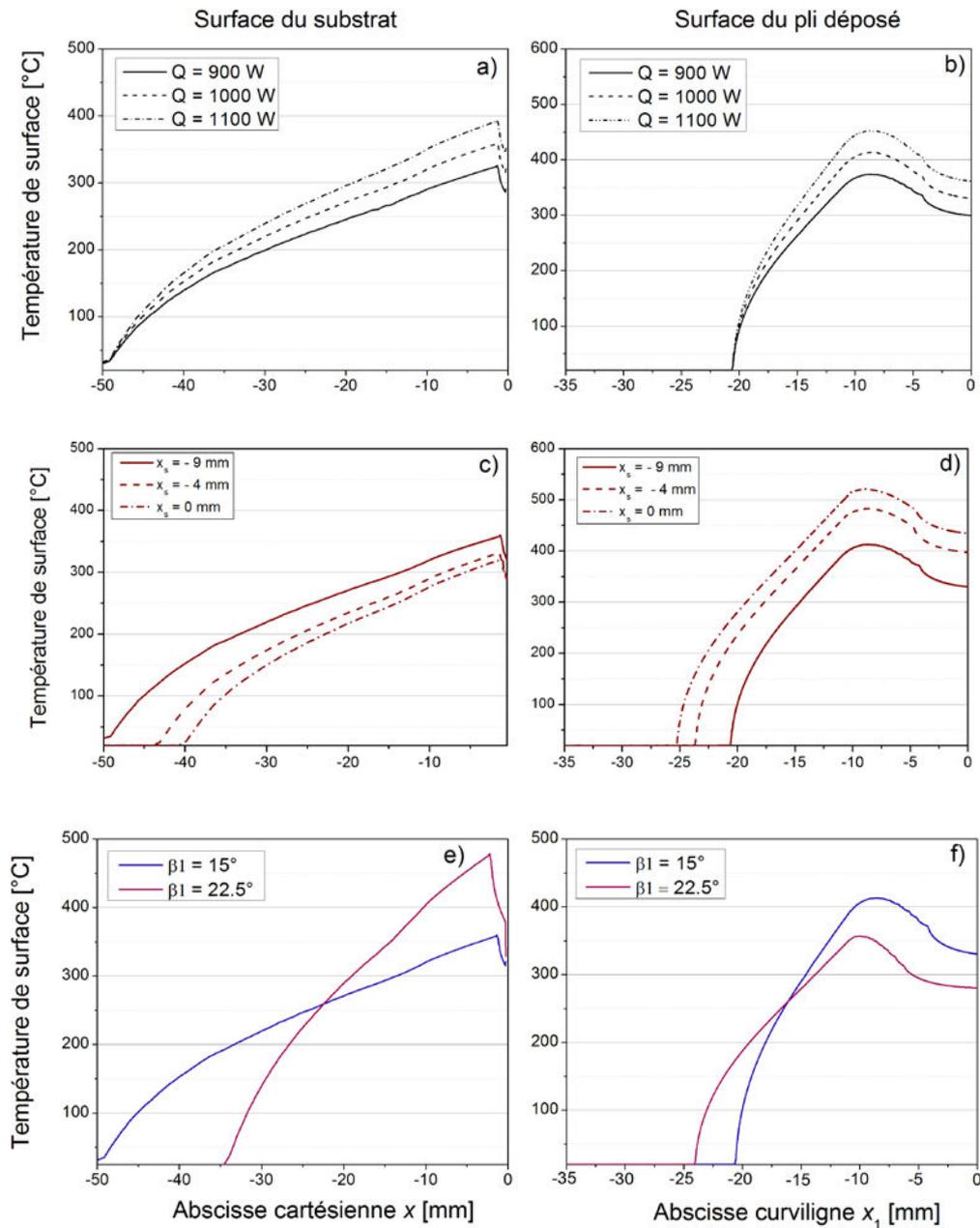


Figure 2.19 : Etude paramétrique de la température de surface en fonction de la puissance Q , de l'angle d'incidence du laser β_1 et de sa position x_s pour le substrat (a, c, e) et le pli déposé (b, d, f). Lorsqu'un paramètre varie, les autres sont fixes, de valeur donnée dans le Tableau 2.4.

En revanche, la forme des profils de température est modifiée en fonction de l'angle d'incidence sélectionné (Figure 2.19 e et f). En effet, pour un angle d'incidence de 15° les largeurs des zones éclairées sont respectivement de 45 mm et 18 mm à la surface du substrat et du pli. Pour un angle de 22.5° , elles sont de 30 mm et 25 mm respectivement. La zone non éclairée par le laser est donc, dans ce cas, plus large. Pour une vitesse de $100 \text{ mm}\cdot\text{s}^{-1}$ et un angle d'incidence de 22.5° , situé à la bissectrice entre les directions des deux surfaces éclairées, la zone d'ombre s'étend sur 10 mm, alors qu'elle était proche de 5 mm pour l'incidence de 15° . Il apparaît ainsi que l'augmentation de l'angle d'incidence accroît la largeur de la zone d'ombre. De plus,

dans cette seconde configuration, malgré la symétrie des conditions de flux surfaciques, la dissymétrie entre les profils de température est elle accrue. En effet, l'évolution de la température maximale atteinte en surface du substrat et du pli est représentée sur la Figure 2.20b) en fonction de l'angle d'incidence. La puissance fournie étant identique, la variation d'angle entraîne une variation inverse de température. Ainsi, pour $\beta_1 = 22.5^\circ$, la température du pli est deux fois plus 130°C plus faible que celle du substrat. Pour $\beta_1 = 15^\circ$, l'écart entre les maximums décroît à 50°C . L'angle d'incidence optimum pour symétriser le maximum de température atteint serait alors de 16° .

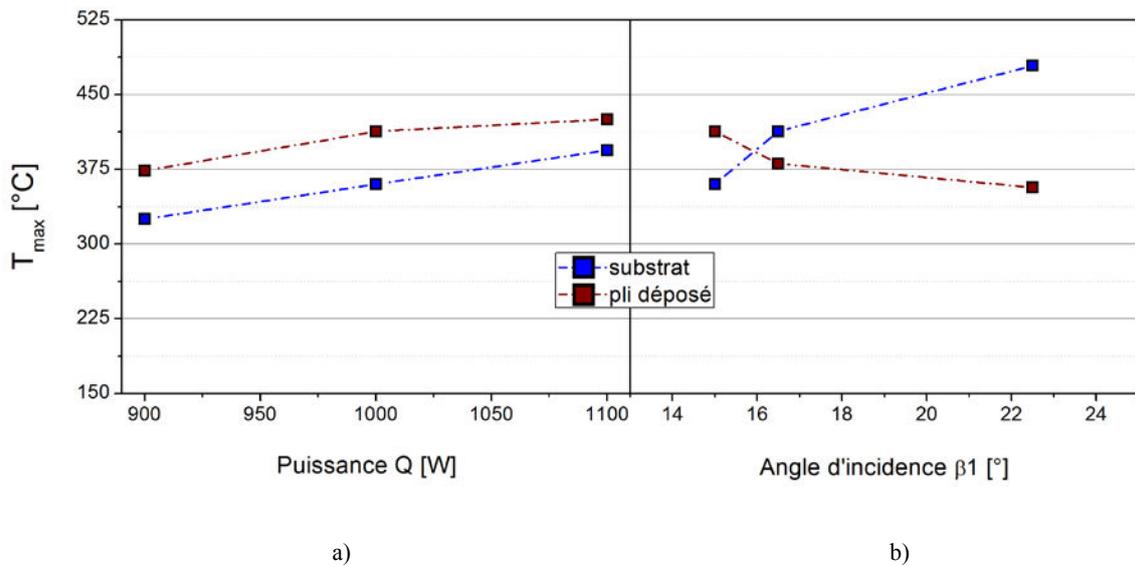


Figure 2.20 : Evolution de la température maximale à la surface et du pli déposé en fonction de la puissance Q (a) et de l'angle d'incidence du laser β_1 (b)

Les variations de la température dues à chaque paramètre sont ensuite étudiées. Pour cela, on compare les différences de température maximales ΔT en surface du substrat et du pli déposé, après une variation de plus ou moins 10 % de la puissance, de la vitesse, et de l'angle d'incidence, par rapport au cas de référence (Tableau 2.5).

Sur la Figure 2.21, la colonne de gauche présente les variations relatives $\frac{\Delta T}{T_0}$, et la colonne de droite les variations absolues ΔT .

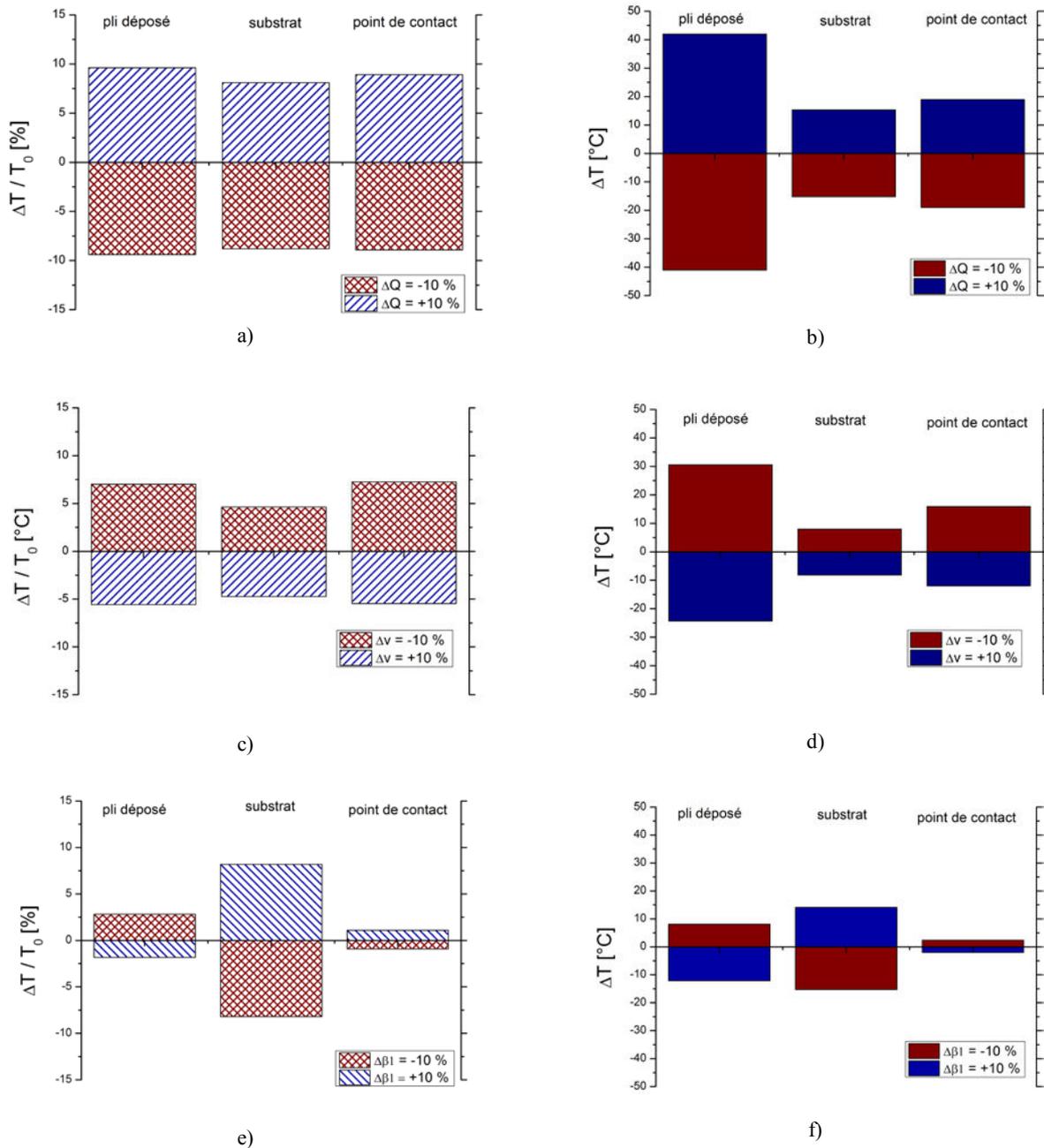


Figure 2.21 : Variations de la température relative $\Delta T/T_0$ et absolue ΔT pour une variation de 10 % de la puissance Q (a et b), de la vitesse v (c et d), ou de l'angle d'incidence β_1 (e et f).

Lorsque la puissance fournie fluctue de 10 %, les propriétés thermiques étant supposées constantes, les variations relatives des températures de surface sont du même ordre de grandeur (Figure 2.21 a). Les températures maximales atteintes en chaque point étant des critères de sélection des paramètres d'entrée, il est aussi nécessaire d'étudier leur variation en valeur absolue (Figure 2.21 b). Ainsi, une augmentation de 50 W de la puissance d'entrée entraîne un accroissement de 50°C à la surface du pli déposé. En pratique, une telle augmentation peut avoir des conséquences néfastes sur l'adhésion si, par exemple, la température excède 500°C. La surface est alors exposée à la dégradation thermique. A l'inverse, seuls 20°C seront gagnés au

niveau du point de contact, et la fusion ne sera pas atteinte. Enfin, les propriétés thermiques du matériau étant constantes, l'évolution de la température de surface avec la puissance est linéaire et donc la valeur absolue des variations de températures sont symétriques.

Ensuite, une augmentation de la vitesse de dépose induit une diminution de la température sur les deux surfaces considérées, et donc au niveau du point de contact (Figure 2.21 c). En effet, le temps d'exposition étant réduit, l'énergie absorbée décroît également. Pour atteindre les mêmes températures de surface, l'augmentation de vitesse doit donc être accompagnée d'une augmentation de la puissance du laser. On note que la température à la surface du substrat varie linéairement avec la vitesse de dépose. En revanche, la variation à la surface du pli déposé n'est pas linéaire en dépit des propriétés thermiques du pli indépendant de la température. Cette différence de comportement entre le pli et le substrat met en avant l'influence de la diffusion dans l'épaisseur du pli. En effet, sur les temps considérés, le flux thermique a été transmis dans l'épaisseur du pli et ce dernier ne peut pas être considéré comme un milieu semi-infini. L'évolution de la température à la surface du pli avec la vitesse ne se réduit donc pas à l'énergie absorbée et le comportement est non linéaire.

Enfin, la température de surface du pli déposé est moins sensible à l'angle d'incidence du laser que celle du substrat (Figure 2.21 d). En diminuant l'angle de 1.5° , la température en surface du substrat est modifiée de 15° , contre -10° pour le pli déposé (Figure 2.21 f). La température est en effet sensible à la position du laser lorsque ce dernier est positionné en incidence rasante par rapport à la surface considérée. En effet, c'est pour les angles faibles que l'absorptivité augmente exponentiellement. Dans le procédé, la sensibilité à l'angle d'incidence n'est donc pas une fonction linéaire.

La dépendance de la température à la position angulaire est donc complexe et dépend de la configuration initiale. De plus, il est à noter que les réflexions secondaires n'ont pas été intégrées au calcul ici. Le renvoi du flux laser d'une surface vers l'autre augmentera probablement la sensibilité de la température à l'angle d'incidence.

Au final, la température est pilotée par l'énergie réelle absorbée en surface. Il est donc indispensable de connaître et de maîtriser de la distribution d'énergie surfacique dans la zone de chauffage. Pour cela, il est nécessaire de déterminer avec précision les paramètres « procédés » mais aussi les propriétés radiatives et thermiques du matériau.

3.3.4.2 Paramètres « matériaux »

Du fait de la faible conductivité thermique du pli et de l'amplitude de la puissance fournie, l'éclairage par le laser s'apparente à un choc thermique à la surface du pli éclairé. On s'intéresse donc dans un premier temps à l'influence de la valeur de la conductivité thermique transverse sur les profils de températures. Par ailleurs, peu d'informations sont présentes dans l'étude bibliographique sur la nature des transferts thermiques aux interfaces du pli. Dans un second temps, l'effet de la présence de résistances thermiques de contact à l'interface

pli / rouleau puis entre les deux premiers plis du substrat est analysé. Les valeurs imposées aux paramètres sont résumés dans le tableau (Tableau 2.7).

Tableau 2.7 : Plage d'étude des paramètres "matériaux".

Paramètres étudiés	Plage
Conductivité thermique transverse du pli composite, k_T [$\text{W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$]	[0.4, 0.5, 0.6]
	0.43 +/- 10 %
Résistance thermique de contact pli / rouleau $RTC_{\text{pli/rouleau}}$ [$\text{K}\cdot\text{m}^2/\text{W}$]	[$1\cdot 10^{-10}$, $5\cdot 10^{-4}$, $1\cdot 10^{-3}$]
Résistance thermique de contact dans le substrat $RTC_{\text{pli/pli}}$ [$\text{K}\cdot\text{m}^2/\text{W}$]	[$1\cdot 10^{-10}$, $5\cdot 10^{-4}$, $1\cdot 10^{-3}$]
Réflexion du flux laser	<i>Sans - Avec</i>

Conductivité thermique transverse du pli composite

La Figure 2.22 présente l'évolution du profil de température à la surface du substrat (a) et du pli déposé (b) pour des valeurs croissantes de la conductivité thermique transverse. La forme du profil et la position du maximum de température reste inchangées. En revanche les niveaux de température maximum en surface chutent de 390°C à 320°C et de 430°C à 388°C respectivement lorsque la conductivité augmente de 0.4 à 0.6 $\text{W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$.

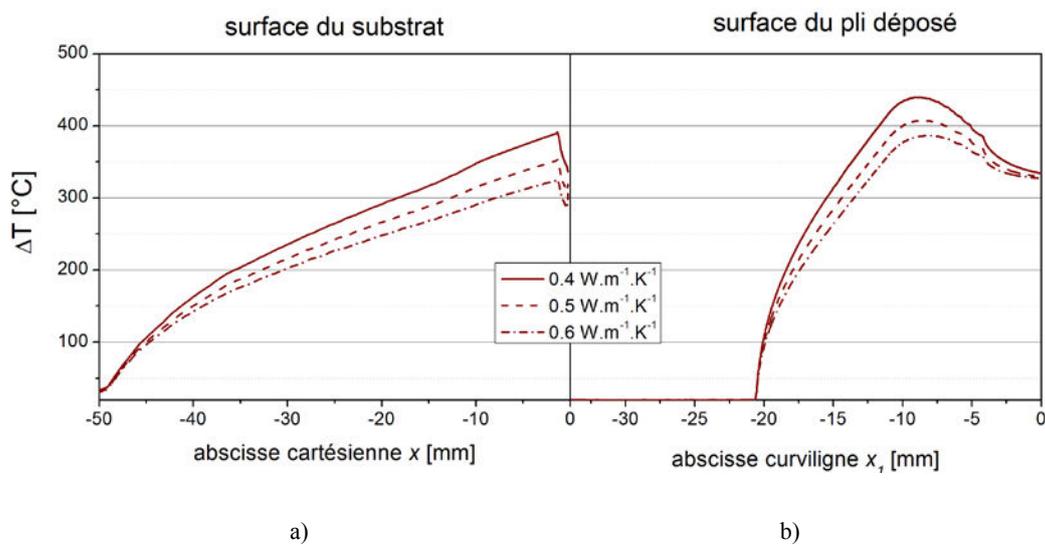


Figure 2.22 : Evolution du profil de température en surface du substrat (a) et du pli déposé (b) en fonction de la conductivité thermique transverse du pli.

Sur la Figure 2.23, la sensibilité de la température maximale à la conductivité thermique est présentée. La température varie inversement à la conductivité transverse avec une amplitude de 3% pour un écart de 10%. Il apparaît que la sensibilité de la température de surface à ce paramètre n'est pas négligeable devant les sensibilités aux autres variables du procédé. Les propriétés matériaux doivent donc être caractérisées pour parvenir à prédire les évolutions de températures de surface.

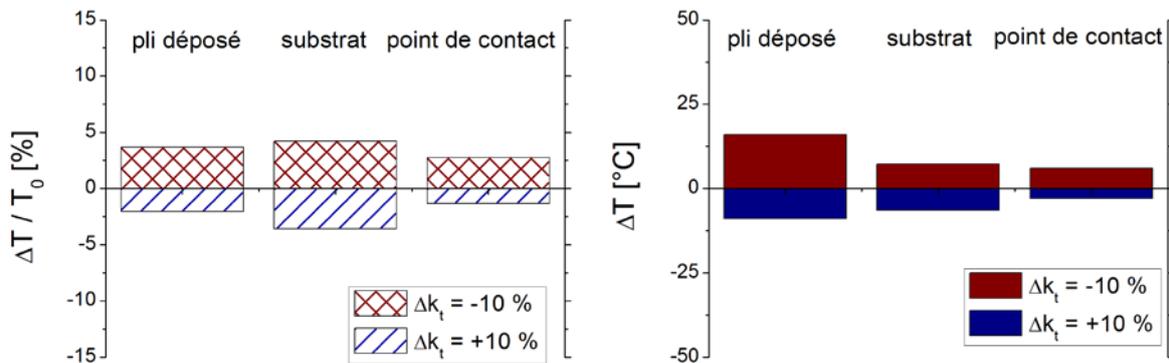


Figure 2.23 : Sensibilité de la température de surface à une variation de la conductivité transverse du composite.

Résistance thermique de contact pli / rouleau $RTC_{pli/rouleau}$

Par ailleurs, du fait de la faible épaisseur des plis, il convient de s'intéresser aux effets des transferts thermiques aux différentes interfaces du pli.

Tout d'abord, le contact entre le pli déposé et le rouleau est modélisé par une résistance thermique de contact dont la valeur dépend de l'état de surface du pli. Sur la Figure 2.24, les profils de température à la surface du pli déposé et à l'interface des plis après mise en contact, sous le rouleau, sont montrés pour différentes valeurs de RTC.

Les valeurs choisies balayent un intervalle allant du contact parfait ($RTC = 1.10^{-10} \text{ K.m}^2.\text{W}^{-1}$) au contact mauvais ($RTC = 1.10^{-3} \text{ K.m}^2.\text{W}^{-1}$). L'augmentation de la valeur de RTC entraîne l'augmentation de la température à la surface de la bande (Figure 2.24a) mais aussi de la température d'interface (Figure 2.24b). En effet, la RTC freine les pertes thermiques vers le rouleau. Du point de vue du procédé, il semble donc préférable de ne pas favoriser le contact entre le pli déposé et le rouleau pour maximiser la température d'interface lors de la mise en contact. La caractérisation de la valeur effective de la résistance thermique est alors nécessaire.

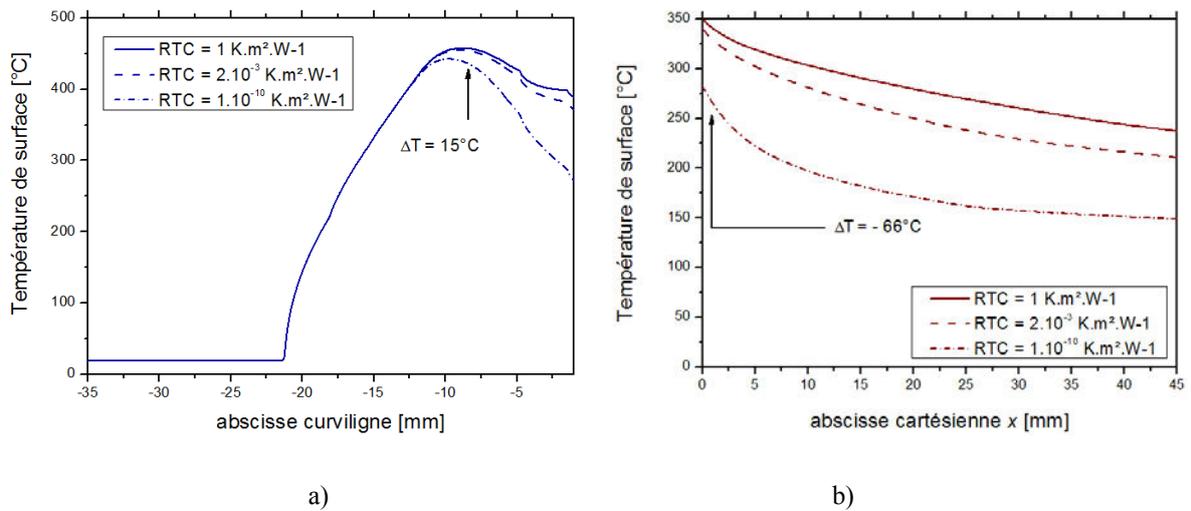


Figure 2.24 : Profils de température à la surface du pli déposé (a) et à l'interface (b) des plis sous le rouleau, pour différentes valeurs de RTC pli / rouleau.

Résistance thermique de contact dans le substrat $RTC_{pli/pli}$

Par ailleurs, dans le stratifié en fonction du degré de consolidation atteint entre les plis lors de la dépose précédente, une résistance thermique peut également être présente. Sur la Figure 2.25a), l'évolution du profil de température à la surface du substrat est présentée pour différentes valeurs de RTC imposées entre le 1^{er} et le 2^e pli. Les valeurs choisies balayent un intervalle allant du contact parfait ($RTC = 0 \text{ K.m}^2.\text{W}^{-1}$) au contact sans consolidation ($RTC = 1.5.10^{-3} \text{ K.m}^2.\text{W}^{-1}$).

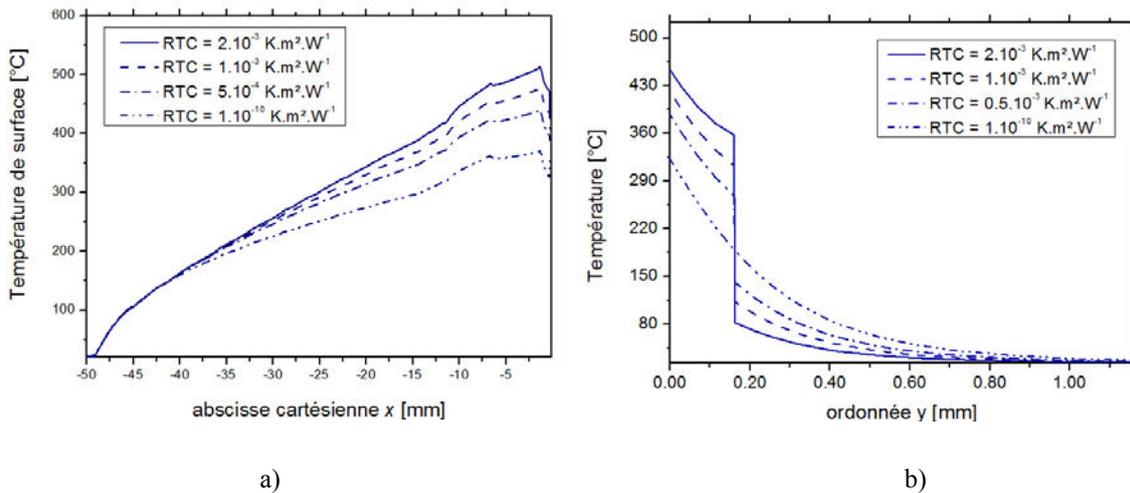


Figure 2.25 : a) Evolution du profil de température en surface du substrat en fonction de la résistance thermique de contact entre le 1^{er} et le 2^e pli. b) Profil de température au point $x = x_s$, dans l'épaisseur du pli en fonction de la résistance thermique de contact entre le 1^{er} et le 2^e pli

Une nouvelle fois, étant donné la faible épaisseur du pli, la présence d'une résistance thermique de contact provoque une augmentation de la température de surface en ralentissant le passage du flux thermique à l'interface. Dans le cas du stratifié, la présence d'une telle résistance thermique n'est évidemment pas souhaitée car associée à une adhésion non aboutie. Sur la Figure 2.25 b), le profil de température dans l'épaisseur du substrat, pris au point $x = x_s$, montre que même en cas d'une continuité parfaite entre les plis, la diffusion dans l'épaisseur reste limitée à 600 μm soit environ 3 plis. Plus, la résistance thermique de contact est importante, plus la chaleur reste confinée dans le premier pli.

Au final il apparaît que les sensibilités des températures de surface aux paramètres « intrinsèques » ne sont pas négligeables devant celles des paramètres d'entrée du procédé. Négliger ces paramètres dans une étude thermique amène donc à un cumul important des incertitudes. Or, on a vu que la fenêtre des paramètres « procédé » est étroite et requiert une prédiction fine des températures de surface.

Prise en compte d'une réflexion

La Figure 2.28 présente les profils de température en surface du substrat (a) et du pli déposé (b) sans et avec prise en compte d'une réflexion du faisceau laser. L'amplitude du flux surfacique étant localement plus élevé en prenant compte de la contribution de la réflexion, les températures de surface sont naturellement plus élevées. Il apparaît que, sans réflexion, on sous-estime localement jusqu'à 32°C la température de surface du substrat et de 65°C celle du pli déposé. Ces différences importantes peuvent amener par exemple, à dépasser temporairement le point de dégradation du polymère. L'établissement d'un modèle thermique du procédé de fabrication doit donc tenir compte du comportement diffusant du matériau composite et intégrer la valeur réelle de flux surfacique du laser.

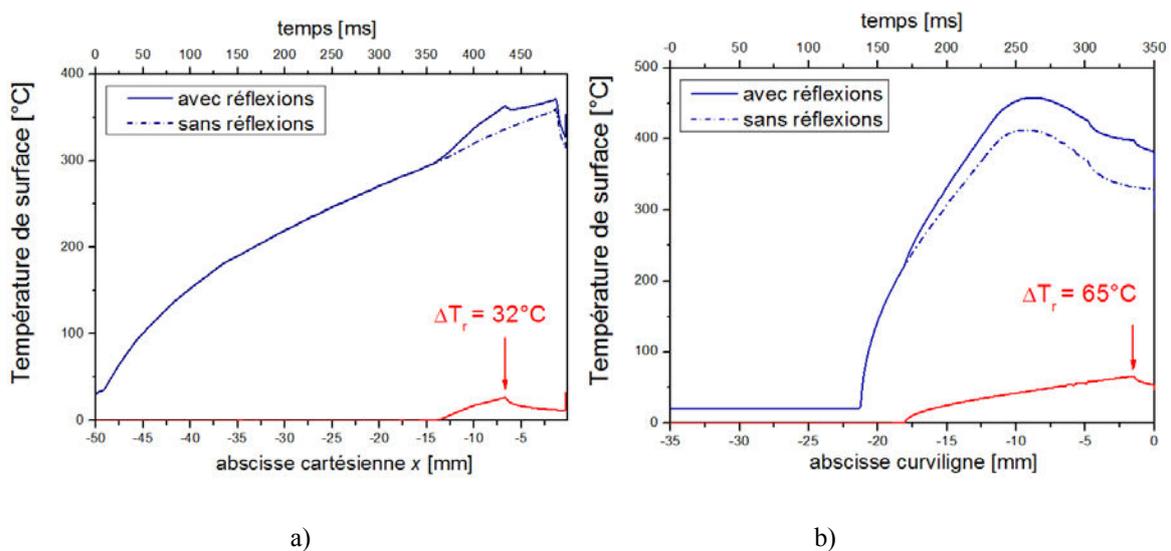


Figure 2.26 : a) Evolution du profil de température en surface du substrat (a) et du pli déposé (b) sans et avec prise en compte d'une première réflexion du faisceau laser.

3.3.5 Fenêtre de procédé

L'enjeu principal lors de la dépose d'un nouveau pli à la surface du substrat est que la température d'interface lors du contact soit au-dessus du point de fusion du polymère, T_f . Cependant, il faut veiller à ce que la température ne dépasse pas le seuil de déclenchement de la dégradation thermique $T_{dégradation}$ de la matrice. La dégradation thermique de la matrice se traduit par le déclenchement de phénomènes complexes et couplés : l'oxydation de la matrice, de la réticulation des chaînes, et l'évaporation des solvants. Ces phénomènes s'accroissent en présence d'oxygène et lorsque la température augmente. Ainsi, plus la température atteinte par la matrice est élevée, plus le temps de maintien avant le déclenchement de l'un ou plusieurs de ces mécanismes est réduit. Dans la littérature, des auteurs ont observés que la perte de masse de la matrice devenait instantanée à partir de 575°C. Dans la suite on gardera cette valeur pour établir une fenêtre de procédé pour le problème thermique, qui doit donc respecter les critères :

$$T_{interface} > T_f = 345^{\circ}C$$

$$T < T_{dégradation} = 575^{\circ}C$$

Sur la Figure 2.27, les profils de températures de la surface du substrat, du pli déposé, et de l'interface formée sont présentés pour une incidence β_1 de 15°, et pour une puissance de $Q = 1000$ W (a) et 1500 W (b). Pour élever la température de l'interface au dessus du point de fusion, il est obligatoire de dépasser le seuil de dégradation de la matrice polymère en surface du substrat. Aucune des deux configurations ne permet de respecter les deux critères imposés. La Figure 2.28 montre les mêmes profils de températures mais pour un angle d'incidence β_1 égale à 22.5°. Dans cette inclinaison, le chauffage du pli déposé et du substrat est effectué de manière quasi-symétrique. On observe alors que cette fois, la température maximale atteinte par le substrat est plus élevée que celle atteinte en surface du pli déposé. Une nouvelle fois, l'augmentation de la puissance (Figure 2.28b) ne permet pas de trouver une configuration de paramètre du modèle thermique répondant au critère de température choisie pour caractériser le soudage des plis entre eux.

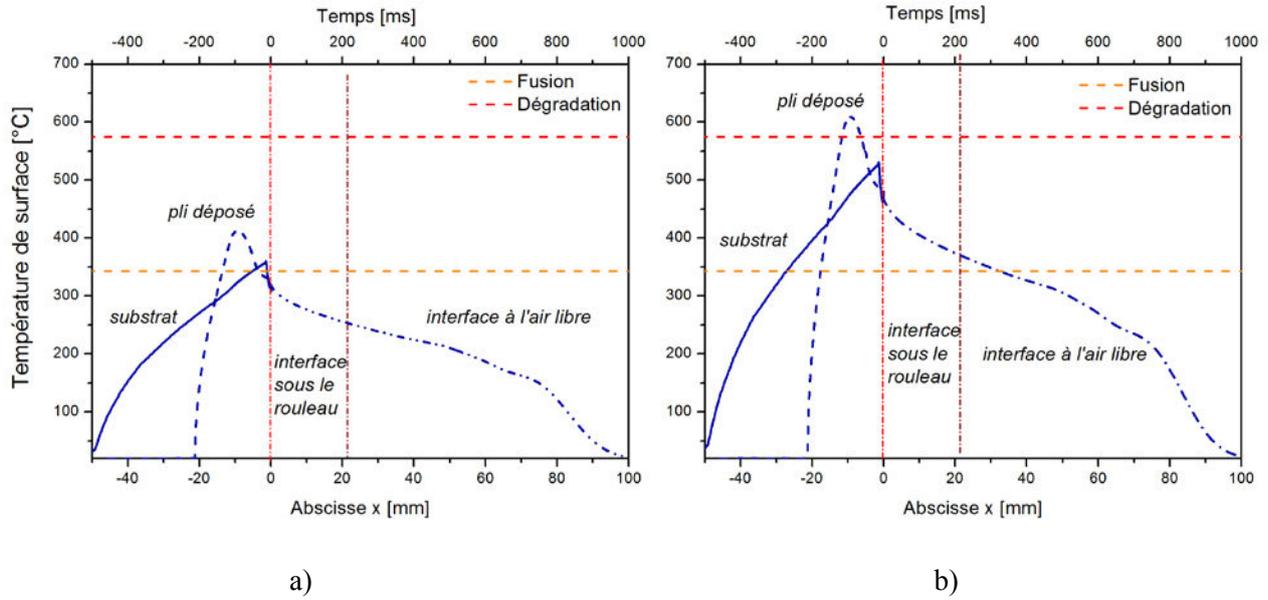


Figure 2.27 : Profils de température complet pour une puissance d'entrée $Q = 1000 \text{ W}$ (a) et $Q = 1500 \text{ W}$ (b), une incidence $\beta_1 = 15^\circ$ et une vitesse de dépôt $v = 100 \text{ mm/s}$.

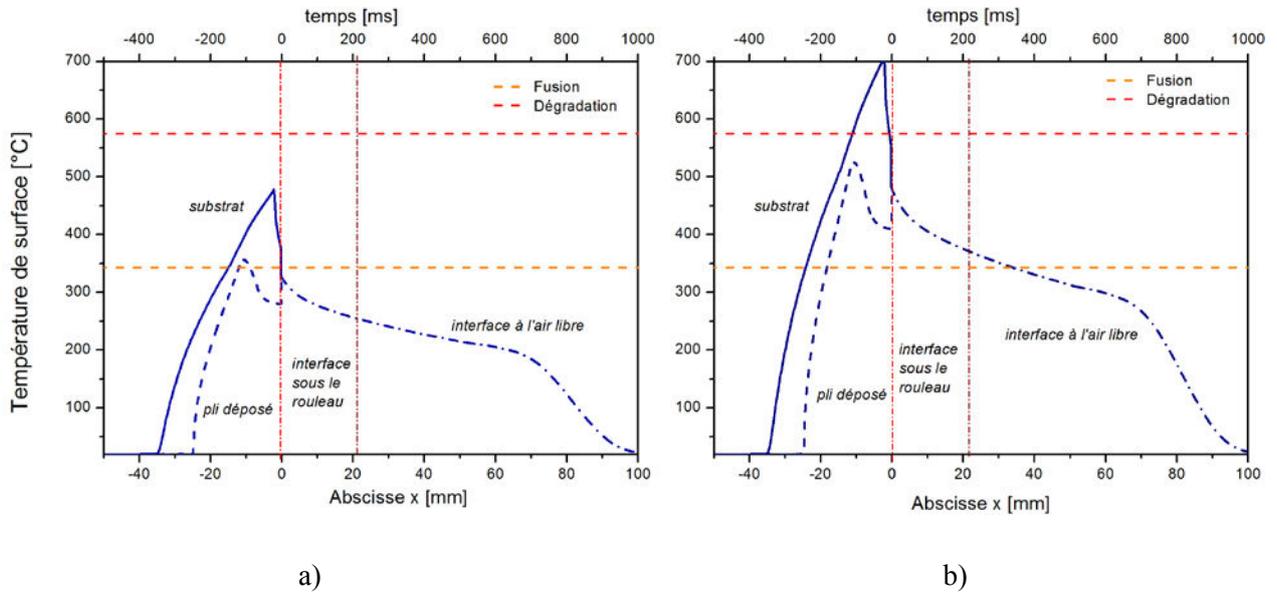


Figure 2.28 : Profils de température complet pour une puissance d'entrée $Q = 1000 \text{ W}$ (a) et $Q = 1500 \text{ W}$ (b), une incidence $\beta_1 = 22.5^\circ$ et une vitesse de dépôt $v = 100 \text{ mm/s}$.

La fenêtre réelle de paramètre procédé est donc étroite et requiert la mise en place d'un modèle thermique raffiné, incluant les valeurs réalistes pour les conditions aux limites, les propriétés thermiques et optiques des matériaux impliqués.

4. Conclusion partielle

Les mesures de température du drapage automatisé de bandes composites sont complexes. La température du point de contact en particulier, pourtant nécessaire pour estimer le niveau d'adhésion finale entre les plis déposés n'est pas accessible. La modélisation thermique est donc un outil incontournable pour suivre l'évolution des champs de température en fonction des paramètres du procédé.

Dans ce chapitre, une étude thermique du procédé a été menée sur un modèle 2D éléments finis d'une géométrie centrée sur le rouleau de compaction. Le modèle a permis de mettre en avant la grande sensibilité des températures de surface aux différents paramètres du problème. Il apparaît tout d'abord qu'il existe un couplage fort entre les paramètres procédé (vitesse, température, angle d'incidence du laser par rapport aux surfaces éclairées). En effet, pour assurer la fusion de la matrice au point de contact, l'énergie doit être apportée en quantité suffisante. Or, sa répartition en surface dans la zone de chauffage doit également être maîtrisée pour ne pas dépasser le point de dégradation de la matrice. Cet effet est accentué par l'existence d'une zone d'ombre avant le point de contact, où la température de surface chute brutalement. Une quantité plus importante d'énergie doit donc être fournie pour amener la matrice au-delà de son point de fusion tout en évitant sa dégradation chimique. Avec le modèle simplifié présenté ici, aucun couplage de paramètre procédé ne permet d'assurer la fusion du polymère dans la zone de contact sans déclencher sa dégradation en amont, à la surface du substrat ou du pli déposé. Bien que ce critère de température choisie pour caractériser l'adhésion puisse être jugé insuffisant car ne prenant pas en compte l'historique thermique du pli, il montre l'étroitesse de la fenêtre de procédé.

Par ailleurs, la quantité d'énergie absorbée est directement dépendante des propriétés optiques du matériau à la longueur d'onde du laser infra-rouge. Tout d'abord, la surface du pli composite est diffusante à la longueur d'onde du laser et n'absorbe qu'une partie du faisceau incident. Le flux non absorbé par les surfaces sera réfléchi dans la direction opposée. Dans le cas du substrat impacté en incidence rasante par le faisceau, 30 % du flux sera réfléchi, majoritairement vers le pli déposé donc, in fine, plus près du point de contact. Cependant, pour connaître la répartition finale du flux absorbé en chaque point, la détermination fine des propriétés radiatives du matériau est incontournable.

Enfin, du fait de la faible épaisseur des plis, les températures de surfaces sont également impactées par les échanges aux interfaces entre les plis et avec les outils. En omettant d'intégrer les résistances thermiques de contact dans un modèle thermique les potentiels pertes thermiques vers les outils ne sont pas prises en compte. Comme il a été montré dans ce chapitre, la température à l'interface diminue fortement si le contact avec le rouleau de compaction n'est pas adiabatique. Inversement, si les éventuelles résistances thermiques de contact entre les plis, induites par une mauvaise adhésion au passage précédent, ne sont pas considérées, la température

de surface du substrat est sous-estimée. Cela peut, par exemple, amener à un apport trop important de puissance en surface et à la dégradation de la matrice. La détermination des transferts thermiques dans un pli composite à ses interfaces permettra donc de mieux anticiper les transferts réels dans le procédé AFP.

En conclusion, cette étude montre de manière générale la forte sensibilité des prédictions numériques aux données matériaux et aux conditions aux limites. La mise en place d'un modèle thermique réaliste, permettant une prédiction fine de l'histoire thermique dans le procédé nécessite d'alimenter le modèle avec des données d'entrée précises. Cette problématique de recherche de conditions de procédé viables voire optimales est rendue particulièrement difficile par le phénomène de dégradation de la matrice qui doit nous inciter, par sécurité, à limiter au maximum les températures maximales pouvant être atteintes.

Références bibliographiques

1. Cogswell, F. N. *Thermoplastic Aromatic Polymer Composites*. (Butterworth-Heinemann Ltd, 1992).
2. Lamèthe, J. Etude de l'adhésion de composites thermoplastiques : Application à la mise en œuvre par soudure. (Pierre et Marie Curie - Paris VI, 2005).
3. Stokes-Griffin, C. M. & Compston, P. Optical characterisation and modelling for oblique near-infrared laser heating of carbon fibre reinforced thermoplastic composites. *Opt. Lasers Eng.* **72**, 1–11 (2015).
4. Grouve, W. Weld strength of laser-assisted tape placed thermoplastic composites. (Universiteit Twente, 2012).
5. Nicodeau, C. Modélisation du soudage en continu de composites à matrice thermoplastique. (Ecole Nationale Supérieure d'Arts et Métiers, 2005).
6. Barasinski, a., Leygue, a., Soccard, E. & Poitou, a. In situ consolidation for thermoplastic tape placement process is not obvious. **948**, 948–953 (2011).
7. Pitchumani, R., Gillespie, J. W. & Lamontia, M. . Design and Optimization of a thermoplastic Tow-Placement Process with in-situ Consolidation. *J. Compos. Mater.* **31**, 244–275 (1997).
8. Sonmez, F. O. & Akbulut, M. Process optimization of tape placement for thermoplastic composites. *Compos. Part A Appl. Sci. Manuf.* **38**, 2013–2023 (2007).

Chapitre 3

Caractérisation des propriétés radiatives

Ce chapitre présente une étude des propriétés radiatives d'un composite carbone / PEEK par spectroscopie infrarouge. L'ensemble des résultats et conclusions attenantes à cette caractérisation ont fait l'objet d'une publication dans International Journal of Heat and Mass Transfer¹. Le corps du chapitre est donc constitué de l'article. Afin de faciliter la compréhension du lecteur, les notions de bases seront rappelées ainsi que les résultats principaux de l'étude.

1.	Contexte de l'étude	97
2.	Définitions des propriétés radiatives.....	98
2.1	Emission de flux thermique par une surface.....	98
2.1.1	Notion de rayonnement thermique	98
2.1.2	Luminance d'une surface quelconque	98
2.1.3	Rayonnement d'un corps noir.....	99
2.1.4	Rayonnement thermique des corps usuels.....	100
2.2	Interaction d'une surface avec le rayonnement extérieur	101
2.2.1	Cas du corps noir	101
2.2.2	Cas du matériau composite.....	102
2.2.3	Cas d'un matériau non opaque	104
3.	Caractérisation des propriétés radiatives d'un composite carbone / PEEK	104
3.1	Article.....	105
3.2	Analyse des résultats de l'étude.....	114
3.3	Emissivité du matériau composite.....	116

4. Conclusion partielle	117
Références bibliographiques	119

1. Contexte de l'étude

Lorsqu'une source lumineuse est utilisée lors de l'étape de chauffage du procédé AFP pour apporter de l'énergie au matériau, il convient de déterminer le flux de chaleur effectivement absorbé en chaque point de la surface, entraînant ainsi une élévation de température. Or, étant donné la configuration de la bande en cours de dépose et du substrat dans le procédé AFP, un rayon incident n'est pas entièrement absorbé dès sa première interaction avec la matière et pourra être réfléchi plusieurs fois avant son atténuation complète. Deux analyses complémentaires doivent donc être menées pour déterminer la distribution surfacique du flux : (i) la caractérisation à l'échelle du matériau de son interaction avec le laser en termes d'absorption, réflexion et transmission, et (ii) l'intégration, à l'échelle du rouleau et de la zone chauffée de ces propriétés radiatives en fonction de la géométrie.

Par ailleurs, un second type de flux radiatif peut être caractérisé : l'émission propre du matériau du fait de sa température. En effet, tout corps porté à une température donnée émet un rayonnement électromagnétique dont l'amplitude augmente avec la température du matériau. La quantité de flux pouvant être émise par la surface en fonction de cette température est caractérisée par son émissivité. Or, les longueurs d'onde du spectre associées à ce rayonnement, dit thermique, sont aussi comprises dans le domaine infrarouge (0.1 – 100 μm). Comme on le verra par la suite, les amplitudes des flux engagés par ce type d'échange radiatif ne sont pas assez élevées pour rentrer en compétition avec le rayonnement du laser en termes d'évolution de la température de surface. En revanche, la mesure sans contact de la température de surface des matériaux de l'étude par thermographie infrarouge, nécessite de recourir à la caractérisation de leur comportement émissif.

La spectroscopie infrarouge permet de quantifier les propriétés radiatives des matériaux dans cette partie du spectre électromagnétique. C'est par ce biais et à l'aide d'un spectromètre à Transformée de Fourier que sera caractérisé le composite carbone / PEEK. Dans ce chapitre, nous présentons une étude du comportement en réflexion du composite. L'influence de l'incidence de la source lumineuse mais aussi de l'orientation des fibres a plus particulièrement été investiguée. Afin d'étudier le rôle de la température de surface du matériau, un système spécifique de porte-échantillon chauffant a également été développé.

En préambule, les interactions entre la matière et les ondes électromagnétiques sont rappelées. Cela nous amènera à définir les grandeurs optiques d'intérêt qui font l'objet de mesures sur le composite.

2. Définitions des propriétés radiatives

2.1 Emission de flux thermique par une surface

2.1.1 Notion de rayonnement thermique

Tout corps émet en permanence et dans des directions aléatoires, du seul fait de sa température, des ondes électromagnétiques dont l'amplitude et la longueur d'onde dépendent directement de celle-ci. La notion de rayonnement thermique est alors employée pour désigner ce mode de transfert de chaleur, qui contrairement à la conduction et la convection, ne se produit pas via un milieu matériel. Les longueurs d'onde concernées par le rayonnement thermique ne concernent qu'une partie restreinte du spectre électromagnétique complet, comprise entre 0.1 et 100 μm (UV, visible, IR) ² (Figure 3.1).

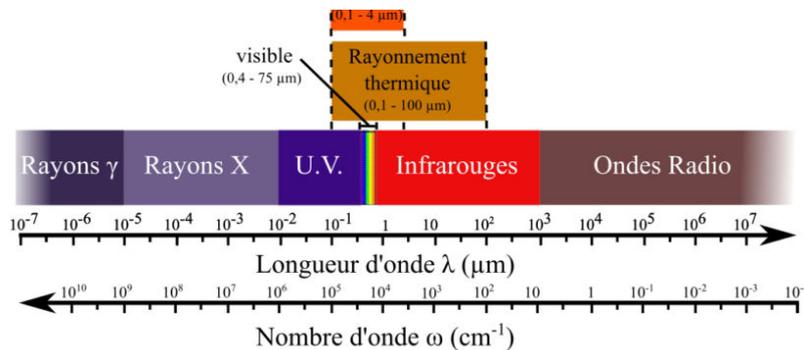


Figure 3.1 : Définition du domaine infrarouge et du rayonnement thermique dans le spectre électromagnétique complet³.

L'étude des transferts thermiques par rayonnement nécessite au préalable de rappeler le formalisme et les dénominations spécifiquement adoptés pour se référer aux différentes grandeurs spatiales et énergétiques impliquées. Ainsi, une grandeur associée à une unique longueur d'onde λ est qualifiée de *spectrale* ou *monochromatique* ; à l'inverse, le terme *total* sera employé pour faire référence au spectre électromagnétique complet. De manière équivalente, une grandeur sera désignée comme *directionnelle* si elle est associée à une unique direction de l'espace et d'*hémisphérique*, sinon.

2.1.2 Luminance d'une surface quelconque

Soit un élément dS d'une surface quelconque à une température T et émettant un flux radiatif spectral élémentaire dQ_λ à la longueur d'onde λ . Considérons alors un angle solide $d\Omega$ porté par \mathbf{u} , direction repérée par ses coordonnées sphériques (θ, ϕ) par rapport à la normale à dS notée \mathbf{n} . La luminance spectrale de la surface est alors $L_\lambda(\theta, \phi, T)$ comme le ratio du flux spectral élémentaire dQ_λ par unité d'aire dS , par unité d'angle solide $d\Omega$ et par unité de longueur d'onde $d\lambda$ autour de λ :

$$L_{\lambda}(\theta, \phi, T) = \frac{dQ_{\lambda}}{dS d\lambda d\Omega}$$

Avec $L_{\lambda}(\theta, \phi, T)$ en $[\text{W} \cdot \text{m}^{-2} \cdot \mu\text{m}^{-1} \cdot \text{sr}^{-1}]$.

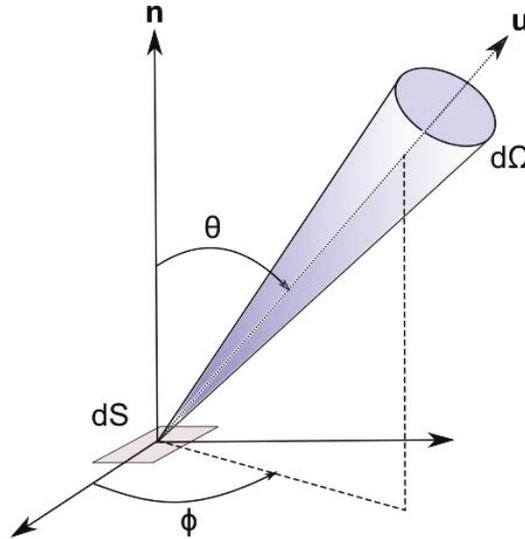


Figure 3. 2: Angle solide élémentaire $d\Omega$ intercepté par un élément de surface dS d'une surface quelconque.

L'énergie spectrale contenue dans l'angle solide $d\Omega$ et interceptée par l'élément de surface dS est :

$$L_{\lambda}(\theta, \phi, T) \cos\theta d\Omega = L_{\lambda}(\theta, \phi, T) \cos\theta \sin\theta d\theta d\phi \quad (3.1)$$

2.1.3 Rayonnement d'un corps noir

Un corps noir est à un objet à l'équilibre thermodynamique dont le flux radiatif spectral ne dépend que de sa température. La luminance spectrale émise par le corps noir $L_{\lambda, CN}$ ne dépend donc pas de la direction (θ, ϕ) considérée. La loi de Planck établit que :

$$L_{\lambda, CN}(T) = \frac{2hc^2}{\lambda^5 (e^{\frac{hc}{\lambda kT}} - 1)} \quad (3.2)$$

Où c est la vitesse de la lumière ($c = 3 \cdot 10^8 \text{ m} \cdot \text{s}^{-2}$), h est constante de Planck ($h = 6,6 \cdot 10^{-34} \text{ J} \cdot \text{s}^{-1}$), et $k = 1,38 \cdot 10^{-23} \text{ J} \cdot \text{K}^{-1}$ est la constante de Boltzmann.

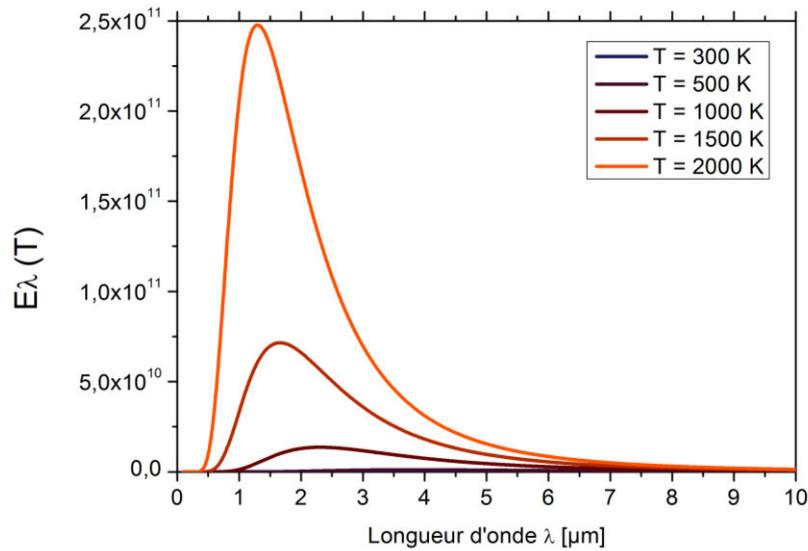


Figure 3 3 : Emission du corps noir en fonction de la température.

Le flux spectral contenu dans un angle solide élémentaire $d\Omega$, tel qu'il a été défini précédemment, et interceptée par un l'élément de surface dS du corps noir est :

$$L_{\lambda,CN}(T)\cos\theta d\Omega = L_{\lambda,CN}(T)\cos\theta\sin\theta d\theta d\phi \quad (3.3)$$

Pour connaître le flux émis dans tout l'hémisphère par le corps noir la relation (3.1) est intégrée sur tous les angles solides de l'hémisphère. L'émission spectrale du corps noir est alors :

$$E_{\lambda,CN}(T) = \int_{\phi=0}^{2\pi} \int_{\theta=0}^{\pi/2} L_{\lambda,CN}(\theta)\cos\theta\sin\theta d\theta d\phi = \pi L_{\lambda,CN}(T) \quad (3.4)$$

La relation de Planck peut être intégrée en fonction de la longueur d'onde afin d'établir la loi de Stefan – Boltzmann caractérisant l'émission totale du corps noir :

$$\int_{\lambda=0}^{\lambda=\infty} E_{\lambda,CN}(T) d\lambda = E_{CN}(T) = \sigma T^4 \quad (3.5)$$

Où E_{CN} est l'émission totale du corps noir en $[W.m^{-2}]$, σ est la constante de Stefan – Boltzmann ($\sigma = 5.670610.10^{-8} W.m^{-2}.K^{-4}$).

2.1.4 Rayonnement thermique des corps usuels

Le corps noir n'est qu'une représentation idéalisée de la réalité mais sert de référence pour définir le spectre et le flux maximal pouvant être émis par un matériau à une température T . Dans les faits, la grande majorité des matériaux ne se comportent pas comme des corps noirs, ou du moins, pas sur tout le spectre infrarouge. L'émission thermique spontanée d'un corps quelconque sera plus ou moins proche de l'émission de référence du corps noir selon la longueur d'onde λ et la direction considérées (θ, ϕ) .

On définit alors l'émissivité spectrale directionnelle du corps quelconque $\varepsilon_\lambda(\theta, \phi, T)$:

$$\varepsilon_\lambda(\theta, \phi, T) = \frac{L_\lambda(\theta, \phi, T)}{L_{\lambda, CN}(T)} \quad (3.6)$$

Où $L_\lambda(\theta, \phi, T)$ est la luminance du corps quelconque dans la direction (θ, ϕ) , à la longueur d'onde λ , et à la température T ; et $L_{\lambda, CN}(T)$ est la luminance du corps noir prise à la même longueur d'onde et température.

En intégrant l'équation (3.3) sur toutes les directions de l'hémisphère centré sur dS , on définit alors l'émissivité spectrale hémisphérique ε_λ :

$$\varepsilon_\lambda(T) = \frac{E_\lambda(T)}{E_{\lambda, CN}(T)} \quad (3.7)$$

L'amplitude spectrale du flux émis par la surface du matériau peut donc être reliée à sa température en reprenant la relation de Planck, soit :

$$E_\lambda(T) = \varepsilon_\lambda(T)E_{\lambda, CN}(T) \quad (3.8)$$

De même, pour une température donnée, l'émissivité spectrale est reliée à l'émissivité totale $\varepsilon(T)$ du matériau, sur tout le spectre, par la relation :

$$\varepsilon(T) = \frac{E(T)}{E_{CN}(T)} = \frac{\int_{\lambda=0}^{\lambda=+\infty} E_\lambda(T) d\lambda}{\int_{\lambda=0}^{\lambda=+\infty} E_{CN, \lambda}(T) d\lambda} = \frac{\int_{\lambda=0}^{\lambda=+\infty} \varepsilon_\lambda(T) E_{CN, \lambda}(T) d\lambda}{\int_{\lambda=0}^{\lambda=+\infty} E_{CN, \lambda}(T) d\lambda} \quad (3.9)$$

De la même manière, le flux total émis peut donc être reliée à la température :

$$E(T) = \varepsilon(T)\sigma T^4 \quad (3.10)$$

2.2 Interaction d'une surface avec le rayonnement extérieur

Après avoir considéré la contribution d'une surface vers l'extérieur, on s'intéresse aux résultats de l'interaction de cette surface avec un flux provenant de l'extérieur. L'origine de ce flux peut être spontanée et provenir de l'émission thermique d'une surface voisine, ou alors être volontaire, quand elle est due à une source de chauffage lumineuse. Les principes physiques sous-jacents sont bien entendu les mêmes, et sont associés aux trajets des ondes électromagnétiques.

2.2.1 Cas du corps noir

Dans le premier chapitre, les notions d'absorption, de réflexion, et de transmission d'un faisceau par une lame d'épaisseur finie ont été présentées de manière générale. On rappelle, avec le formalisme à présent adopté, pour un faisceau de longueur d'onde λ la lame est caractérisée par son absorptance α_λ sa réflectance ρ_λ et sa

transmittance τ_λ . D'après ce qui a été vu précédemment, la surface émet aussi un rayonnement de longueur d'onde λ du fait de sa température, avec une fraction ε_λ .

Le corps noir est un absorbeur parfait soit, par définition, un matériau opaque pour lequel aucune partie d'un rayonnement incident n'est réfléchi ni transmis. Alors, pour le corps noir :

$$\rho_{\lambda,CN} = \tau_{\lambda,CN} = 0 \quad (3.11)$$

$$\alpha_{\lambda,CN} = 1. \quad (3.12)$$

Cela signifie que, quelle que soit la longueur d'onde du rayonnement incident celui-ci sera absorbé en totalité par le corps noir. D'après la première loi de Kirchhoff, l'équilibre thermodynamique du corps noir n'est assuré que si tout flux absorbé à chaque longueur d'onde est réémis dans sa totalité vers l'extérieur. Soit :

$$E_{\lambda,CN}(T) = A_{\lambda,CN}(T) \quad (3.13)$$

Avec $A_{\lambda,CN}(T)$ la portion absorbée du flux incident à cette longueur d'onde par le corps noir.

On pose alors :

$$\alpha_{\lambda,CN} = \varepsilon_{\lambda,CN} = 1 \quad (3.14)$$

Et par intégration sur tout le spectre électromagnétique :

$$E_{CN}(T) = A_{CN}(T) \quad (3.15)$$

La définition s'étend alors à tous type de matériau :

$$\alpha_\lambda = \varepsilon_\lambda \quad (3.16)$$

L'émissivité spectrale, et par conséquent l'émissivité totale, peut être caractérisée indirectement par la réflectance, et la transmittance.

2.2.2 Cas du matériau composite

Considérons un élément de surface dS à la surface d'un pli renforcé par des fibres de carbone unidirectionnelles et éclairé par un faisceau incident contenu dans un angle solide élémentaire $d\Omega_i$ (Figure 3.4). Sa direction est cette fois caractérisée par l'angle θ_i par rapport à l'axe normal à la surface \mathbf{n} , et la déviation angulaire ϕ_i entre la projection du faisceau sur la surface du composite et la direction principale des fibres.

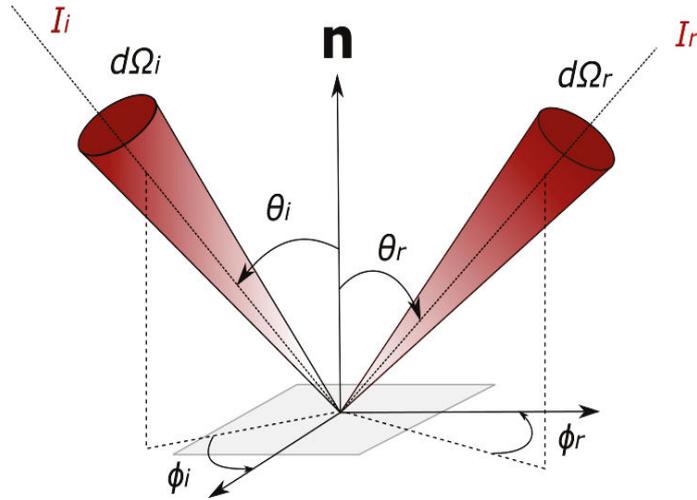


Figure 3.4 : Angle solide incident et réfléchi après l'interaction avec une surface élémentaire dS .

Il a également été vu que, dans le spectre infrarouge, le matériau composite est opaque ($\tau = 0$)⁴. D'après les relations de conservations de l'énergie de Kirchhoff, l'étude de ses propriétés radiatives se résume donc principalement à l'étude de son comportement en réflexion. Il est alors nécessaire de définir les aspects directionnels du rayonnement.

La comparaison entre le flux incident intercepté par dS , $I_\lambda(\theta_i, \phi_i, T) \cos \theta_i d\Omega_i$, et de sa contribution après réflexion dans un angle solide donné $I_{\lambda,r}(\theta_r, \phi_r, \theta_i, \phi_i, T)$, permet de définir la fonction de distribution de réflectance bidirectionnelle (BRDF) :

$$f_\lambda(\theta_r, \phi_r, \theta_i, \phi_i, T) = \frac{I_{\lambda,r}(\theta_r, \phi_r, \theta_i, \phi_i, T)}{I_\lambda(\theta_i, \phi_i, T) \cos \theta_i d\Omega_i} \quad (3.17)$$

En intégrant la fonction BRDF sur l'ensemble du demi-espace au-dessus de la surface, on établit la réflectance directionnelle - hémisphérique :

$$\hat{\rho}_\lambda(\theta_i, \phi_i, T) = \int_{2\pi} f_\lambda(\theta_r, \phi_r, \theta_i, \phi_i, T) \cos \theta_r d\Omega_r \quad (3.18)$$

D'après la loi de Kirchhoff, la réflectance spectrale directionnelle-hémisphérique est donc liée à l'absorptance spectrale directionnelle par :

$$\alpha(\theta_i, \phi_i, T) = 1 - \hat{\rho}_\lambda(\theta_i, \phi_i, T) \quad (3.19)$$

La mesure de la réflectance directionnelle-hémisphérique permet donc de connaître le flux absorbé en chaque point en fonction de l'incidence du faisceau.

La BRDF peut aussi être intégrée sur un angle solide donné Ω autour de la direction (θ_r, ϕ_r) . On obtient alors la réflectance bidirectionnelle :

$$\rho_{\lambda}(\theta_i, \phi_i, \theta_r, \phi_r, T) = \int_{\Omega} f_{\lambda}(\theta_r, \phi_r, \theta_i, \phi_i, T) \cos \theta_r d\Omega_r \quad (3.20)$$

Au final, la fonction BRDF caractérise le comportement intrinsèque de la surface du matériau indépendamment de la forme du faisceau incident. A l'inverse, les définitions de $\hat{\rho}_{\lambda}(\theta_i, \phi_i, T)$ et $\rho_{\lambda}(\theta_i, \phi_i, \theta_r, \phi_r, T)$ considèrent la surface S intégrée et non élémentaire. Ces grandeurs sont des propriétés globales que l'on peut mesurer expérimentalement.

2.2.3 Cas d'un matériau non opaque

Les définitions adoptées précédemment pour la réflectance peuvent être transposées à la transmittance pour un matériau semi-transparent. On définit ainsi la fonction de distribution de transmittance bidirectionnelle (BTDF) :

$$h_{\lambda}(\theta_t, \phi_t, \theta_i, \phi_i, T) = \frac{I_{\lambda,t}(\theta_t, \phi_t, \theta_i, \phi_i, T)}{I_{\lambda}(\theta_i, \phi_i, T) \cos \theta_i d\Omega_i} \quad (3.21)$$

Ainsi, que la transmittance directionnelle hémisphérique :

$$\hat{t}_{\lambda}(\theta_i, \phi_i, T) = \int_{2\pi} h_{\lambda}(\theta_r, \phi_r, \theta_i, \phi_i, T) \cos \theta_r d\Omega_r \quad (3.22)$$

3. Caractérisation des propriétés radiatives d'un composite carbone / PEEK

L'objectif de cette étude est dans un premier temps d'élargir la caractérisation du comportement optique en réflexion d'un composite carbone à matrice PEEK au spectre infrarouge complet, de 0.6 à 25 μm à l'aide d'un spectromètre infrarouge à Transformée de Fourier. La forme et l'amplitude des profils de diffusion sont analysées pour des incidences de faisceau comprises entre 13 et 83° ainsi que pour des orientations de fibres variant de 0° à 90°. De plus, une cellule chauffante pouvant être adaptée sur une platine de mesure de réflectance spéculaire en incidence normale est développée pour effectuer des mesures en température dans la gamme de longueur d'onde du laser. Après validation de ses performances thermiques et optiques, les résultats obtenus sur le composite pour une gamme de températures comprises entre 20 à 450°C et pour une longueur d'onde égale à 1 μm sont présentés.

3.1 Article



Directional spectral reflectivity measurements of a carbon fibre reinforced composite up to 450 °C



Violaine Le Louët^{a,b}, Benoit Rousseau^{b,*}, Steven Le Corre^b, Nicolas Boyard^b, Xavier Tardif^a, Jérôme Delmas^b, Didier Delaunay^b

^a Institut de Recherche Technologique Jules Verne, Chemin du Chaffault, 44340 Bouguenais, France

^b Laboratoire de Thermique et Energie de Nantes, UMR CNRS 6607, Université de Nantes, Rue Christian Pauc, 44306 Nantes Cedex 3, France

ARTICLE INFO

Article history:

Received 10 February 2017

Received in revised form 24 April 2017

Accepted 27 April 2017

Available online 17 May 2017

Keywords:

Radiative properties

Spectrometer

Controlled-temperature cell

Carbon fibre reinforced composite

ABSTRACT

A quantitative study of the bi-directional reflectivity of a carbon/poly-ether-ether-ketone (PEEK) based composite is performed at room temperature using a Fourier Transform Infra-Red Bruker 80v spectrometer (0.6–25 μm) angles of incidence and collection ranging from 11 to 83° and by varying fibre orientation. Then, a home-made compact cell, based on a customized resistive heater, is adapted to the sample compartment of the spectrometer for measuring the temperature dependency of the normal reflectivity of the composite sample from 20 to 450 °C. A complete validation of the thermal performances of the cell is thus presented to support the interpretation of the previous reflectivity measurements. The respective contributions of the carbon fibrous reinforcement and of the PEEK matrix on the reflective behaviour up to 450 °C is finally discussed. Temperature is shown to play a minor role on the optical properties of the tested materials, thus indicating a predominant role of the carbon fibres. Conversely, the room temperature angular study shows the high importance of the beam incident angle with respect to fibres orientation and enables to characterize this strongly anisotropic reflective behaviour.

© 2017 Elsevier Ltd. All rights reserved.

1. Introduction

Near infrared laser diodes are promising heating methods to replace traditional gas torches in Automated Fibre Placement (AFP) machines for manufacturing thermoplastic carbon fibre composites (TP-CRFP) [1]. Indeed, thanks to their ability to deliver uniform high fluxes over large surfaces, they can provide effectively the high energy required to achieve the fusion bonding of the composite tapes [2]. In order to optimize the energy efficiency of the laser assisted processes such as AFP, the thermal radiative properties of the material involved must be known according to the laser incidence, its wavelength, the fibre orientation and the material temperature. Yet, whereas the mechanical and chemical properties of (TP-CRFP) have been thoroughly studied in literature [3], the radiative aspects concerning such materials remains poorly documented.

Previous studies have highlighted the strong back-scattering power of CRFP due to the presence of cylindrical fibres [4]. Hence it has also been shown that simple specular reflection assumptions fail to correctly model the surface/laser interaction [5,6]. The diffu-

sive behaviour is influenced by the angle of incidence of the beam Θ . To illustrate this behaviour, directional hemispherical reflectivity measurements have been performed at room temperature with the beam aligned to the fibre directions at 0.5, 1, 1.5 and 2 μm on a carbon/PEEK composite by varying the polar angle θ between 10 and 80° [7]. It was found that the reflected flux rises from 0.1 to 0.6 when the beam is shifted from normal incidence to a grazing one. Moreover, similarly to the pioneering experiment carried out by Groupe [6], the same authors qualitatively observed, for an incidence of 65°, that the scattering profile of the composite surface is highly dependent of the angle, ϕ , between the axis of the fibre and the axis of the laser. The role of the polymer rich surface was also studied in Hohmann et al. [4]. Total directional reflections measurements were performed at 500 nm with integrating spheres on carbon fibre laminates, one where the polymer matrix at the surface was removed by laser processing, and the other one with the polymer layer at the surface. Results showed that the normal total reflectivity was 0.02 higher for the latter sample. The authors explained this reflectivity increasing by the fact that the matrix alone has a higher refractive index so that a little less light is absorbed. Eventually, in parallel to experimental studies on composite materials, optical models based on Ray Tracing [7] or Maxwell Equations [4] were developed. Nevertheless, whatever

* Corresponding author.

E-mail address: benoit.rousseau@univ-nantes.fr (B. Rousseau).

the primary assumptions, they all required the accurate knowledge of the optical indexes n and k of the material that can only be obtained with fine optical measurements.

From this point, it appears that still few studies dealing with the high temperature radiative properties (up to 450 °C) of CFRP have been carried out. Nevertheless, it is expected the radiative properties of CFRP can evolve, especially when the PEEK matrix melts (around 343 °C) or due to thermal degradations at higher temperatures [8,9].

The knowledge of the effects played by the temperature on the radiative properties are therefore crucial for bringing accurate data in order to run thermal modelling works. One can note the preliminary work of Grouve [6], who used a crude resistive heater placed under a carbon/(Polyphenylene sulphide) PPS composite sample in order to perform hemispherical reflectivity measurements for an incidence of 66° with respect to the normal axis of the sample surface and at 1080 nm only, between 25 and 350 °C. The author qualitatively observed negligible variations but little information was given on the performances and thermal homogeneity of the heating apparatus. On the other hand, limiting the campaign of radiative measurements only at the wavelength of the impinging laser reduces the exactness of the thermal modelling since hot CFRP tapes are also likely to emit thermal radiation in the infrared spectral range where Planck's law predicts significant emission around 450 °C.

Many examples of reliable heating systems developed to perform high temperature (up to 2500 °C) emissivity measurements by spectroscopic method can be found in the literature for materials either semi-transparent or opaque [10–18]. In the following part, the focus is put on the experimental developments concerning opaque materials. In particular, the need to measure the radiative heat flux emitted by a sample and a blackbody in the exact same thermal conditions has prompted the authors to pay a special care to the thermal homogeneity delivered by their heating systems. For opaque samples in thermodynamic equilibrium, the reflectivity is deduced from a direct emissivity measurement with the Kirchhoff's law of thermal radiation. For instance, in [11], Del Campo et al. reported a thermal stability of less than 2 °C at 807 °C. For spectral measurements, the experimental set-up are generally built around a FTIR spectrometer, which is equipped with a set of high sensitivity detectors in order to cover a wide spectral range. The choice of the heating method depends on the temperature range of interest. Hence, various techniques can be encountered such as small furnaces [11,12] for moderate temperature (from 20 up to 1000 °C) [19] and laser heating for reaching higher temperature range (up to 2000 °C) [10,12,19]. Directional analysis can also be performed through rotating sample holders placed in the measurement chamber [11,12]. For reflectivity measurements below 1000 °C [19], the set of light sources inserted within the spectrometer can also be used to illuminate successively the sample and the reference mirror. In [20], the authors measured the reflectivity of semi-transparent materials in the far-infrared range up to 500 °C with a FTIR spectrometer equipped with a thin ceramic plate, heated through an electrical resistance inserted in its middle part, and mounted on the sample holder. Such approach worked also well in [21] where a commercial resistive heater is used as a sample holder to study the optical properties of thermochromic samples up to 150 °C. Nevertheless, in both cases, no clear direct thermal validation of the set up performances is given. In the following, the principle remains of particular interest because it takes advantage of the high sensitivity of the FTIR spectrometer and scans the temperature range of interest.

In order to refine the analysis of the reflective behaviour of a carbon/PEEK composite, the following study aims firstly at quantifying the reflected intensities along the diffusion profile of an incident beam, for various tape orientation, through a FTIR

spectrometer equipped with a directional measurement unit. The spectral range covered by the spectrometer goes from 0.66 up to 25 μm. The influence of the fibre orientation is analysed for incident angles ranging from 15 to 83 °C. Secondly, an original compact cell, based on a customized resistive heater, is proposed in this work to investigate the evolution of the normal reflectivity with temperature. The cell is inserted in the sample compartment of the available FTIR spectrometer and allows performing measurements on opaque materials from 20 up to 600 °C. After the determination of the thermal and optical performances of the developed heating unit, the results obtained on the carbon/PEEK composite are presented. Finally the role of each phase of the composite sample on its global radiative behaviour will be discussed.

2. Experimental procedure

2.1. Description of the infrared spectrometer

Before describing the experimental set-up used to perform the measurements, let us define the main radiative quantities of interest in this study. Fig. 1 shows how the incident beam can interact with the surface of the composite. With respect to the normal axis of the plane bearing the CFRP sample, let us define θ_i the polar incident angle and the azimuthal angle ϕ_i , which is the deviation angle with the main direction of the unidirectional fibres. The bi-directional reflectivity function BRDF, $f_\lambda(\theta_r, \phi_r, \theta_i, \phi_i, T)$, is defined by:

$$f_\lambda(\theta_r, \phi_r, \theta_i, \phi_i, T) = \frac{I_{\lambda,r}(\theta_r, \phi_r, \theta_i, \phi_i, T)}{I_\lambda(\theta_i, \phi_i, T) \cos \theta_i d\Omega_i} \quad (1)$$

where $I_{\lambda,r}(\theta_r, \phi_r, \theta_i, \phi_i, T)$ is the reflected spectral intensity in direction (θ_r, ϕ_r) due to the irradiance $I_\lambda(\theta_i, \phi_i, T) \cos \theta_i d\Omega_i$ in the incident direction (θ_i, ϕ_i) . Here T stands for the temperature and $d\Omega_i$ is the elementary solid angle around direction (θ_i, ϕ_i) . The spectral directional hemispherical reflectivity, $\hat{\rho}_\lambda(\theta_i, \phi_i, T)$ is given by:

$$\hat{\rho}_\lambda(\theta_i, \phi_i, T) = \int_{2\pi} f_\lambda(\theta_r, \phi_r, \theta_i, \phi_i, T) \cos \theta_r d\Omega_r \quad (2)$$

where $d\Omega_r$ is the solid angle around (θ_r, ϕ_r) .

When the optical response of a material is purely specular, all the reflected flux is located on the *zygomorphic* axis, i.e. on the axis symmetric to the incident axis with respect to the normal axis, and:

$$\phi_r = \phi_i \quad (3)$$

The optical measurements were performed with a Fourier Transform Bruker 80v infrared spectrometer. Fig. 1 represents the optical paths allowed by the three measurements units available:

- Unit U_{NN} gives access to normal - normal specular reflectivity measurements ($\rho_{\lambda,NN}$) [22] given by Eq. (2) when
- $\theta_i = \theta_r = 0^\circ$. It must be mentioned that, in this unit, the beam is not strictly normal to the surface but slightly shifted (11°) in reason of the optical configuration.
- Units U_{NH} are Teflon and gold coated integration spheres, which allow respectively the measurements of the near and mid infrared normal - hemispherical reflectivity $\rho_{\lambda,NH}$ given by Eq. (2) when $\theta_i = 0^\circ$.
- Unit U_{BDR} : automated variable angle reflection accessory, which permits to measure the bi-directional reflectivity $\rho_\lambda(\theta_r, \phi_r, \theta_i, \phi_i, T)$ for $\phi_r = \phi_i$ and, when the geometry of illumination is determined [23], to characterize bi-directional reflectivity functions (BDRF) for variable couple of incident and reflected angles (13–85°).

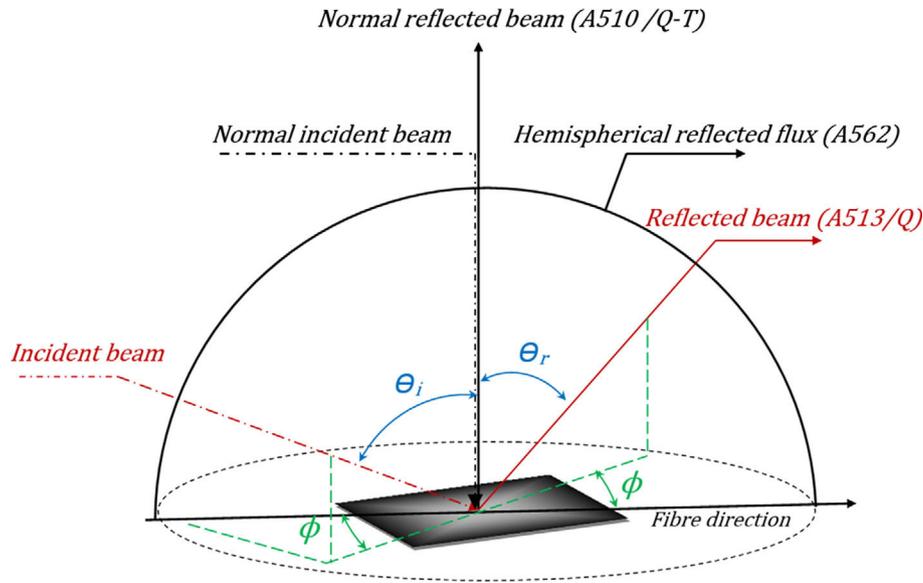


Fig. 1. Description of the interaction of an incidence beam with the composite surface, and of the flux configurations available for a normal incidence (black) with the normal incidence unit U_{NN} and U_{NH} , and for variable incidence (red) with the U_{BDR} unit. (For interpretation of the references to colour in this figure legend, the reader is referred to the web version of this article.)

For this last configuration, the references used are respectively aluminium and a gold mirror for the near-infrared and the mid-infrared range respectively. For the angles outside the specular configurations, a correction Δ must be applied on the reflectivity calculation in order to take into account the fact that the illuminated surface S_i can differ from the surface effectively scanned by the reflection arm S_r :

$$\Delta = \frac{S_i}{S_i \cap S_r} \quad (4)$$

Finally, the choice made on the light source, the beam splitter and the detector, changes according to the spectral range of interest. Table 1 sums up the associations that were chosen in this study according to the spectral range.

2.2. Experimental developments

2.2.1. Description of the heating compact cell

The heating system is based upon a HFS600 Linkam heating unit (Tadworth, UK) positioned at the location of the one occupied by the sample holder of the U_{NN} measurement units (Fig. 2). The 20 mm diameter central heating block is made of a high thermal conductivity pure silver, so that the final system can reach temperature close to 600 °C with an accuracy of 0.1 °C and heating rates up to 150 °C/min without overshoot. In addition, an optional LNP95 freezing system can be used to cool the sample under room temperature down to -196 °C, with controlled cooling rates down to -10 °C/min.

The 2 mm diameter central hole of the device was widened to 4 mm in order to carry out normal - normal transmittivity measurements in the infrared range with an incident beam sufficiently

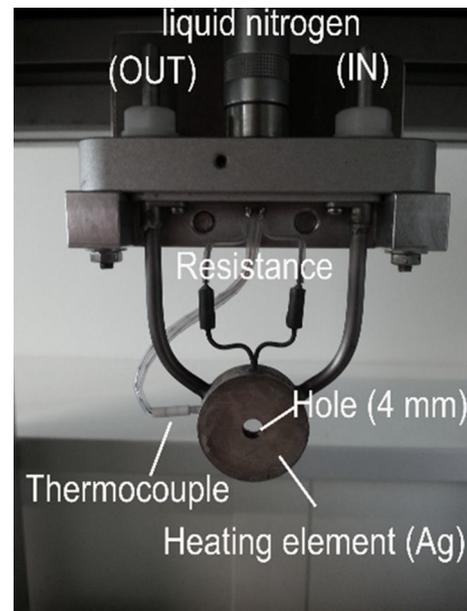


Fig. 2. The heating element Linkam HFS600.

large to avoid noisy records. The device was mounted on a three axes micrometric guide plate that replaced the previous measurement compartment top. Consequently its position could be selected with 0.1 mm accuracy for the xyz directions.

The sample itself is maintained on the surface of the silver element thanks to a MACOR® ceramic insulating shell with a 16 mm

Table 1
Configurations used in this work.

	Visible & UV		NIR	MIR	
Spectral range (μm)	0.4	0.670	1	1.170	25
Light source	Tungsten			Globar	
Beam splitters	CaF2		CaF2	KBr	
Detectors	RT-Diode Si		RT-INGaAs	RT-DLaTGS	

diameter aperture at the front and 20 mm diameter at the rear face. If the studied material undergoes phase change (solid to liquid) during the experiment, a protective window must be placed between the sample and the heating element surface. For near infrared measurements, 0.15 mm thick borosilicate glass windows were chosen owing to their high transmittivity in that spectral range (up to 0.95).

2.2.2. Thermal performances of the heating compact cell

The device is controlled by an electronic unit that enables a real-time display of the temperature measured by a thermocouple located as close as possible to the hole with a 0.1 °C accuracy and noted $T_{\text{displayed}}$. A preliminary calibration of the central zone temperature inside the sample holder was performed using three pure metals with well-known melting points: indium (156.6 °C), tin (231.9 °C) and zinc (419.5 °C). Comparing the displayed temperature to actual phase change temperature, the following calibration law was established for $T_{\text{displayed}}$ ranging from 20 °C to 500 °C.

$$T_{\text{actual}} [^{\circ}\text{C}] = 1.38 * (T_{\text{displayed}} [^{\circ}\text{C}] \pm 0.1) + 0.98 \quad (5)$$

Besides, the thermal homogeneity of the system was assessed by Infrared thermography using a SC7500 InSb infrared camera equipped with a 50 mm objective of 0.3 mm/pixel spatial resolution. The surface of the heating element alone appeared to be highly isothermal with a maximal deviation of 0.8 °C at an imposed temperature of 100 °C. The temperature uniformity of the central area was assessed by placing a borosilicate window, previously painted with a high emissivity coating, inside the sample holder. The variation of the temperature increased along the area radius and with the imposed temperature. The evolution of the temperature deviation along the profile is defined as: $D = \frac{T - T_{\text{min}}}{T_{\text{min}}}$ where T_{min} is the minimum temperature, with T_{imposed} , the imposed temperature. On Fig. 3, D rose of 0.2% at 300 °C between the centre and the edge of the 0.5 mm diameter illuminated zone, meaning that the maximum temperature variation is less than 0.8 °C, and by extrapolation less than 1.2 °C at 400 °C. The analysed areas will then be considered at the thermal equilibrium required for the radiative measurements.

2.2.3. Validation of the optical performances with reference materials

The capabilities of the developed heating cell were assessed in the reflection mode for two opaque materials: a thermochromic

compound i.e. a vanadium oxide layer doped with aluminium ($\text{VO}_2:\text{Al}$) and deposited on aluminium slab, and a gold foil. The samples were held 1 min at each temperature step before performing a measurement. This holding time was much larger than both samples thermal diffusion characteristic time (0.01 s and $9.42e^{-5}$ s for $\text{VO}_2:\text{Al}$ and gold, respectively) and so ensured that the thermal equilibrium of the illuminated zone was reached.

2.2.3.1. $\text{VO}_2:\text{Al}$ layer on aluminium slab. An aluminium doped VO_2 400 nm thin film deposited on a 4 mm thick aluminium substrate was elaborated at the Institut Jean Lamour (Nancy, France) by magnetron sputtering [24] deposit process. Vanadium oxide systems are typical thermochromic materials that exhibit an emissivity change at moderate temperature (generally around 68 °C), due to a reversible insular to metal transition [25]. The optical properties of the thin film can be tuned by changing the nature of the substrate or by doping the vanadium oxide crystalline structure [26,27].

In the following, the normal reflectivity of the $\text{VO}_2:\text{Al}/\text{Al}$ slab was recorded for a heating/cooling cycle with temperatures ranging from 20 to 150 °C. Since it is an opaque material, the emissivity was deduced using the thermal balance and the Kirchhoff's law.

Fig. 4 shows the result integrated for wavelengths λ going from 7 up to 14 μm . An emissivity increase around 75 °C as well as a hysteresis behaviour between 20 and 150 °C can be observed. These evolutions were typical of the semi-conducting to metal transition of the VO_2 [26,28]. This first result shows that the temperature range associated to this evolution for the vanadium oxide is well captured. It has to be noted that this is only a qualitative result that has for unique goal to prove that the final system ability to catch reflectivity variations with temperature.

2.2.3.2. Gold foil. In Ref. [29], Beran et al. recorded the normal reflectivity spectra at 25, 300 and 500 °C, between $\lambda = 400$ and 700 nm, of a 1 μm diamond polished pure gold sheet. At $\lambda = 500 \text{ nm} \pm 20 \text{ nm}$, the reflectivity spectrum was checked to be independent of temperature. This characteristic wavelength, known as the so-called χ -point, at which the emissivity (and so the reflectivity for opaque materials) does not vary with temperature, can be observed in many pure metals [30] and depends on the material only. The levels of reflectivity are controlled by the sample structure (surface aspect, thickness...). Such idiosyncrasy is very useful to test the efficiency of a set-up combining radiative mea-

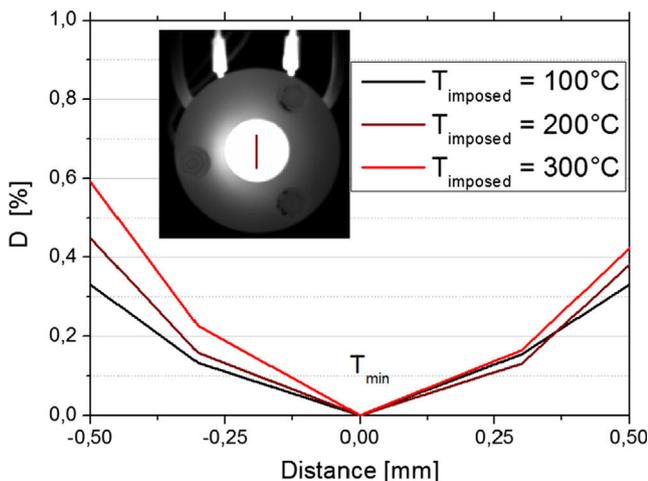


Fig. 3. Thermal image of a borosilicate window in the MACOR[®] shell set-up on the heating system, and temperature deviation D along the profile indicated as a red line. (For interpretation of the references to colour in this figure legend, the reader is referred to the web version of this article.)

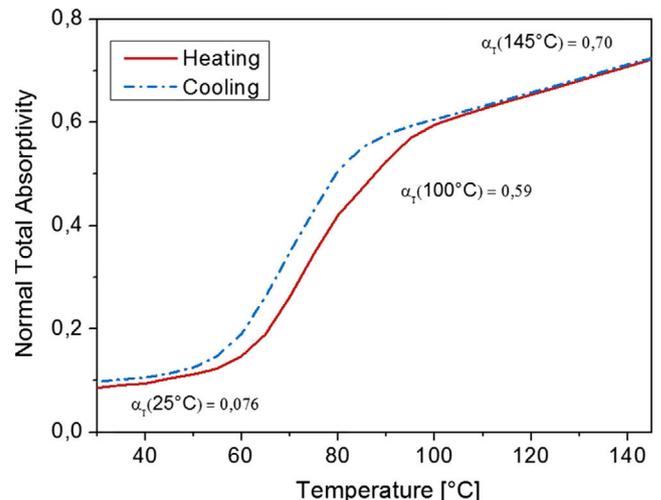


Fig. 4. Normal emissivity of the $\text{VO}_2:\text{Al}$ deposit for a heating from 20 to 150 °C, and a cooling, at integrated over the wavelengths $\lambda = 7\text{--}14 \mu\text{m}$.

measurements and temperature, as for instance, for pure platinum in [10].

Fig. 5 shows the experimental spectral normal-normal reflectivity $\rho_{\lambda,NN}$ (coloured full lines) of the gold foil between $\lambda = 480$ and 620 nm, with a resolution of 0.02 nm, recorded for a 1 mm diameter incident beam and for temperatures ranging from 20 to 500 °C. The χ -point of invariant emissivity appears clearly at 508 nm and falls in the spectral range found by Beran (grey dashed lines). The normal reflectivity is much lower than the one presented in [29] because of the diffusive behaviour of the foil, that was probably less polished than in the aforementioned study.

The accuracy of the device on both the wavelength and the temperature was therefore clearly demonstrated thanks to the study of these two reference materials characterized by very different evolutions of their optical properties with temperature. It ensured the ability of the system to detect reflected flux variations and then the robustness of future measurements.

3. Results and discussion

3.1. Material

The studied material is referred to as APC2 and was provided by Cytec Solvay group (Woodland Park, New Jersey, United States). It is composed of a PEEK matrix and of 55 vol% unidirectional carbon fibres. The average thickness of APC2 tapes is about 150 μm . Fig. 6 shows a micrograph of the considered tape cut perpendicularly to the fibre direction appearing as white circles on the picture. Their average diameter was about 6.10 μm . A topography analysis performed in the same conditions as before (see Section 2.2.3.2) allowed to measure an average root mean square of the height $\sigma_{RMS} = 6.048$ μm and an autocorrelation length $L_C = 40.19$ μm . By basing on a previous work performed by Bergstrom et al. [31] where surface scattering plots of rough opaque surface were reported according to the ratio σ_{RMS}/L_C , one can predict that the weight of the diffuse scattering will increase in comparison with the homologous smooth surface whatever the angle of incidence.

Besides, the value of σ_{RMS} was very close to the fibre diameter so the apparent surface asperities were mostly due to the carbon fibres present at the surface, all the more so as the few microns thick layer of PEEK matrix at the surface is transparent in that spectral range [$0,400$ – $1,50$ μm] [7].

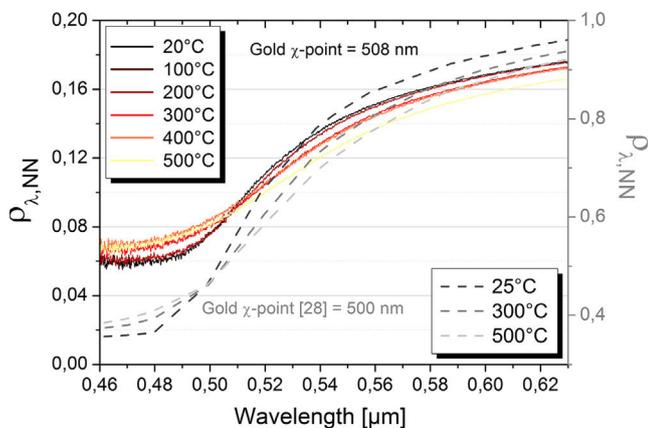


Fig. 5. Reflectivity measurements of a gold foil in the mid infrared range at 20, 100, 200, 300, 400 and 500 °C (using the U_{NN} unit measurement of the spectrometer). In grey, spectra of Ref. [28] are given.

3.2. Sensitivity to the composite surface in normal incidence

The RT-InGaAs detector, which allowed the recording of the reflected intensity associated to the wavelength within the near infrared range was very sensitive and easily blinded. Then, the maximum beam diameter allowed is 1 mm.

A campaign of 25 measurements performed with this accessory at ambient temperature on APC2 samples with orientations $\phi_i = 0^\circ, 45^\circ$ and 90° did not outlined any influence of the fibre orientation on the reflectivity. The measurements performed with this unit can then be considered done with a normal incidence despite the 11° incidence (see Section 2.2.1). However, the surface of the composite is quite irregular under such area as showed on the micrograph (Fig. 6). The apparent roughness of the illuminated zone varied according to the distribution of fibres influencing directly the measured reflectivity in the visible and near infrared range [0.4 – 25 μm]. When averaging over the 25 samples, randomly orientated, the normal reflectivity of the composite was constant over this spectral range and was shown to be:

$$\rho_{\lambda=1\mu\text{m},NN}(20^\circ\text{C}) = 0.0175 \pm 0.0027$$

Similarly, normal - hemispherical measurements were performed on 5 samples with the help of the U_{NH} Teflon unit:

$$\rho_{\lambda=1\mu\text{m},NH}(20^\circ\text{C}) = 0.0890 \pm 0.0030$$

It can be highlighted that the emissivity obtained thanks to Eqs. (4) and (5) is high in the infrared range (around 0.90). The emissive power of the material is then important and the heat losses by radiation could become non-negligible in the thermal balance of the AFP process.

3.3. Spectral and bidirectional reflectivity of APC2

Spectral bidirectional reflectivities of APC2 were measured with the U_{BDR} unit for wavelengths from 0.6 to 25 μm , with a combination of the RT-InGaAs and RT-DLaTGS detectors, and for $\theta_i = 15^\circ, 45^\circ, 70^\circ$ and 75° . Fig. 7 shows the corresponding specular peaks ($\theta_i = \theta_r$) when the fibres are parallel to the beam direction ($\phi_i = \phi_r = 0^\circ$). For all four cases, small reflexion bands can be observed in the window ranging from 6 up to 14 μm due to optical signature of the carbonaceous skeleton of the PEEK [32]. Thus around 6 μm , one can found the carbonyl stretching vibration with a shoulder at 8 μm and two bands around 11.5 μm . However the intensities of the reflective bands were less important than for pure PEEK as it can be seen in [33]. This effect is due to the presence of carbon fibres characterized by a high absorbing power and reflective spectral behaviours which decrease slowly when wavelengths decline [34]. Also, for the first two orientations ($\theta_i = 15^\circ$ and 45°), the levels of reflectivity remained very close, at a low level (around 0.025) and almost constant along the whole spectral range. For a grazing incidence of 75° away from the normal axis, the bidirectional reflectivity was higher and increases of around 0.07 from 1 to 25 μm . The evolution of the reflectivity level with the beam incidence starts becoming non negligible after a certain angle ($\theta_i \approx 45^\circ$). The amount of absorbed flux at a given wavelength, for instance in AFP processes assisted with 1 μm laser diodes must be calculated in consequence. This graph furthermore shows that the sensitivity to the wavelength is small in the range [1 – 6 μm] but become s important above 6 μm . The wavelength should therefore be known precisely when working with such type of IR sources.

While the independency of the reflectivity with the fibre orientation for quasi-normal incidence could be checked (see Section 3.2), it is expected that for incidence angles farther from the

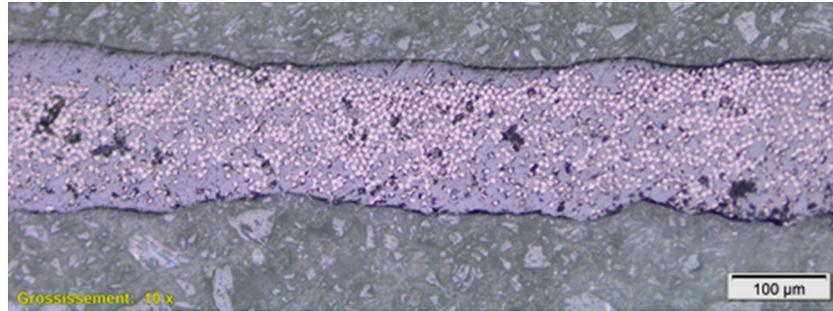


Fig. 6. Micrograph of the APC2 tape cut perpendicularly to the fibre direction.

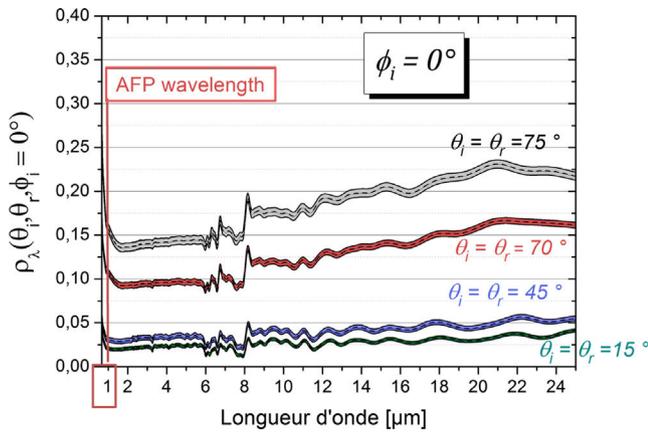


Fig. 7. Bidirectional reflectivity of APC2 from 0.6 to 20 μm, for the specular configurations $\theta_i = \theta_r = 15^\circ, 45^\circ, 70^\circ$ and 75° at $T = 20^\circ\text{C}$ and for $\phi_i = 0^\circ$.

normal axis, the role of the carbon fibre direction with respect to the incident beam becomes more significant [6,7].

Fig. 8a represents the distribution of the bidirectional reflectivity at several angles of incidence θ_i and collected along the copla-

nar axis θ , picked at a wavelength of 1 μm and measured for fibre orientations $\phi_i = 0^\circ, 45^\circ$ and 90° respectively. As showed above, the bi-directional reflectivity increased as the incidence angle decreased (i.e. towards grazing incidence).

Fig. 8b shows the results normalized by the maximum value obtained for each configuration. At $\theta_i = 15^\circ$, whatever the fibre orientation, the reflectivity reached its maximum when $\theta_r = \theta_i$ and all the peaks overlapped. However, the scattering lobe was wider for the $\phi_i = 90^\circ$ orientation with an angular aperture of 34° at mid-height, against 14° and 17° for $\phi_i = 45^\circ$ and $\phi_i = 0^\circ$ respectively. At $\theta_i = 75^\circ$, the reflectivity was maximum when the beam was parallel to the fibre direction ($\phi_i = 0^\circ$), and the diffusion profiles were clearly distinct (Fig. 8a.). On Fig. 8b., it must be noticed that the lobe main axis in the parallel configuration ($\phi_i = 0^\circ$) was held on the $\theta_r = 80^\circ$ direction and that it slightly shifted as the unidirectional fibres were rotated away from the plane of illumination ($\phi_i \neq 0^\circ$), until the $\phi_i = 90^\circ$ orientation. Finally, in this latter configuration the widening of the lobe was more important with an expansion over 8° on the off specular angles against 3° for the other two orientations.

The evolution of the bidirectional reflectivity for each fibre orientation can be explained by the difference between the angular sectors browsed with U_{BDR} unit collection arm. In Fig. 9 inset its

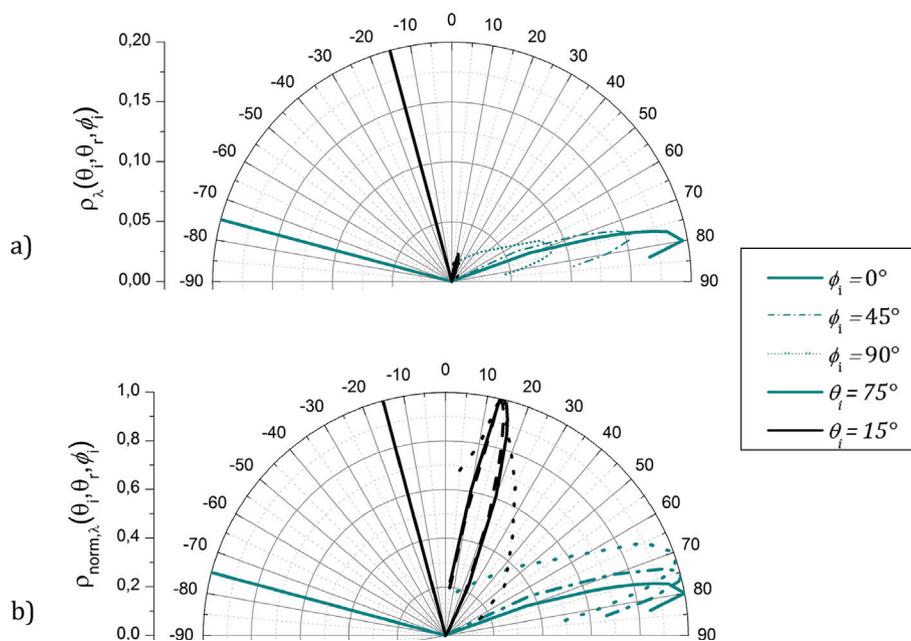


Fig. 8. (a) Bidirectional reflectivities of APC2 at $\lambda = 1 \mu\text{m}$, 20°C , for fibre/beam orientations $\phi_i = 0^\circ$ (full lines), $\phi_i = 45^\circ$ (dashed lines) and $\phi_i = 90^\circ$ (dotted lines), and for incident angles $\theta_i = 15^\circ$ (black) and $\theta_i = 75^\circ$ (blue) (using the U_{BDR} measurement of the spectrometer). (b) Results normalized by the maximum value for each configuration. (For interpretation of the references to colour in this figure legend, the reader is referred to the web version of this article.)

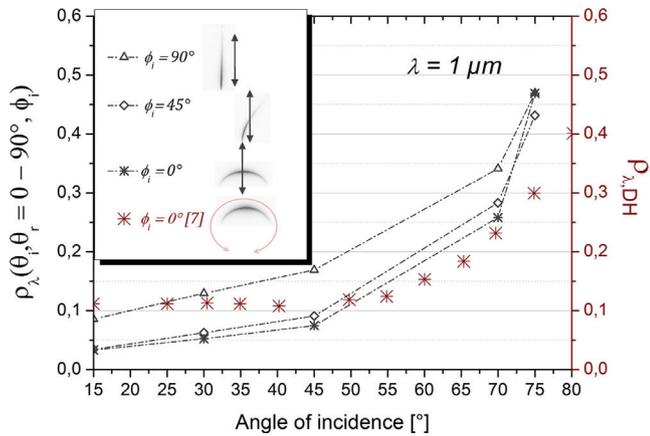


Fig. 9. Integrated bidirectional reflectivities (grey lines) for fibre/beam orientations $\phi_i = 0^\circ$ (triangles), $\phi_i = 45^\circ$ (diamonds), and $\phi_i = 90^\circ$ (stars) and comparison with the qualitative profiles presented in [7] (inset). The results of the directional hemispherical reflectivity (red stars) measured in [7] are given for comparison. (For interpretation of the references to colour in this figure legend, the reader is referred to the web version of this article.)

degree of freedom was modelled by the black arrows and was compared to the qualitative study performed by Stokes-Griffin [7] for an incidence of 65° . In our measurements, for a perpendicular orientation of the fibres ($\phi_i = 90^\circ$), all the reflected flux along the oblong shaped profile was measured. On the contrary, for $\phi_i = 0^\circ$ and $\phi_i = 45^\circ$ the flux was reflected according to a croissant shape distribution which only the central part was scanned with the U_{BDR} unit. For each fibre orientation, the reflectivity was integrated over all the reflected angles and the results are presented for two incidences $\theta_i = 15^\circ$ (black) and $\theta_i = 75^\circ$ (blue) in Fig. 9. It must be noted that the considered integrated quantity is not strictly the total value of the reflected flux since, as explained before, the complete hemisphere above the sample surface was not scanned. This was confirmed by the fact that the corresponding values were above the results obtained for $\phi_i = 0^\circ$ and $\phi_i = 45^\circ$ where a part of the reflected intensity cannot be captured with the U_{BDR} unit.

Moreover the value of the integrated intensities for an incidence angle of 15° for $\phi_i = 90^\circ$ was equal to 0.085 that is to say almost equal to the normal - hemispherical reflectivity at the same wavelength and measured previously with the U_{NH} Teflon integrating sphere (see Section 3.2), $\rho_{\lambda,NH} = 0.089$. Finally, all the values were of the same order of magnitude as the directional hemispherical reflectivity at the same wavelength also measured in [7] (red stars data) for increasing angles of incidence. They similarly reached high values of reflected flux for grazing incidence. It is worth noting that Stokes-Griffin [7] did not use exactly the same carbon fibre tapes, which can explain the observed gap between their results and ours.

The reflection profiles recorded here are typical of the interaction of a beam and a cylinder whose diameter is of the same order of magnitude as the wavelength, indicating that at ambient temperature, the carbon fibres located at the surface control the optical response of the composite sample. The present angular analysis therefore highlights the importance of considering both the incidence and the fibre orientation when working with carbon fibre reinforced materials illuminated by infrared sources.

3.4. Temperature dependence of the normal reflectivity of APC2

The reflected flux of the composite was recorded for temperature ranging from 20°C to 450°C using the developed heating cell mounted on the U_{NN} unit in the spectrometer. The samples were heated at $100^\circ\text{C}/\text{min}$ between two isothermal steps and held for

30 s at the imposed temperature before measurement. The equivalent diffusion time of the set composed by association of the protective glass window and the composite material was calculated to be 0.115 s. The holding time was sufficient to ensure the thermal equilibrium was reached.

It is first to mention that the material was observed to remain opaque with temperature so the following measurements were performed in the reflection mode only. In practice, the detection mirror of the U_{NN} unit was maintained in the same reflection position for each series of measurement. Fig. 10 shows the normal reflectivity results averaged over 4 series of measurements on different samples for a laser diode wavelength of 980 nm typically used in ATP processes (blue squared symbols). The reflected flux exhibited a smooth and slight decrease from 0.015 to 0.012, when the temperature increased from room temperature up to the melting temperature of the PEEK matrix (343°C). When the temperature was further increased, a fast variation was observed that reached 0.0175 at 400°C . It can be explained by the melting of the semi-crystalline polymer matrix, but this effect is shown to be very small.

Although it is known that the PEEK matrix structure can undergo chemical degradation with temperature increase above the PEEK melting point and that this phenomenon is speeded up under oxygen [8,9], in this study, if any degradation of the matrix occurred, it was not obviously captured by the normal reflectivity measurement. That is to say, its influence remained hidden by the scattering of results that can be attributed to the unavoidable material scattering and to the measurement noise. In [4], the authors observe that the presence of a PEEK layer on the top of a carbon fibre tape increases the normal hemispherical reflectivity $\rho_{\lambda,NH}$ of 0.02 over 0.10, comparing with a layer-less one.

Those results were also consistent with measurements performed by [35] on different carbon based samples, and especially on graphite, between 20 and 600°C . The authors conclude that the temperature rise has no effect on the refractive index of the carbon graphite sample.

The measurements performed in this study on the carbon/PEEK composite imply that neither the chemical evolution of the matrix nor the possible structural changes of the composite assembly with temperature impact the normal - normal reflectivity of the whole material. In [36] the authors have established a relation between the normal hemispherical reflectivity ρ_{NH} and the normal - normal reflectivity ρ_{NN} based on a ρ_{NN} modified two-fluxes approximation

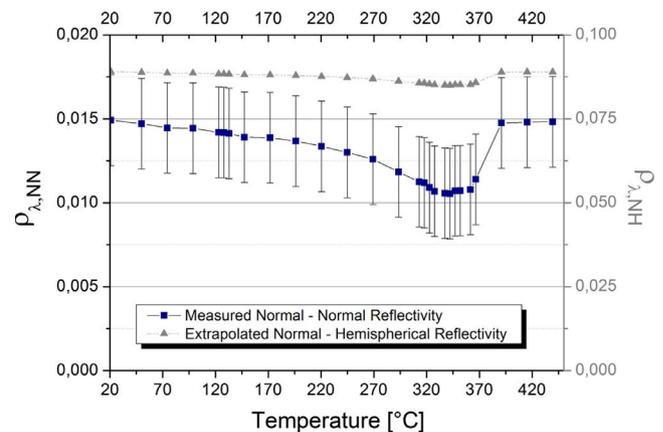


Fig. 10. Normal - normal reflectivity of carbon/PEEK composite at 980 nm between 20 and 450°C (using the U_{NN} unit measurement of the spectrometer and the developed heating cell) (coloured lines) and extrapolated normal hemispherical reflectivity (grey lines). (For interpretation of the references to colour in this figure legend, the reader is referred to the web version of this article.)

model. For an optically thick material at the thermal equilibrium, ρ_{NH} and can be given as a transfer function:

$$\frac{\rho_{\lambda,NH}(T) - \rho_{\lambda,NN}(T)}{1 - \rho_{\lambda,NN}(T)} = f(w_{tr}, \beta) \quad (6)$$

where w_{tr} is the transport albedo and β a constant, both linked to the material structure. At room temperature and at a wavelength of $1 \mu\text{m}$ we can calculate:

$$\beta(20^\circ\text{C}) = 0,08099.$$

Thanks to the previous observations, one may assume that the transport term w_{tr} directly linked to the fibrous structure is constant with temperature and may use the following rule of thumb to extrapolate the normal hemispherical reflectivity from $\rho_{\lambda,NN}$

$$\rho_{\lambda,NH}(T) = \rho_{\lambda,NN} + (1 - \rho_{\lambda,NN}) * 0.07582 \quad (7)$$

The resulting curve is plotted in light grey on Fig. 10 and may presage a similar evolution of the directional hemispherical reflectivity $\rho_{\lambda,DH}$ with temperature.

Finally, on a modelling point of view, the variations are small enough to deem that the phase change of the matrix does not impact the optical properties of the composite, at least for a normal incidence. In addition to the directional study, the analysis led to the conclusion that in a carbon fibre composite, the material optical response was dominated by the fibres one, whatever the temperature and the angle of incidence.

4. Conclusion

The radiative properties of a carbon fibre thermoplastic composite, commercially known as APC2, was investigated up to 450°C in order to accurately model its thermal behaviour when it is used in industrial forming processes involving radiant sources (laser or infrared lamps). A particular attention was paid to study of the influence of the fibre orientation with respect to the incident beam and to the sample temperature. In order to do so, the spectral dependency of the radiative properties were probed with a Fourier Transform Infrared spectrometer (Bruker 80v). Commercial (angular and diffuse reflectivity measurement) and homemade accessories directly and easily adapted on the sample compartment of the spectrometer were used. In particular, a high-temperature compact cell was developed and validated on well-known opaque materials in order to measure with a high accuracy, afterwards, the normal/normal reflectivity of the sample up to 450°C .

The results showed that for the carbon fibre thermoplastic composite studied here, there were no significant variations of the normal/normal reflectivity for wavelengths ranging from $0.7 \mu\text{m}$ to $20 \mu\text{m}$, and over a large range of temperature ($20\text{--}450^\circ\text{C}$). The directional hemispherical reflectivity according to computation based on the modified two-flux approximation seemed to follow the same trend. Conversely, the room temperature angular study allowed putting forward the active roles played by the beam incident angle and the carbon fibre orientation in the optical properties of the APC2 material. It can be shown that the amount of reflected flux reached its highest level when the fibre orientation was parallel to a grazing laser beam. Furthermore, the adaptation of the heating system for the investigations of the bidirectional reflectivities with temperature enabled to confirm the very weak impact of the polymeric matrix on the optical properties of carbon fibres based composites.

Acknowledgements

This study is part of the COMPETH project financially supported by IRT Jules Verne (French Institute in Research and Technology in

Advanced Manufacturing, Technologies for Composite, Metallic and Hybrid Structures) and the industrial partners of this project; Airbus Group, Airbus Group Innovations, Daher and Solvay.

The authors would also like to thank Pr. Pascal Paillard from Institut des Matériaux Jean Rouxel, Nantes and Ass. Pr. Fabien Capon from Institut Jean Lamour, Nancy, for providing respectively the gold foil and the vanadium oxide layer.

References

- [1] Z. August, G. Olander, J. Michasiow, D. Hauber, Recent developments in AFP for thermoplastic composites, *SAMPE J.* 50 (2014) 30–37.
- [2] C. Ageorges, Y. Le, Fusion bonding of polymer composites, in: *Fusion Bond. Polym. Compos.*, Springer-Verlag, London, 2002, pp. 105–133.
- [3] F.N. Cogswell, *Thermoplastic Aromatic Polymer Composites*, Butterworth-Heinemann Ltd, Oxford, 1992.
- [4] A. Hohmann, A. ElMaklizi, F. Foschum, F. Voit, F. Bergmann, E. Simon, D. Reitzle, A. Kienle, Optics of carbon fiber-reinforced plastics – a theoretical and an experimental study, *J. Quant. Spectrosc. Radiat. Transf.* 180 (2016) 70–76.
- [5] S. Grove, Thermal modelling of tape laying with continuous carbon fibre-reinforced thermoplastic, *Composites* 19 (1988) 367–375.
- [6] W. Groupe, *Weld Strength of Laser-Assisted Tape Placed Thermoplastic Composites*, Universiteit Twente, 2012.
- [7] C.M. Stokes-Griffin, P. Compston, Optical characterisation and modelling for oblique near-infrared laser heating of carbon fibre reinforced thermoplastic composites, *Opt. Lasers Eng.* 72 (2015) 1–11.
- [8] C. Nicodeau, *Modélisation Du Soudage En Continu De Composites À Matrice Thermoplastique*, Ecole Nationale Supérieure d'Arts et Métiers, 2005.
- [9] P. Patel, T.R. Hull, R.W. McCabe, D. Flath, J. Grasmeyer, M. Percy, Mechanism of thermal decomposition of poly(ether ether ketone) (PEEK) from a review of decomposition studies, *Polym. Degrad. Stab.* 95 (2010) 709–718.
- [10] D. De Sousa Meneses, P. Melin, L. Del Campo, L. Cosson, P. Echegut, Apparatus for measuring the emittance of materials from far infrared to visible wavelengths in extreme conditions of temperature, *Infrared Phys. Technol.* 69 (2015) 96–101.
- [11] L. Del Campo, R.B. Pérez-Sáez, X. Esquisabel, I. Fernández, M.J. Tello, New experimental device for infrared spectral directional emissivity measurements in a controlled environment, *Rev. Sci. Instrum.* 77 (2006).
- [12] B.D. Demange, M. Bejet, B. Dufour, New methods for measuring the thermal emissivity of semi-transparent and opaque materials, in: T. Francis (Ed.), *Proceedings Quant. InfraRed Thermogr. Conf.*, Philadelphia, 2006.
- [13] T. Fu, M. Duan, J. Tang, C. Shi, Measurements of the directional spectral emissivity based on a radiation heating source with alternating spectral distributions, *Int. J. Heat Mass Transf.* 90 (2015) 1207–1213.
- [14] P.J. Gero, J.K. Taylor, F.A. Best, Fourier transform spectrometer for spectral emissivity measurement in the temperature range between, *J. Phys. Conf. Ser.* 60 (13AD) (2005) 63–66.
- [15] M. Honner, P. Honnerová, Survey of emissivity measurement by radiometric methods, *Opt. Soc. Am.* 54 (2015) 669–683.
- [16] L.R. Koirala, *FTIR-Spectroscopic Measurement of Directional Spectral Emissivities of Microstructured Surfaces*, Helmut Schmidt University of Hamburg, 2004.
- [17] L. Li, K. Yu, K. Zhang, Y. Liu, Study of Ti – 6Al – 4V alloy spectral emissivity characteristics during thermal oxidation process, *Int. J. Heat Mass Transf.* 101 (2016) 699–706.
- [18] F. Zhang, K. Yu, K. Zhang, Y. Liu, K. Xu, Y. Liu, An emissivity measurement apparatus for near infrared spectrum, *Infrared Phys. Technol.* 73 (2015) 275–280.
- [19] O. Rozenbaum, D.D.S. Meneses, Y. Auger, S. Chermanne, P. Echegut, A spectroscopic method to measure the spectral emissivity of semi-transparent materials up to high temperature, *Rev. Sci. Instrum.* 70 (1999) 4020.
- [20] T. Passerat de Silans, I. Maurin, P. Chaves de Souza Segundo, S. Saltiel, M.-P. Gorza, M. Ducloy, D. Bloch, D. de Sousa Meneses, P. Echegut, Temperature dependence of the dielectric permittivity of CaF(2), BaF(2) and Al(2)O(3): application to the prediction of a temperature-dependent van der Waals surface interaction exerted onto a neighbouring Cs(8P(3/2)) atom, *J. Phys. Condens. Matter.* 21 (2009) 255902.
- [21] A. Corvisier, *Élaboration par pulvérisation magnétron réactive d'une couche thermochrome à base de dioxyde de vanadium. Application à la régulation passive de la température de panneaux solaires.*, Université de Lorraine, n.d.
- [22] A. Simon, G. Zachmann, *Vibrational spectroscopy automatic beamsplitter exchange unit for a research vacuum FT-IR spectrometer*, *Vib. Spectrosc.* 60 (2012) 98–101.
- [23] R. Baribeau, W.S. Neil, É. Côté, Development of a robot-based gonireflectometer for spectral BRDF measurement, *J. Mod. Opt.* 56 (2009) 1497–1503.
- [24] D. Mercs, A. Didelot, F. Capon, J. Pierson, A. Pazidis, S. Föste, R. Reineke-koch, Innovative smart selective coating to avoid overheating in highly efficient thermal solar collectors, *Energy Proc.* 91 (2016) 84–93.
- [25] M. Soltani, A.B. Kaye, *Properties and Applications of Thermochromic Vanadium Dioxide Smart Coatings*, Elsevier Inc., 2015.

- [26] M. Benkahoul, M. Chaker, J. Margot, E. Haddad, R. Kruzelecky, B. Wong, W. Jamroz, P. Poinas, Thermo-chromic VO₂ film deposited on Al with tunable thermal emissivity for space applications, *Sol. Energy Mater. Sol. Cells* 95 (2011) 3504–3508.
- [27] V. Théry, J.-C. Orlianges, A. Boule, A. Mennai, A. Bessaudou, F. Cosset, A. Beaumont, A. Crunteanu, Strain and thickness dependence of the metal-insulator transition in VO₂ epitaxial films, in: *Eur. Mater. Res. Soc. Spring Meet. (Symposium M)*, Lille, France, 2015.
- [28] H. Prod'homme, J. Ordonez-Miranda, Y. Ezzahri, J. Drevillon, K. Joulain, Optimized thermal amplification in a radiative transistor, *J. Appl. Phys.* 119 (2016) 1–6.
- [29] A. Beran, The reflectance behaviour of gold at temperatures up to 500 °C, *TMPM Tscherms Min. Petr. Mitt.* 34 (1985) 211–215.
- [30] R. Gilblas, T. Sentenac, Y.L.E. Maoult, D. De, Thermographie monochromatique exploitant l'invariance de l'émissivité avec la température, in: *Congrès La Société Française Therm.*, Toulouse, 2016.
- [31] A. Bergström, D. Powell, J. Kaplan, A ray-tracing analysis of the absorption of light by smooth and rough metal surfaces, *J. Appl. Phys.* 101 (2007) (113504/1–11).
- [32] H.X. Nguyen, H. Ishida, Molecular analysis of the melting behaviour of poly(aryl-ether-ether-ketone), *Polymer (Guildf)* 27 (1986) 1400–1405.
- [33] S.E.J.M. Chalmers, N.J. Everall, Specular reflectance : a convenient tool for polymer characterisation by FTIR-microscopy?, *Micron* 27 (1996) 315–328.
- [34] P.J. Foster, C.R. Howarth, Optical constants of carbons and coals in the infrared, *Carbon N.Y.* 6 (1968) 719–729.
- [35] B.J. Stagg, T.T. Charalampopoulos, Refractive indices of pyrolytic graphite, amorphous carbon, and flame soot in the temperature range 25–600°C, *Combust. Flame* 94 (1993) 381–396.
- [36] L.A. Dombrovsky, I. National, A. De Ly, Modified Two-Flux Approximation for Identification of Radiative Properties of Absorbing and Scattering Media from .. Modified two-flux approximation for identification of radiative properties of absorbing and scattering media from directional-hemispheric, *JOSA A* (2006).

3.2 Analyse des résultats de l'étude

Les propriétés optiques spectrales et directionnelles d'un composite carbone / PEEK ont été étudiées par spectrométrie infrarouge entre 0.6 et 25 μm , pour des incidences comprises entre 13 et 85° et pour des orientations de fibres comprises entre 0° et 90° (Figure 8a).

Après interaction avec la surface du matériau, le faisceau incident est donc réfléchi selon un lobe de diffusion centré sur la direction spéculaire $\theta_r = -\theta_i$. Le maximum du flux réfléchi est proche de cet axe, et on montre que son niveau augmente avec l'angle d'incidence. Ainsi, lorsque les fibres sont orientées parallèlement au faisceau, l'amplitude de la réflectance sur l'axe spéculaire s'accroît de 2.5 à 20 % entre $\theta_i = 15^\circ$ et $\theta_i = 75^\circ$. On observe aussi qu'en incidence rasante ($\theta_i = 75^\circ$), le pic de réflectance diminue lorsque l'axe des fibres est éloigné de celui du faisceau incident. Le niveau de réflectance dépend donc à la fois de l'angle d'incidence et de l'orientation des fibres.

On s'intéresse ensuite à l'influence de ces deux paramètres sur l'ouverture angulaire du lobe de diffusion. Sur la Figure 8.b), on observe que l'ouverture angulaire est plus importante pour $\phi_i = 90^\circ$. Ainsi, en augmentant la distance entre la direction des fibres l'axe du faisceau, le niveau de réflectance non seulement diminue, mais le lobe de diffusion s'élargit. A l'inverse, les lobes de diffusion se resserrent autour de l'axe spéculaire lorsque les fibres sont dirigées selon la direction d'incidence.

Pour caractériser quantitativement cette observation, on reporte, sur la Figure 3.5 pour chaque orientation de fibres, l'ouverture angulaire mesurée à mi-hauteur c'est-à-dire pour :

$$\bar{\rho}_\lambda(\theta_i, \theta_r, \phi) = 0.5 \quad (3.23)$$

On constate dans un premier temps un élargissement moyen des lobes de diffusion pour toutes les orientations de fibres avec l'angle d'incidence. Mais, pour des fibres en orientation parallèle au rayonnement incident ($\phi = 0^\circ$), l'étalement du faisceau dans la direction étudiée augmente de 3.5° entre $\theta_i = 15^\circ$ et $\theta_i = 75^\circ$, contre 8.5° pour des fibres perpendiculaires. Ainsi, dans le premier cas ($\phi = 0^\circ$), lorsque θ_i augmente, la variation de la forme du faisceau est négligeable et la distribution d'intensité par rapport au maximum est conservée. En revanche, pour des fibres orientées perpendiculairement ($\phi = 90^\circ$), le couplage entre l'orientation des fibres et l'angle d'incidence est plus important. Pour prédire la distribution d'intensité sur le lobe de diffusion, il est alors nécessaire de connaître ces deux paramètres.

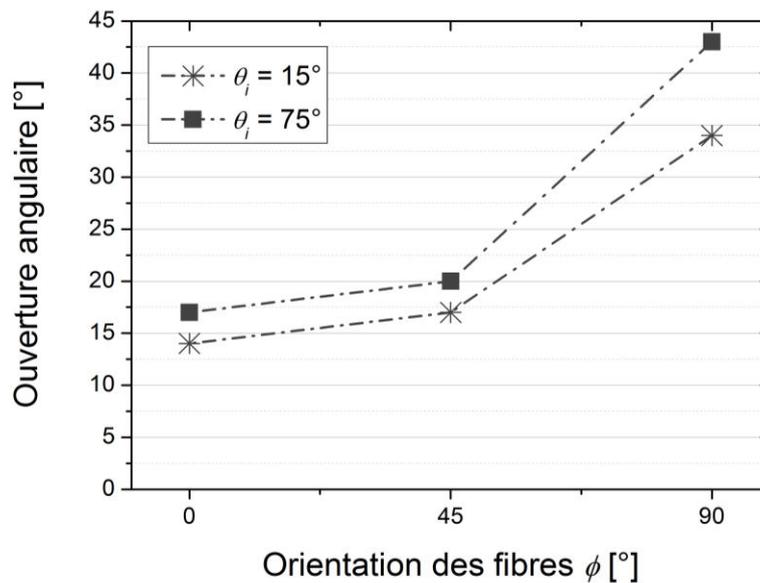


Figure 3.5 : Ouverture angulaire pour $\bar{\rho}_\lambda(\theta_i, \theta_r, \phi) = 0.5$, en fonction de l'orientation des fibres.

Au final, l'analyse des profils en réflexion montre qu'à température ambiante la répartition absolue et relative de réflectance est très sensible à la longueur d'onde λ , l'angle d'incidence θ_i et à l'angle ϕ entre la direction des fibres et celle du faisceau.

Par ailleurs, une analyse de l'influence de la température de l'échantillon a également été menée grâce au développement d'une cellule chauffante spécialement adaptée à l'instrument optique disponible. Après validation complète de ses performances métrologiques, l'outil a permis de mesurer la réflectance normale - normale du composite entre 20 et 450°C. On peut alors conclure que, à la longueur d'onde du laser, l'effet du changement de phase de la matrice est négligeable et que le comportement optique global du matériau est piloté par les fibres de carbone.

Enfin, il est à noter que les résultats ont été présentés pour des longueurs d'onde avoisinant le micron. Dans les parties supérieures du spectre infrarouge ($\lambda > 3 \mu\text{m}$) l'émission propre du composite et de l'élément chauffant deviennent non négligeables au-dessus de 200°C. Une procédure de correction additionnelle est donc requise pour retirer leur contribution des mesures réalisées.

En revanche, l'étude spectrale à 20°C a permis d'établir le rôle dominant des fibres de carbone sur la réponse optique du composite de 0.6 à 25 μm à 20°C, et l'étude en température en incidence normale de 0.5 à 2.5 μm et entre 20 et 450°C. Pour la suite, on fera donc l'hypothèse que la réflectance du composite est constante avec la température sur la gamme 3 à 5 μm .

3.3 Emissivité du matériau composite

L'étude du comportement en réflexion du matériau composite permet de remonter de manière indirecte à son émissivité. D'après la relation (3.15), on aboutit à la relation étendue :

$$\varepsilon_{\lambda}(\theta_i, \phi_i, T) = 1 - \hat{\rho}_{\lambda}(\theta_i, \phi_i, T) \quad (3.24)$$

Plus généralement, pour un matériau semi-transparent :

$$\varepsilon_{\lambda}(\theta_i, \phi_i, T) = 1 - \hat{\rho}_{\lambda}(\theta_i, \phi_i, T) - \hat{\tau}_{\lambda}(\theta_i, \phi_i, T) \quad (3.25)$$

Pour la thermographie infrarouge, on s'intéresse au flux émis vers l'avant de la surface dans la gamme spectrale 1 à 5 μm . On considère ensuite l'émissivité spectrale normale de la surface $\varepsilon_{\lambda,N}$. Elle est obtenue à partir des mesures de réflectance et transmittance spectrales hémisphériques pour une incidence normale, notées respectivement $\rho_{\lambda,NH}$ et $\tau_{\lambda,NH}$.

Les résultats des mesures de $\rho_{\lambda,NH}$ et $\tau_{\lambda,NH}$ réalisées entre 1 et 5 μm sur le matériau composite sont présentés sur la Figure 3.6. Le matériau est opaque sur tout le spectre et présente une réflectance quasi-constante égale à 0.089. Les mesures ont également été réalisées sur une lame mince de polymère PEEK de grade 150 fabriquée dans le cadre du post-doctorat de Victor Le Nader à l'IRT Jules Verne⁵. Les échantillons sont obtenus par mise en forme de granulés de matrice pure sous une presse chauffante. L'épaisseur finale est mesurée à 250 μm . Sur la Figure 3.6, il apparaît clairement que la matrice est semi-transparente dans la gamme [1 – 5 μm].

La Figure 3.7 présente les émissivités spectrales $\varepsilon_{\lambda,NH}$ équivalentes obtenues à partir des relations (3.20) et (3.21). Il apparaît que pour toute la gamme de longueur d'onde considérée, l'émissivité de la matrice est très inférieure à celle du composite.

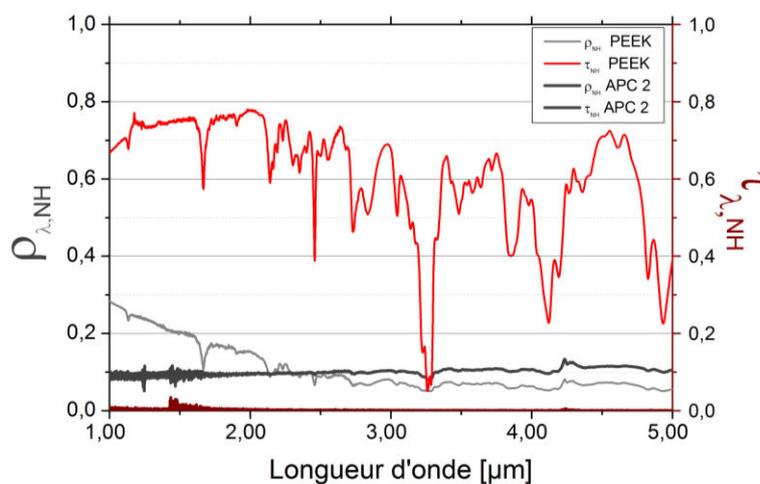


Figure 3.6 : Réflectance (courbes grises) et transmittance (courbes bordeaux) normale - hémisphérique pour le matériau APC -2 ($e = 158 \mu\text{m}$) et la matrice PEEK pure ($e = 250 \mu\text{m}$).

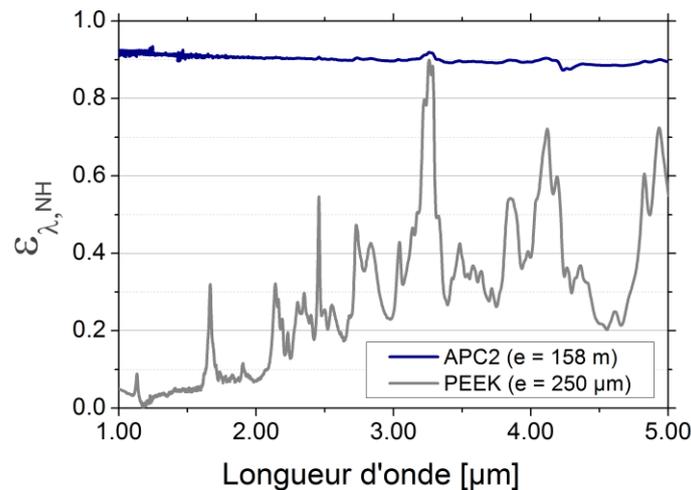


Figure 3.7 : Emissivité spectrale normale du composite et de la matrice PEEK pure.

A partir de la relation de (3.6), en intégrant sur la gamme de longueur d'onde [1 – 5 μm], on obtient respectivement : $\varepsilon_{N,APC2} = 0.91$ et $\varepsilon_{N,PEEK} = 0.23$

4. Conclusion partielle

La maîtrise et l'optimisation des échanges thermiques lors de la mise en forme de composites à matrice polymère par le procédé AFP avec chauffage laser nécessite de caractériser finement l'interaction du faisceau avec le matériau. En particulier, pour les polymères renforcés par des fibres de carbone, leur caractère diffusant impose de s'intéresser particulièrement à leur comportement en réflexion, dans la configuration du procédé (gamme spectrale et angle d'incidence du laser, angle de maintien du pli déposé).

Or, dans la littérature les propriétés radiatives des pré-imprégnés ont été jusqu'à alors peu étudiées. De plus, l'influence de l'angle d'incidence du laser, de sa longueur d'onde, de l'orientation des fibres et de la température du matériau n'ont jamais été étudiées simultanément sur le même type de pli.

Ainsi, dans ce chapitre, une analyse spectrale du comportement en réflexion d'un composite unidirectionnel carbone/PEEK, a été réalisée pour des longueurs d'onde comprises entre 0.667 à 25 μm à l'aide d'un spectromètre Infrarouge à Transformée de Fourier. Dans un premier temps, l'évolution des profils de diffusion a été considérée pour des incidences comprises entre 13 et 83° et selon différentes orientations de fibres. On a montré que, pour une longueur d'onde donnée, le comportement en réflexion du composite était dominé par l'interaction des fibres de carbone avec le faisceau incident. Il apparaît que la réflectivité est maximale pour un faisceau en incidence rasante et parallèle à la direction des fibres. Dans un deuxième temps, une analyse de l'influence de la température de l'échantillon a également été menée grâce au développement d'une cellule

chauffante spécialement adaptée à l'instrument optique disponible. Après validation complète de ses performances métrologiques, l'outil a permis de mesurer la réflectivité normale - normale du composite entre 20 et 450°C. On peut alors conclure que l'effet du changement de phase de la matrice est négligeable et que le comportement optique global du matériau est piloté par les fibres de carbone.

L'étude des propriétés radiatives du composite a permis d'apporter des nouveaux éléments clés pour établir le bilan de l'interaction du flux laser et de la surface du matériau composite dans le procédé AFP. En effet, on a mis en avant l'étendue des interactions possibles entre la surface du pli pré-imprégné et le faisceau incident en fonction de la configuration initiale (angle d'incidence, orientation des fibres). Cette analyse montre donc que dans le procédé de placement de bandes, la distribution du flux final sur la surface éclairée par le laser est d'autant plus complexe qu'un large panel d'angles entre le laser et les surfaces considérées (pli déposé, substrat) est possible, notamment en fonction de l'angle de maintien du pli déposé. Le dispositif chauffant développé spécialement pour l'étude du pli composite a permis de valider la conservation des propriétés optiques du composite en température et après le passage du point de fusion de la matrice polymère. Cette observation présente un intérêt majeur pour l'étude du procédé, en effet, le calcul du bilan optique est indépendant de la température et pourra être résolu une fois, en amont du calcul thermique.

Enfin, la mesure des propriétés optiques sera employée pour la suite pour établir l'émissivité de la surface du matériau, requise pour la mesure par thermographie infrarouge (Chapitre 4).

Cette étude est l'étape préliminaire d'une campagne de caractérisation globale du comportement en réflexion du matériau composite. En effet, une unique direction a été étudiée ici. Pour une étude complète notons qu'un système de mesure chauffant bidirectionnel a été développé dans le cadre du projet SODA mené par l'IRT Jules Verne avec le laboratoire de Thermique et Energie de Nantes. Le dispositif final, toujours en cours de caractérisation, permettra d'étudier dans tout l'espace la réponse en réflexion et en transmission d'un matériau, entre 20 et 400°C.

Références bibliographiques

1. Le Louët, V. *et al.* International Journal of Heat and Mass Transfer Directional spectral reflectivity measurements of a carbon fibre reinforced composite up to 450 ° C. *Int. J. Heat Mass Transf.* **112**, 882–890 (2017).
2. Modest, M. F. *Radiative Heat transfer*. (Academic Press, 1993).
3. Guévelou, S. Caractérisation des propriétés thermo-radiatives de mousses à structure numériquement contrôlée : vers le design d'absorbeurs solaires. (Université de Nantes, 2015).
4. Stokes-Griffin, C. M. & Compston, P. Optical characterisation and modelling for oblique near-infrared laser heating of carbon fibre reinforced thermoplastic composites. *Opt. Lasers Eng.* **72**, 1–11 (2015).
5. Le Nader, V. *Propriétés radiatives des composites carbonés à matrice thermoplastique : exemple du composite Fibres de carbone / PEEK - Rapport interne*. (2015).

Chapitre 4

Dispositif de caractérisation thermique d'un pli composite

1.	Introduction.....	123
2.	Présentation du dispositif.....	124
2.1	Principe de la mesure.....	124
2.2	Présentation générale.....	125
2.3	Pilotage et chaîne d'acquisition.....	128
2.3.1	Diode laser.....	129
2.3.2	Les thermocouples.....	129
2.3.3	Environnement Labview.....	129
2.3.4	La caméra thermique.....	130
2.3.5	Capteur de déplacement.....	130
2.3.6	Synthèse de la chaîne.....	132
3.	Caractérisation des outils de métrologie.....	132
3.1	Mesure du flux thermique.....	132
3.1.1	Présentation de l'algorithme séquentiel de Beck.....	133
3.1.2	Temps réponse des thermocouples.....	137
3.1.3	Filtrage fréquentiel.....	141
3.2	Mesure de la température de surface.....	141
3.2.1	Principe de la thermographie infrarouge.....	141

3.2.2	Paramètres d'acquisition.....	142
3.3	Régulation thermique du bâti	146
4.	Caractérisation de la source laser.....	147
4.1	Etalonnage en amplitude du flux du laser.....	148
4.2	Caractérisation de la zone irradiée.....	149
4.2.1	Divergence du faisceau.....	149
4.2.2	Paramètres de la fonction top-hat	149
4.2.3	Modélisation de la distribution surfacique angulaire.....	151
5.	Validation des performances : répétabilité et dispersion	152
5.1	Température de surface	153
5.2	Mesure du déplacement relatif	156
5.3	Flux thermique transmis	157
6.	Conclusion partielle	161
	Références bibliographiques	163

1. Introduction

Une modélisation réaliste des transferts thermiques au cours de la dépose d'un nouveau pli requiert une caractérisation fine des propriétés thermiques et radiatives du matériau, mais aussi des conditions aux limites. Celles-ci concernent deux zones : l'absorption du flux en surface, et les transferts thermiques aux différentes interfaces (entre deux plis, entre un pli et le rouleau). L'objectif est de prédire, pour des conditions de chauffage données, l'élévation de température en surface et les pertes thermiques vers les outils. C'est donc sur les transferts dans ces différentes zones que repose l'efficacité énergétique du procédé.

Le Chapitre 1 a permis de passer en revue les nombreux modèles thermiques développés dans la littérature pour prédire les champs de température en volume et en surface. En revanche, il a été vu que les hypothèses posées pour les conditions aux limites font rarement cas de la nature anisotrope et inhomogène du composite. Ainsi, dans les études utilisant un chauffage laser, l'absorption en surface est modélisée par une condition de Neumann sur une surface homogène équivalente. Par ailleurs, les transferts thermiques entre deux plis sont fréquemment supposés continus. Pour le substrat, ceci implique que l'adhésion et la consolidation ont été parfaitement achevées au cours de la dépose précédente. Pour le substrat et la bande en cours de dépose, cela induit que le contact est instantanément et parfaitement établi, et ce, en dépit du fait que l'on recherche justement dans ce procédé l'établissement du contact intime et de l'adhésion. Barasinski et al ¹ ont montré que cette dernière hypothèse ne permettait pas de représenter de manière réaliste l'histoire thermique. Il existe en effet une résistance thermique de contact entre la bande et le substrat dont l'influence sur les champs thermiques volumique et surfacique est non-négligeable. Levy et al ² proposent d'ailleurs un modèle pour lier le degré de contact intime à la résistance thermique de contact. Concernant les contacts avec les outils, les transferts thermiques sont généralement négligés. On peut citer Schafer et al ³ qui intègrent dans un modèle 2D du procédé des résistances thermiques de contact entre le pli déposé et le rouleau en silicone, ainsi qu'entre le substrat et le moule en acier inoxydable. Leurs valeurs sont ajustées itérativement par comparaison avec des mesures de températures en surface et entre les plis.

Dans ce chapitre, on présente un banc expérimental visant à la reproduction et à la caractérisation des échanges thermiques aux différentes interfaces du procédé de placement de bandes composites. Une description détaillée du moyen et de la métrologie implémentée va être ainsi présentée. L'objectif du travail est d'améliorer la compréhension des phénomènes impliqués, ce qui permettra, dans la suite, de statuer sur les modèles de conditions aux limites les plus représentatifs.

2. Présentation du dispositif

Les difficultés attenantes à la mise en place de métrologie thermique sur le procédé ont été énumérées au Chapitre 1 - 3.2.1. Afin de s'affranchir de ces contraintes, un dispositif expérimental est développé avec l'objectif de mesurer l'évolution des grandeurs d'intérêt lors du chauffage d'un pli composite par une diode laser, c'est-à-dire l'élévation de température en surface, et les flux transmis aux interfaces pli/pli et pli/outil.

2.1 Principe de la mesure

Un pli de composite est maintenu sur un support métallique et est chauffé pendant un temps t_{ch} par une diode laser infrarouge avec une puissance P (Figure 4.1). Le dispositif expérimental est dimensionné pour reproduire les conditions aux limites vues par le matériau dans le procédé de dépose. Ainsi, les temps de chauffage du pli sont courts (quelques dizaines de millisecondes) et les vitesses de chauffage comparables à celle du procédé (de 10000 K/s environ).

Dans un premier temps, le but est de mesurer l'élévation de température de surface engendrée par l'absorption d'une quantité de flux donnée, dépendant de l'angle d'incidence θ du laser. Dans des conditions contrôlées, sans réflexions parasites, la température de surface et le flux absorbé sont reliés directement aux propriétés radiatives, à la topographie et à l'agencement microstructural des fibres de carbone de la face chauffée. Dans un second temps, le flux absorbé est transmis par conduction dans l'épaisseur du pli, puis au niveau de l'interface avec le bâti métallique. L'amplitude et les temps caractéristiques de la transmission du flux au niveau de l'interface sont alors mesurés (ou identifiés).

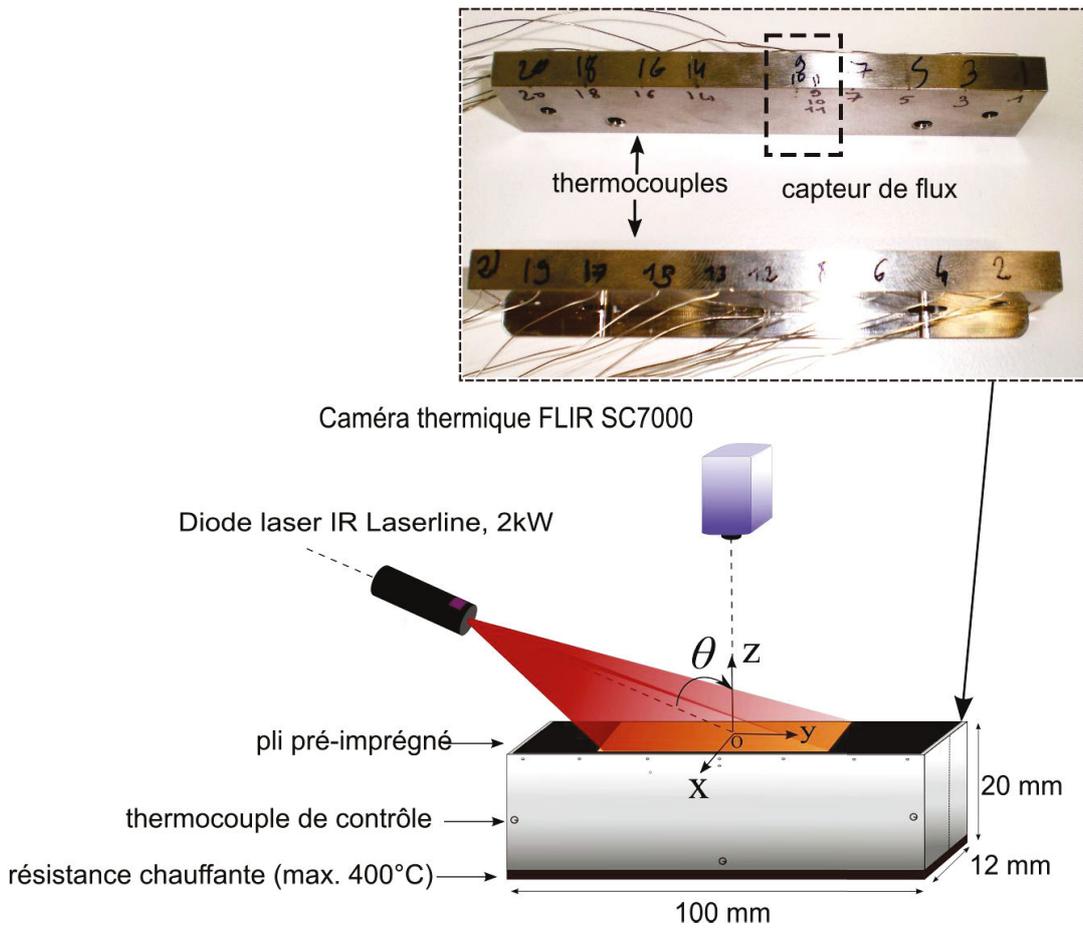


Figure 4.1 : Représentation schématique du dispositif expérimental.

2.2 Présentation générale

Le système a été développé afin de favoriser les transferts unidimensionnels dans l'épaisseur. Il est composé de deux bâtis rectangulaires identiques en acier inoxydable de type Z35CD17 (AFNOR), de dimensions 100 mm * 20 mm * 6 mm, maintenus en contact selon leur plan latéral (O,y,z).

Dans chacun des deux bâtis, respectivement 11 et 10 canaux débouchants de diamètre 300 μm ont été percés à 250 μm de la surface (Figure 4.2). A l'intérieur, des thermocouples chemisés de type K et de diamètre 250 μm , fournis par Thermocoax, sont insérés et soudés sur la face au fond de l'embouchure. Comme le montre la Figure 4.2, la position des canaux latéraux est décalée de 2.5 mm par rapport à l'axe central. Sur ce dernier se trouve un capteur de flux⁴ unidimensionnel composé du premier thermocouple à 250 μm et deux thermocouples coaxiaux additionnels à 1.25 et 3.25 mm, positionnés de la même manière. Enfin des thermocouples de contrôle de diamètre 1 mm mesurent la température sur les faces latérales et inférieures.

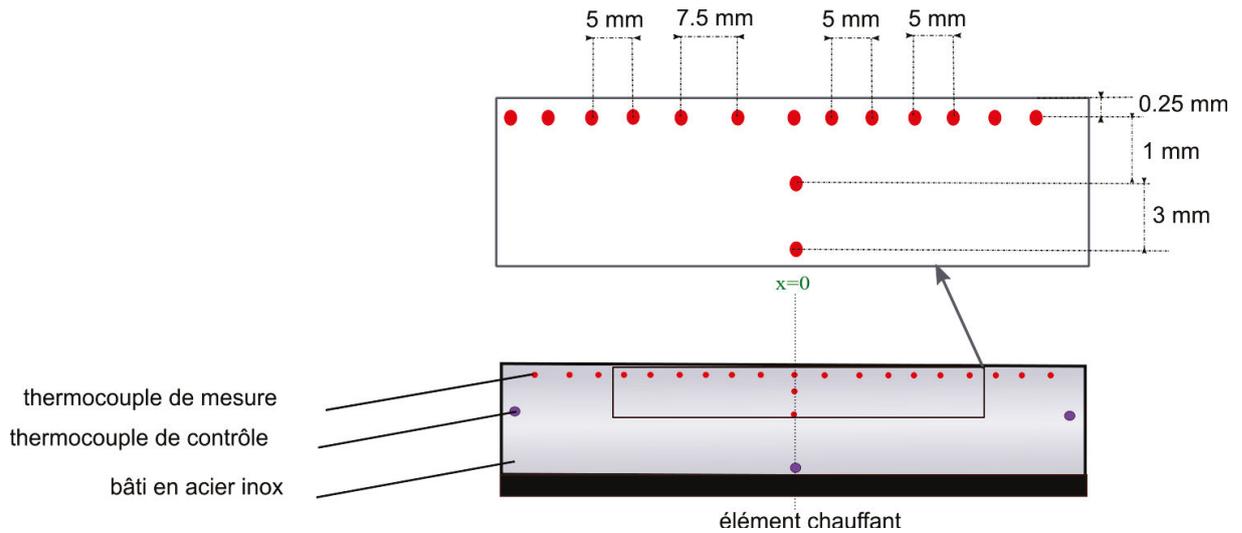


Figure 4.2 : Représentation en coupe du bâti instrumenté - projection de la position des thermocouples dans le plan (O,y,z) .

L'enjeu principal de l'instrumentation des thermocouples est à la fois de minimiser la perturbation des lignes de flux du fait de leur présence, ainsi que leur temps de réponse. De ce fait, les thermocouples sélectionnés sont formés d'un fil d'alumel et un fil de chromel plongés dans une gaine en Inconel et soudés à leur extrémité sur la paroi de la gaine. Une poudre isolante de magnésie prévient les contacts sur la longueur des deux fils. C'est donc l'extrémité de la gaine des thermocouples, de diamètre estimé à 50 μm , qui est soudée sur le bâti métallique, augmentant ainsi leur sensibilité au flux thermique. L'intrusivité des thermocouples est quant à elle réduite grâce au protocole de soudure. La Figure 4.3 montre un schéma en coupe dans le plan (O,x,z) du capteur de flux central ainsi qu'un agrandissement dans le plan (O,y,z) des trois étapes de soudure. Le thermocouple est inséré dans le canal jusqu'à ce que la gaine en affleure l'extrémité. Puis, à l'aide d'une micro-soudeuse laser, une première soudure périphérique de la gaine en Inconel, dont les propriétés thermique sont proches de celles de l'acier inoxydable du bâti, est réalisée avec un faisceau de 0.2 mm de diamètre. Le diamètre du faisceau de la micro-soudeuse est ensuite augmenté à 1.39 mm afin de d'homogénéiser et lisser la soudure en surface.

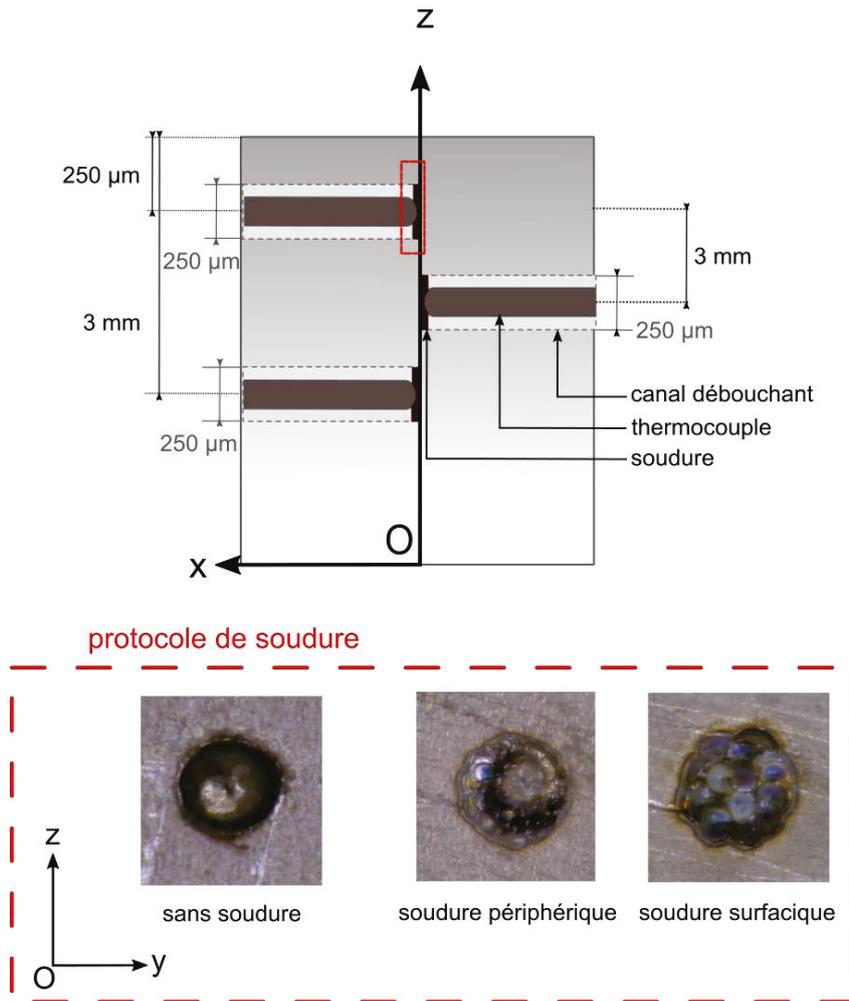


Figure 4.3 : Protocole de soudure des thermocouples.

La face inférieure du système final peut également être chauffée jusqu'à 400°C à l'aide d'une résistance chauffante contrôlée par un régulateur P.I.V. Un circuit de refroidissement relié à un bain thermostaté (Lauda) à 20°C limite la montée en température de l'environnement.

Une caméra thermique FLIR SC7000 (InSb) est maintenue perpendiculairement au bâti à l'aide d'un support métallique dont la position est ajustable selon les trois directions (x,y,z) . Elle permet de suivre l'évolution de la température de la surface suivant dans le plan (O,x,y) . Un profilomètre sans contact Keyence LJ-V7080 peut également être positionné au-dessus de la surface du matériau, à l'aide d'un bras de maintien annexe, pour mesurer le profil de déplacement selon l'axe (O,z) . Il est à noter que, dans cette configuration avec mesure de déplacement, pour des raisons d'encombrement la caméra thermique doit être démontée et le laser doit être incliné à 60°.

Un bras monté sur pivot au niveau de l'axe (O,x) soutient le système optique lié à la fibre optique d'une diode laser LDM 2000-30 fournie par Laserline. L'angle du système de chauffage est ajustable de 0 à 70° par rapport

à la normale à la surface (O,z) . Pour des raisons d'encombrement, l'angle minimum est de 10° lorsque la caméra et la diode sont installées en même temps.

Les rubans de composite de largeur 12 mm, et de longueur 60 mm, sont maintenus sur la surface de l'outil instrumenté à l'aide d'aimants de 50 N placés aux extrémités. En plus du pli composite de référence, noté n°1 et présenté au chapitre n°2, un second pli n°2 de composition équivalente (nature de fibres, de matrice, et taux de fibres) sera étudié.

Afin de limiter les perturbations de mesure liées aux vibrations, le dispositif est monté sur une table optique.

Enfin, l'utilisation de diode laser infrarouge de classe 4 nécessite un environnement particulier. Afin de garantir la sécurité des utilisateurs, un capotage en aluminium, dont la surface intérieure est peinte en noir pour limiter les réflexions parasites, est monté sur la table optique. Par ailleurs, le système d'acquisition et de pilotage, détaillé plus loin, est déporté dans un sas séparé du dispositif expérimental (Figure 4.4b).

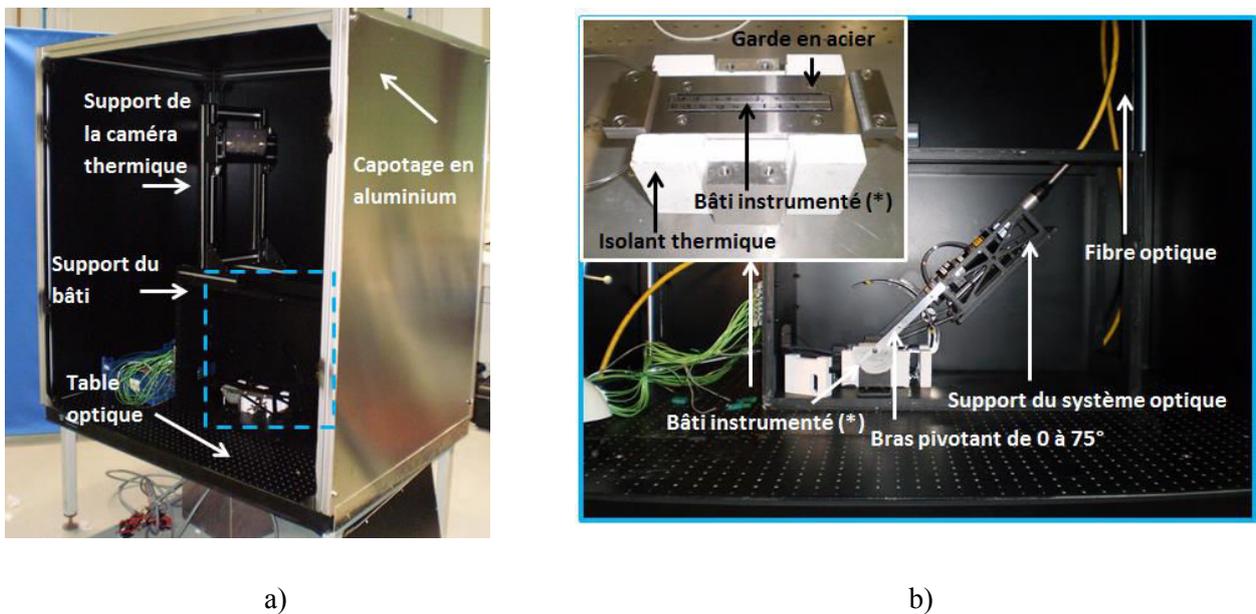


Figure 4.4 : (a) capotage de sécurité du contenant le banc instrumenté; (b) configuration globale du dispositif et zoom sur l'élément instrumenté.

2.3 Pilotage et chaîne d'acquisition

La réalisation d'une mesure s'appuie sur un système d'acquisition et décrit de pilotage ci-après. Le principal défi est de synchroniser le tir du laser à l'enregistrement de température par les thermocouples du bâti et par la caméra thermique.

2.3.1 Diode laser

Le laser est piloté en puissance et en temps par un signal analogique créneau compris entre 0 et 10 V, soit une consigne comprise entre 0 et 100 % de la puissance maximale P_{\max} du laser égale à 2 kW. Une courbe d'étalonnage de la consigne en % et de la puissance de sortie en Watt est réalisée à l'aide d'un potentiomètre a été faite lors de la livraison du laser.

$$P_{\text{sortante}}[W] = 20.072 * \text{Consigne}[\%] - 19 \quad (4.1)$$

Cependant, celle-ci correspond à la puissance intégrée sur la surface de la sonde du potentiomètre. Un second étalonnage en flux surfacique sera réalisé. Le temps de réponse du laser étant inférieur à 0.1 ms, la forme de la consigne temporelle n'est pas altérée pour les temps considérés dans cette étude (supérieurs à 10 ms). Un créneau d'éclairage pourra effectivement être considéré comme un créneau temporel parfait.

Par ailleurs, l'émission effective du faisceau dépend de deux conditions. Tout d'abord, le laser doit être alimenté par un courant seuil minimum. Le temps de mise en place de ce régime initial est inférieur à 450 ms selon la documentation technique. Par ailleurs, un obturateur relié au système de sécurité est placé sur la trajectoire du faisceau. En cas de messages de dysfonctionnement l'obturateur reste fermé malgré les consignes d'allumage du laser. Sinon, 100 ms sont nécessaires pour relever entièrement l'écran d'acier et laisser passer le faisceau.

Au final, il existe un délai de 550 ms entre le démarrage de la consigne et le début du tir laser.

2.3.2 Les thermocouples

Les 24 thermocouples, quant à eux, sont reliés à une boîte calorifugée dont la température de référence est mesurée à l'aide d'une sonde platine PT 100. Chaque sortie est renvoyée vers un amplificateur alimenté en 230V qui applique un gain sélectionnable entre 1 et 1000. Puis les sorties sont renvoyées vers une carte d'acquisition National Instrument de fréquence 100 kHz. En dépit de la longueur de la chaîne de mesure, le retard entre le démarrage de l'enregistrement est quasiment nul (inférieure à 1 μ s). En revanche, le bruit de mesure est important, et les données seront filtrées au cours du post-traitement.

2.3.3 Environnement Labview

La synchronisation entre le déclenchement du tir laser et la mesure des thermocouples est réalisée à travers un environnement LabView (Figure 4.5) qui permet de sélectionner :

- La fréquence d'échantillonnage des thermocouples (*Settings*)
- Les instants :
 - o de démarrage (**0**) et d'arrêt (**8**) de mesure des thermocouples,
 - o début (**2**) d'ouverture de l'obturateur,
 - o début (**5**) de fermeture de l'obturateur,

- de démarrage (3) et d'arrêt (4) du tir laser, soit le temps de chauffage.
- La puissance du laser (P)

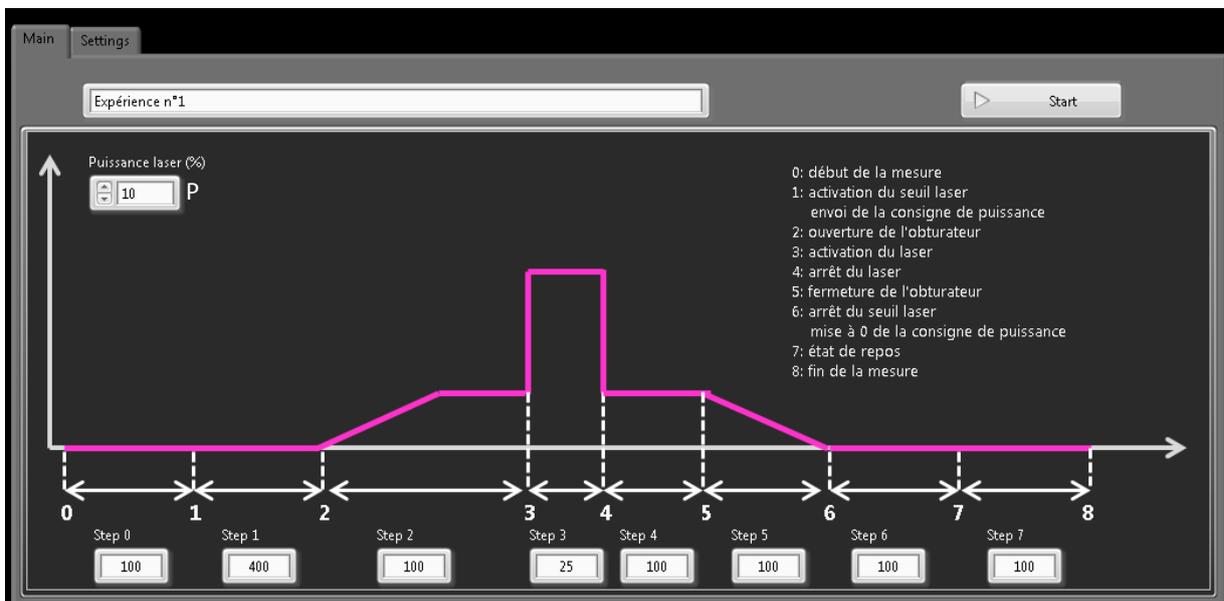


Figure 4.5 : Exemple d'expérience dans l'environnement LabView.

Le logiciel permet également de synchroniser le tir laser à la mesure de déplacement par un profilomètre sans contact dont le fonctionnement sera détaillé plus loin.

2.3.4 La caméra thermique

Enfin, la caméra thermique est pilotée avec le logiciel Altair de FLIR Systems à partir d'une unité centrale spécialement dédiée. L'enregistrement d'un film n'est donc pas synchronisé par LabView, mais lancé manuellement. En pratique, le lancement de l'acquisition de la caméra IR est réalisé avant celle de l'ensemble laser / thermocouples.

2.3.5 Capteur de déplacement

Le profilomètre sans contact Keyence LJ – V7080, positionné en lieu et place de la caméra thermique, enregistre le déplacement du profil parallèle à l'axe (O,x) selon l'axe (O,z) . Pour cela, le système émet un faisceau linéaire de 30 mm de long et de longueur d'onde 405 nm. Celui-ci impacte perpendiculairement la surface de la cible et est réfléchi vers le capteur (Figure 4.6). Au final, des déplacements de 0 à 39 mm peuvent être détectés avec une précision de $0.5 \mu\text{m}$, pour des vitesses maximales de $0.5 \text{ m}\cdot\text{s}^{-1}$.

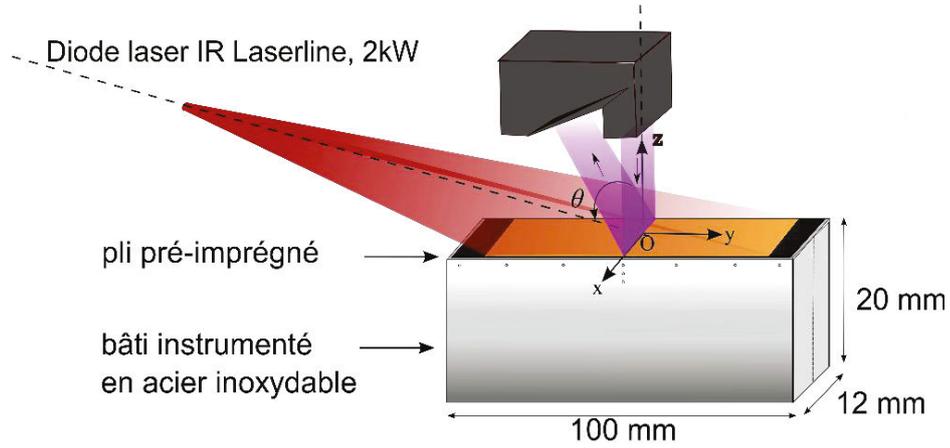


Figure 4.6 : Positionnement du profilomètre sans contact pour la mesure des profils de déplacement transverse.

Quelques considérations techniques sont à prendre en compte. Tout d'abord, le système doit être positionné à 10 cm de la cible. La proximité avec la surface du bâti limite ainsi les positions angulaires possibles pour le laser. On se restreindra à une incidence de 60° minimum lors de l'utilisation du capteur. Par ailleurs, le détecteur du dispositif n'est pas purement monochromatique. Sa transmissivité est de 1 % à la longueur d'onde du laser (980 nm). Bien que faible, celle-ci suffit pour saturer le capteur étant donné les puissances élevées en sortie de la diode laser (minimum 200W). Un filtre additionnel passe-bas de longueur d'onde de coupure 700 nm est positionné devant le détecteur du profilomètre afin de d'affranchir du rayonnement parasite du laser.

2.3.6 Synthèse de la chaîne

L'ensemble du système de pilotage et d'acquisition du dispositif est schématisé sur la Figure 4.7.

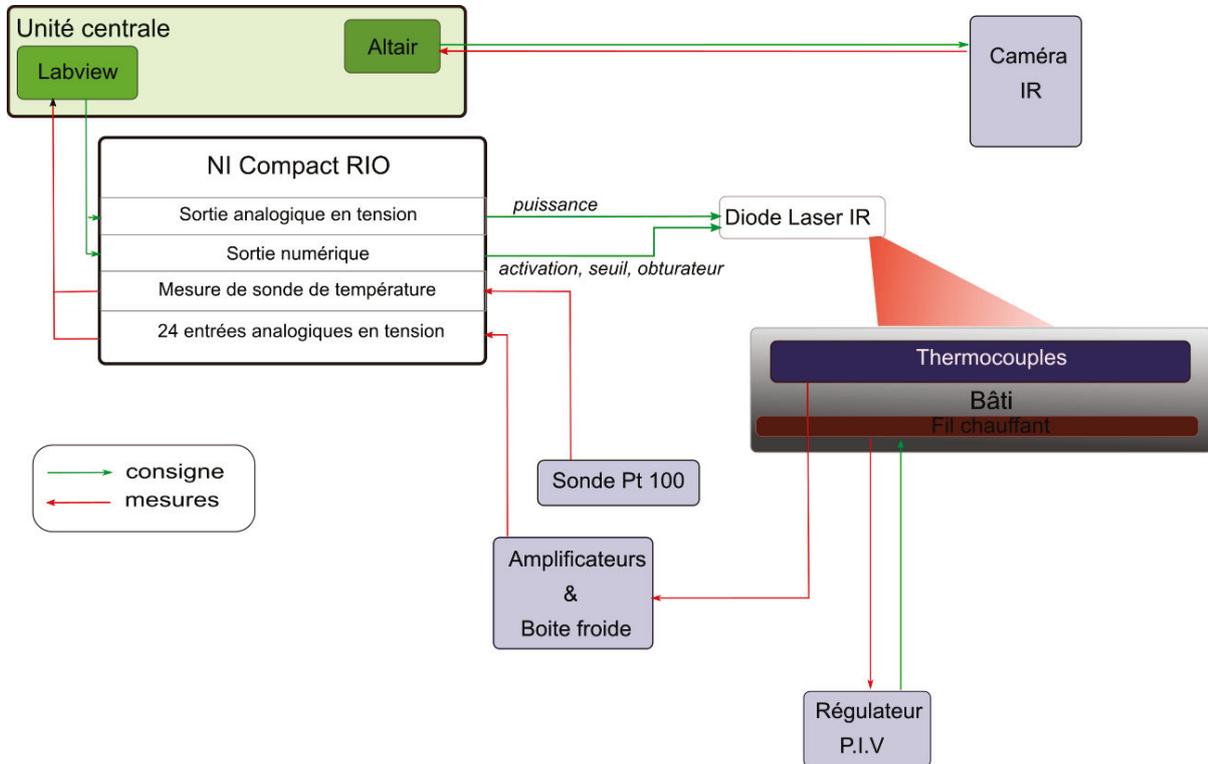


Figure 4.7 : Représentation schématique de la chaîne d'acquisition et de pilotage du système.

3. Caractérisation des outils de métrologie

Le fonctionnement général du dispositif ayant été détaillé, l'attention est à présent portée sur le travail préliminaire de caractérisation des différents outils impliqués dans l'étude.

3.1 Mesure du flux thermique

Le capteur de flux central est composé de trois thermocouples coaxiaux TC_1 , TC_2 , et TC_3 , positionnés le long de l'axe (O,z) à 250 μm , 1.25 mm et 3.25 mm de la surface, respectivement. Lorsque le capteur est traversé par un flux thermique unidimensionnel $\varphi(t)$, le problème thermique le long de l'axe (O,z) s'écrit :

$$\begin{cases} \rho_a C_{p,a} \frac{\partial T}{\partial t} = k_a \frac{\partial^2 T}{\partial z^2}, \forall z, \forall t \\ -k_a \frac{\partial T}{\partial z} \Big|_{z=0} = \varphi(t), \forall t \\ T(t=0) = T_0, \forall z \\ T(z = z_{TC3}) = Y_3(t), \forall t \end{cases} \quad (4.2)$$

Où z_{TC3} est la position du troisième thermocouple, $Y_3(t)$ la mesure de température expérimentale associée, T_0 la température initiale du système, et ρ_a , $C_{p,a}$ et k_a les propriétés thermiques du bâti en acier rappelées dans le Tableau 4.1 .

Tableau 4.1 : Propriétés thermiques de l'acier inoxydable AFNOR Z35CD17.

Propriétés	Valeur
Masse volumique, ρ_a [kg.m ⁻³]	7700
Chaleur spécifique, $C_{p,a}$ [J.kg ⁻¹ .K ⁻¹]	480
Conductivité thermique, k_a [W.m ⁻¹ .K ⁻¹]	23.5 (20°C) - 24.2 (150°C)

A partir des mesures $Y_1(t)$ et $Y_2(t)$ des thermocouples TC₁ et TC₂, l'amplitude dans le temps du flux $\varphi(t)$ en entrée du bâti peut être estimée par méthode inverse avec l'algorithme séquentiel de Beck ⁵.

3.1.1 Présentation de l'algorithme séquentiel de Beck

Cet algorithme bien connu est présenté ici car une modification y sera apportée par la suite (§3.1.2). En effet, le système développé doit être apte à détecter des signaux de durée de quelques dizaines de millisecondes. Or, comme nous le verrons au paragraphe 3.1.2, les thermocouples possèdent un temps de réponse long devant les temps caractéristiques de l'étude. Une correction sera donc apportée directement dans l'algorithme inverse pour le calcul du flux entrant.

3.1.1.1 Formulation du problème inverse

Soit dt le pas de temps d'échantillonnage associé à la mesure. Le principe de l'algorithme consiste à se placer un instant $t = dt * n$ quelconque de la mesure et de considérer pour un certain nombre de pas de temps suivant n_{dt} que le flux est constant de valeur notée φ_n . Entre t et $t_{fin} = dt * (n + n_{dt})$, φ_n est déterminée en minimisant le critère J suivant :

$$J = \sum_{k=1}^{n_{dt}} \sum_{i=1,2} (T_i^{k+n}(\varphi_n) - Y_i^{k+n})^2, \quad (4.3)$$

où T_i^{k+n} est la valeur de la température du thermocouple TC_i calculée à l'instant $k+n$ à partir du modèle direct discrétisé avec φ_n tel que décrit par la condition à la limite (4.2); et Y_i^{k+n} la température expérimentale du thermocouple TC_i , relevée à l'instant $k+n$.

Minimiser J en fonction de la valeur du flux équivaut à chercher les racines de sa dérivée en fonction du flux. φ_n est donc solution de :

$$\frac{\partial J(\varphi_n)}{\partial \varphi} = 0 \quad (4.4)$$

$$\sum_{k=1}^{n_{dt}} \sum_{i=1,2} (T_i^{k+n}(\varphi_n) - Y_i^k) \frac{\partial T_i^{k+n}(\varphi_n)}{\partial \varphi} = 0 \quad (4.5)$$

L'objectif est d'établir une formulation des termes $T_i^{k+n}(\varphi_n)$ et $\frac{\partial T_i^{k+n}(\varphi_n)}{\partial \varphi}$ en fonction du paramètre de minimisation φ_n .

3.1.1.2 Formulation du problème de sensibilité

Soit $S = \frac{\partial T}{\partial \varphi}$ la sensibilité de la température au flux. En dérivant les équations du problème (4.2) par rapport à φ , on obtient le problème suivant sur S :

$$\begin{cases} \rho_a C_{p,a} \frac{\partial S}{\partial t} = k_a \frac{\partial^2 S}{\partial z^2}, \forall z, \forall t \\ -k_a \frac{\partial S}{\partial z} \Big|_{z=0} = 1, \forall t \\ S(t=0) = 0, \forall z \\ S(z = z_{TC3}) = 0, \forall t \end{cases} \quad (4.6)$$

Il apparait que S est solution d'un problème dit *de sensibilité* ne dépendant pas du flux. Celui-ci doit donc être résolu, une seule fois, sur n_{dt} pas de temps, à partir d'un instant quelconque. En pratique, cette étape est réalisée à l'instant initial de l'étude t_{init} associé au pas de temps n_{init} , où les coefficients $\frac{\partial T_i^k(\varphi_n)}{\partial \varphi} = \frac{\partial T_i^k}{\partial \varphi} = S_i^k$ sont calculés de $k = n_{init}$ à $k = n_{init} + n_{dt}$.

3.1.1.3 *Formulation des termes en température :*

Afin de trouver une relation explicite entre $T_i^k(\varphi_n)$ et φ_n , la linéarité de l'équation de la chaleur du fait des propriétés thermiques constantes de l'acier, est une caractéristique intéressante. En effet, la température T solution du système (4.2) est également linéaire et peut s'écrire comme la somme de deux champs \tilde{T} et \check{T} , où \check{T} est solution du système :

$$\left\{ \begin{array}{l} \rho_a C_{p,a} \frac{\partial \check{T}}{\partial t} = k_a \frac{\partial^2 \check{T}}{\partial z^2}, \forall z, \forall t \\ -k_a \frac{\partial \check{T}}{\partial z} \Big|_{z=0} = \check{\varphi}, \forall t \\ \check{T}(t=0) = T_0, \forall z \\ \check{T}(z = z_{TC3}) = Y_3(t), \forall t \end{array} \right. \quad (4.7)$$

Avec $\check{\varphi}$ un flux constant quelconque.

Et, alors \tilde{T} est solution du système :

$$\left\{ \begin{array}{l} \rho_a C_{p,a} \frac{\partial \tilde{T}}{\partial t} = k_a \frac{\partial^2 \tilde{T}}{\partial z^2}, \forall z, \forall t \\ -k_a \frac{\partial \tilde{T}}{\partial z} \Big|_{z=0} = \varphi(t) - \check{\varphi}, \forall t \\ \tilde{T}(t=0) = 0, \forall z \\ \tilde{T}(z = z_{TC3}) = 0, \forall t \end{array} \right. \quad (4.8)$$

L'équation (4.5) devient alors :

$$\sum_{k=1}^{n_{dt}} \sum_{i=1,2} (\check{T}_i^{k+n}(\varphi_n) + \tilde{T}_i^{k+n}(\varphi_n) - Y_i^{k+n})(S_i^{k+n}) = 0 \quad (4.9)$$

En multipliant le système (4.6) dont S est solution par $(\varphi(t) - \check{\varphi})$, il apparait que $S * (\varphi(t) - \check{\varphi})$ est une solution du système (4.8). L'équation (4.9) s'écrit alors :

$$\sum_{k=1}^{n_{dt}} \sum_{i=1,2} (\check{T}_i^{k+n}(\varphi_n) + S_i^{k+n} * (\varphi_n - \check{\varphi}) - Y_i^{k+n})(S_i^{k+n}) = 0 \quad (4.10)$$

$$\sum_{k=1}^{n_{dt}} \sum_{i=1,2} (\check{T}_i^{k+n}(\varphi_n) + S_i^{k+n} * (\varphi_n - \check{\varphi}) - Y_i^{k+n})(S_i^{k+n}) = 0 \quad (4.11)$$

$$\sum_{k=1}^{n_{dt}} \sum_{i=1,2} \left(\check{T}_i^{k+n}(\varphi_n) S_i^{k+n} + (S_i^{k+n})^2 * (\varphi_n - \check{\varphi}) - Y_i^{k+n} S_i^{k+n} \right) = 0 \quad (4.12)$$

$$(\varphi_n - \check{\varphi}) = - \frac{\sum_{k=1}^{n_{dt}} \sum_{i=1,2} (\check{T}_i^{k+n}(\varphi_n) S_i^{k+n} - Y_i^{k+n} S_i^{k+n})}{\sum_{k=1}^{n_{dt}} \sum_{i=1,2} (S_i^{k+n})^2} \quad (4.13)$$

$$\varphi_n = \check{\varphi} - \sum_{k=1}^{n_{dt}} \sum_{i=1,2} (\check{T}_i^{k+n}(\varphi_n) - Y_i^{k+n}) (K_i^{k+n}) \quad (4.14)$$

Avec :

$$K_i^{k+n} = \frac{S_i^{k+n}}{\sum_{k=1}^{n_{dt}} \sum_{i=1,2} (S_i^{k+n})^2} \quad (4.15)$$

A l'instar des coefficients S , les valeurs de K sont déterminées une seule fois, en amont de la résolution en temps.

3.1.1.4 Résolution de l'algorithme

L'algorithme se résout de la manière suivant (Figure 4.8) :

De n_{init} à $n_{init} + n_{dt}$	Résolution du problème de sensibilité
	Calcul des coefficients de sensibilité K
De $n = n_{init}$ à $n = n_{fin}$	Résolution de $k = 1$ à n_{dt} : $\begin{cases} \rho_a C_{p,a} \frac{\partial \check{T}}{\partial t} = k_a \frac{\partial^2 \check{T}}{\partial z^2}, \forall z, \forall t_j \\ -k_a \frac{\partial \check{T}}{\partial z} \Big _{z=0} = \varphi_k, \forall t_j \\ \check{T}(t=0) = T_0, \forall z \\ \check{T}(z = z_{TC3}) = Y_3(t), \forall t_j \end{cases}$ $\varphi_{n+1} = \varphi_n + \sum_{k=1}^{n_{dt}} \sum_{i=1,2} (\check{T}_i^{k+n}(\varphi_n) - Y_i^{k+n}) (K_i^{k+n})$

	Itération : $n = n + 1$
--	-------------------------

Figure 4.8 : Présentation du principe de résolution de l'algorithme séquentiel de Beck pour le calcul du flux en surface.

3.1.1.5 Intérêts et limites de l'algorithme

L'atout principal de l'utilisation de cette méthode séquentielle est qu'aucune hypothèse n'est faite sur l'évolution temporelle du flux. Ainsi même les évolutions temporelles complexes peuvent être approchées par cette méthode, moyennant un nombre de pas de temps futurs n_{dt} suffisamment petit, au risque à l'inverse de biaiser la mesure. En revanche, pour les pas de temps courts, la méthode est très sensible au bruit de mesure. Le choix de la valeur de n_{dt} découle d'un compromis entre le biais et la stabilité de la résolution, qui dépend de chaque cas étudié.

3.1.2 Temps réponse des thermocouples

3.1.2.1 Identification du retard

Malgré les précautions mises en place pour minimiser le temps de réponse des thermocouples (voir §2.2), la continuité thermique entre la gaine et le bâti n'est pas parfaite et il existe une résistance thermique de contact entraînant un retard sur la réponse du thermocouple. Le temps de réponse est déterminé en comparant la réponse expérimentale du thermocouple lorsque le bâti est éclairé pendant 100 ms par le laser à celle obtenue numériquement pour un bâti éclairé dans les mêmes conditions.

Pour ce faire, le laser est placé en position verticale (inclinaison à 0°) en face du bâti. Pour accéder à cette position, la caméra thermique est préalablement retirée. Afin de maximiser l'absorption du flux laser à la surface du bâti lors du tir de 100ms, celle-ci est recouverte d'une fine couche de peinture noire d'émissivité 0.9 (*Graphite 33 Chemi*). La Figure 4.11 présente l'évolution du flux surfacique obtenue avec l'algorithme classique présenté plus haut. Il est nécessaire de rappeler que le flux sortant du laser est un créneau temporel avec une déviation inférieure à 0.1 ms. D'après l'allure des courbes, il apparaît clairement que la réponse du capteur de flux possède un temps d'établissement. Celui-ci découle du retard provoqué par les résistances thermiques de contact entre les soudures des thermocouples et le bâti.

3.1.2.2 Détermination de la RTC gaine / bâti

Un modèle thermique 2D, du plan transverse du bâti (O, y, z), sur lequel sont soudées les gaines des thermocouples du capteur de flux, est développé avec le logiciel COMSOL Multiphysics. Dans la géométrie, présentée sur la Figure 4.9 a), les sections circulaires de $250\mu\text{m}$ de diamètre représentent les gaines des thermocouples en inconel. Sur leur frontière, indiquée par un cercle de couleur rouge, une résistance thermique

de contact RTC est imposée. Le domaine restant est constitué d'acier inoxydable. Le modèle thermique est donc le suivant :

$$\left\{ \begin{array}{l} \rho_{mat} C_{p,mat} \frac{\partial T}{\partial t} = k_{mat} \left(\frac{\partial^2 T}{\partial z^2} + \frac{\partial^2 T}{\partial y^2} \right), \forall z, y, \forall t \\ -k_{mat} \frac{\partial T}{\partial z} \Big|_{z=0} = \varphi(t), \forall t \\ T(t=0) = 0, \forall z, y \\ T(z=L) = 20^\circ C, \forall t \\ \frac{T^+(z,y) - T^-(z,y)}{\frac{\partial T}{\partial n} \Big|_{(z,y) \in \Omega}} = RTC, (z,y) \in \Omega \end{array} \right. \quad (4.16)$$

Avec ρ_{mat} , $C_{p,mat}$ et k_{mat} les propriétés thermiques de l'acier (Tableau 4.1) ou de l'inconel (Tableau 4.2) selon le point (x,y) considéré, Ω les frontières des thermocouples.

Tableau 4.2 : Propriétés thermiques de l'inconel.

Propriétés	Valeur
Masse volumique, ρ_{inc} [kg.m ⁻³]	8420
Chaleur spécifique, $C_{p,inc}$ [J.kg ⁻¹ .K ⁻¹]	444
Conductivité thermique, k_{inc} [W.m ⁻¹ .K ⁻¹]	14.6

$\varphi(t)$ est un échelon de flux de durée 100 ms et d'amplitude 1.8 MW.m⁻². La procédure de caractérisation du flux en sortie de la diode laser sera détaillée dans la section 4.1. La valeur de la RTC est estimée par minimisation de l'écart quadratique suivant sur entre 0 et 500 ms :

$$\sum_t \sum_{i=1,2,3} (T_{i,centre}(t, RTC) - Y_i(t))^2 \quad (4.17)$$

Avec $T_{i,centre}$ la température calculée par le modèle numérique au centre des sections des trois thermocouples et Y_i les mesures expérimentales fournies par chaque thermocouple.

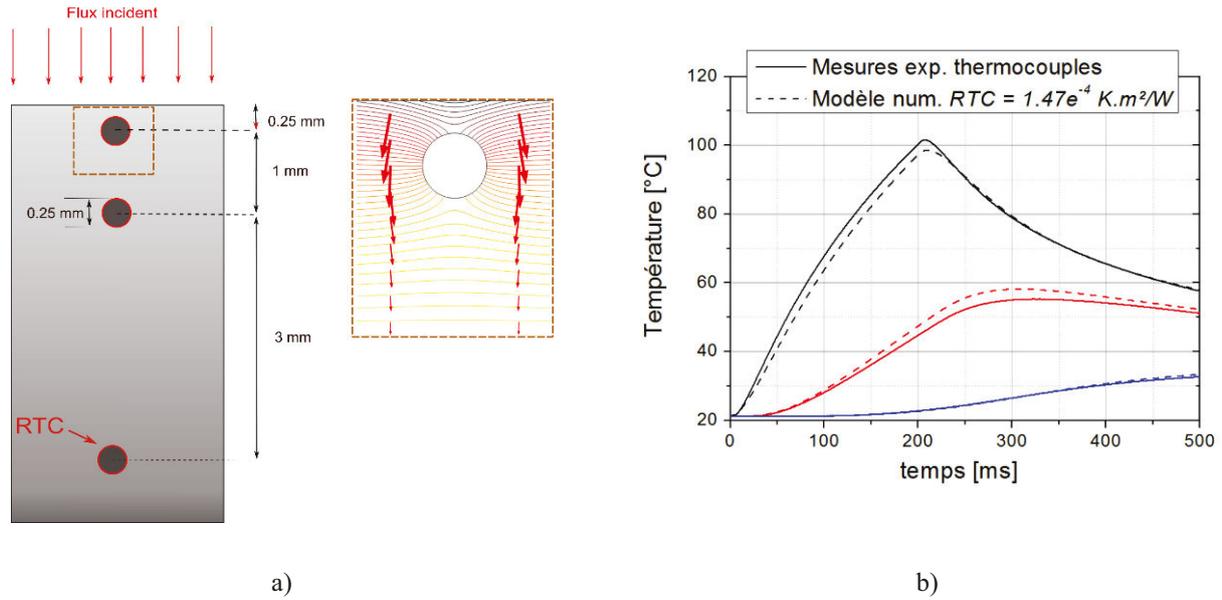


Figure 4.9 : a) Modélisation des thermocouples dans le bâti avec une RTC entre la gaine et le bâti ; b) Comparaison de la température mesurée expérimentalement avec le modèle numérique pour une $RTC = 1.47 \cdot 10^{-4} \text{ K.m}^2/\text{W}$.

Au final, on identifie, pour une valeur de RTC égale à $1.47 \cdot 10^{-4} \text{ W.m}^2/\text{K}$. La comparaison avec les températures mesurées expérimentalement est présentée sur la Figure 4.9b). L'ordre de grandeur de cette valeur est cohérent avec l'hypothèse d'un défaut de soudure.

3.1.2.3 Détermination du temps d'établissement

Le retard de l'établissement de la température des thermocouples observé en pratique, et provoqué par le ralentissement de l'arrivée du flux au centre des soudures, peut être simulé en ajoutant une résistance thermique de résistance thermique de contact sur la gaine des thermocouples dans un modèle thermique 2D. On considère alors que la température $T_{i,centre}(t)$ au centre des thermocouples suit une loi exponentielle de chargement avec une constante de temps τ à identifier :

$$T_{i,centre}(t, \tau) = \left(1 - \exp\left(-\frac{t}{\tau}\right)\right) T_{i,centre,0}(t) \quad (4.18)$$

Où $T_{i,centre,0}$ est la température des thermocouples dans un cas idéal sans résistance thermique de contact à la gaine et où le passage du flux est parfaitement continu, et

Comme précédemment la somme des écarts de températures est minimisée, mais, cette fois, par rapport à τ :

$$\sum_t \sum_{i=1,2,3} (T_{i,centre}(t, \tau) - Y_i(t))^2 \quad (4.19)$$

Au final, on estime un temps d'établissement τ_{TC} égal à 34 ms. Les thermocouples étant tous soudés de la même manière et provenant du même lot, on gardera cette valeur pour l'ensemble des sondes.

Modification de l'algorithme séquentiel

L'algorithme est modifié afin de prendre en compte le couplage entre le problème thermique direct et le régime transitoire d'établissement de la réponse des thermocouples. La démarche consiste d'abord à calculer, comme précédemment, le champ de température en tout point du maillage solution du problème 1D continu (4.2). Puis, on considère que la température « vraie » \bar{T} aux positions des thermocouples, et issue de ce calcul, est la solution \check{T} , aux mêmes points du problème continu, pondérée du temps de réponse τ . C'est donc l'écart quadratique \bar{T} et les mesures Y des thermocouples qui est minimisé en fonction du flux. Le déroulement de l'algorithme est donné dans la Figure 4.10.

De $n = n_{init}$ à $n_{init} + n_{dt}$	Résolution du problème de sensibilité : $\left\{ \begin{array}{l} \rho_a C_{p,a} \frac{\partial S}{\partial t} = k_a \frac{\partial^2 S}{\partial z^2}, \forall z, \forall t_j \\ -k_a \frac{\partial S}{\partial z} \Big _{z=0} = 1, \forall t_j \\ S(t=0) = \bar{S}(t=0) = 0, \forall z \\ S(z = z_{TC3}) = 0, \forall t_j \\ \tau_{TC} \frac{d\bar{S}}{dt} + \bar{S} = S, z \in \{z_{TC1}, z_{TC2}\}, \forall t_j \end{array} \right.$
	Calcul des coefficients de sensibilité K $K_i^{k+n} = \frac{\bar{S}_i^{k+n}}{\sum_{k=n}^{n+n_{dt}} \sum_{i=1,2} (\bar{S}_i^{k+n})^2}$
De $n = n_{init}$ à $n = n_{fin}$	Résolution de $k = 1$ à n_{dt} : $\left\{ \begin{array}{l} \rho_a C_{p,a} \frac{\partial \check{T}}{\partial t} = k_a \frac{\partial^2 \check{T}}{\partial z^2}, \forall z, \forall t_j \\ -k_a \frac{\partial \check{T}}{\partial z} \Big _{z=0} = \varphi_k, \forall t_j \\ \check{T}(t=0) = \bar{T}(t=0) = T_0, \forall z \\ \check{T}(z = z_{TC3}) = Y_3(t), \forall t_j \\ \tau_{TC} \frac{d\bar{T}}{dt} + \bar{T} = \check{T}, z \in \{z_{TC1}, z_{TC2}\}, \forall t_j \end{array} \right.$

	$\varphi_{n+1} = \varphi_n + \sum_{k=1}^{n_{dt}} \sum_{i=1,2} (\bar{T}_i^{k+n}(\varphi_n) - Y_i^{k+n})(K_i^{k+n})$ <p>Itération : $n = n + 1$</p>
--	--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------

Figure 4.10 : Présentation de l'algorithme séquentiel pour le calcul de flux d'entrée après correction.

Sur la Figure 4.11, on compare les flux calculés à partir des données des thermocouples lorsque le bâti est chauffé pendant 100 ms en incidence normale avec une consigne à 10 %, et ce pour les deux algorithmes. Il apparaît clairement que la prise en compte du temps de réponse des thermocouples permet bien de retrouver un signal beaucoup plus proche d'un échelon de flux imposé à la surface du bâti.

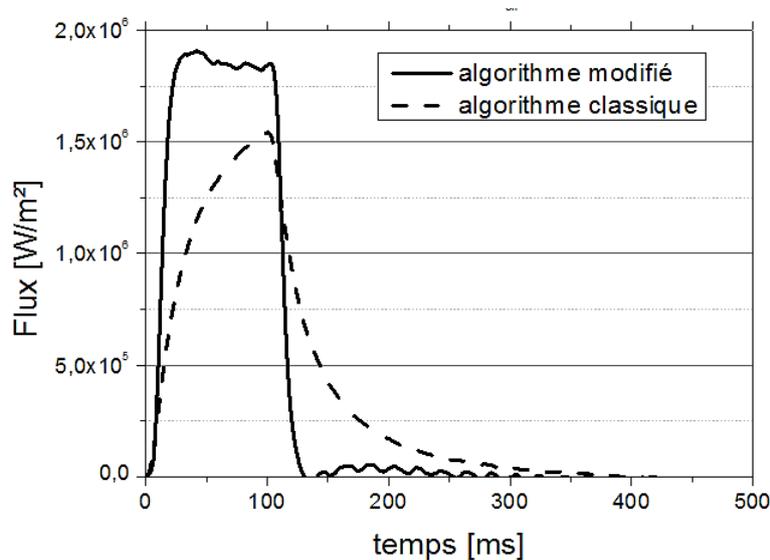


Figure 4.11 : Comparaison de l'algorithme séquentiel pour le calcul du flux en entrée du bâti, avec et sans prise en compte du temps de réponse.

3.1.3 Filtrage fréquentiel

En intégrant une équation différentielle supplémentaire dans l'algorithme, il apparaît que les bruits de mesure sont amplifiés. Pour remédier à cela, un premier filtrage à 1000 Hz a été imposé directement sur les amplificateurs reliés aux thermocouples. Cependant, le bruit de mesure provenant du réseau électrique, avec une fréquence avoisinant les 50 Hz est observable. Celle-ci est trop basse pour être retirée sans altérer le signal final.

3.2 Mesure de la température de surface

3.2.1 Principe de la thermographie infrarouge

Dans le chapitre précédent, nous avons montré qu'un matériau à l'équilibre thermique émettait un flux radiatif dont l'emprunte spectrale était caractéristique de sa température. La connaissance de l'émissivité du matériau

sur la gamme spectrale correspondante permet donc de remonter à la température de surface à partir de la mesure du flux émis.

La gamme spectrale du détecteur InSb de la caméra FLIR SC700 s'étend de 1.5 à 5.1 μm , la rangeant ainsi dans des détecteurs infrarouge moyen. D'autres fabricants proposent des détecteurs infrarouge lointain dont les zones de travail se situent de 8 à 14 μm .

L'émissivité du matériau dans cette gamme de longueur d'onde a été mesurée au Chapitre 3.

Tableau 4.3 : Emissivité des matériaux composites n°1 (référence) et n°2.

Matériau	Emissivité
Composite n°1 (référence)	0.89
Composite n°2	0.91

3.2.2 Paramètres d'acquisition

L'utilisation de la caméra thermique permet d'obtenir un enregistrement de l'évolution de la température de surface restituée en image. En revanche, un certain nombre de paramètres sont à définir au préalable afin de s'assurer de la robustesse de l'acquisition.

La mesure est effectuée avec un objectif de 50 mm. Le format de l'image maximum est de 320 * 240 pixels. La distance entre l'objectif de la caméra et le bâti est de 51 cm. La résolution spatiale par pixel est alors calculée à 0.33 mm. L'ensemble de ces caractéristiques générales sont résumées dans le Tableau 4.4.

Tableau 4.4 : Caractéristiques générales de la caméra thermique.

Caractéristiques	Valeur
Distance objectif / surface cible	51 cm
Résolution spatiale	0.33 mm / px
Objectif	50 mm
Format de l'image maximale	320 * 240 px

3.2.2.1 Plage de température

Il est nécessaire d'estimer la plage de température qui sera balayée lors de l'essai. Le détecteur de la caméra est composé d'une matrice de micro-capteurs correspondant aux pixels de l'image finale. Ces éléments sont sensibles aux longueurs d'onde de 1.5 à 5.1 μm . Lorsque le flux φ compris dans cette gamme spectrale parvient à un pixel, celui-ci est convertit en un signal digital U_{DL} ou *digital level*, d'unité arbitraire, proportionnel à l'énergie reçue :

$$U_{DL} = s * \varphi(T) * IT + U_0 \quad (4.20)$$

Où :

- s est la sensibilité du capteur
- U_0 est un offset
- IT le temps d'intégration du signal.

Les paramètres s et U_0 sont inhérents à chaque pixel. Ces derniers devront être corrigés lors de l'étalonnage afin d'assurer de l'uniformité de l'image. De plus, les capteurs possèdent deux limites de fonctionnement optimal, $U_{DL,min}$ et $U_{DL,max}$, en dehors desquelles le signal est trop faible ou à l'inverse, sature. En fonction de la température, le temps d'intégration doit être ajusté à l'aide du logiciel d'acquisition, afin que la conversion du flux émis en *digital level* soit comprise dans l'intervalle de fonctionnement des capteurs (Figure 4.12). Ainsi, lorsque la température du matériau augmente, et donc l'amplitude flux émis, il est nécessaire de réduire le temps d'intégration du signal.

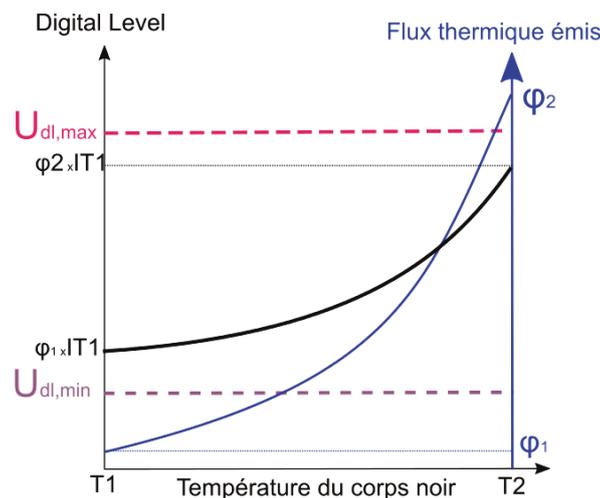


Figure 4.12: Représentation schématique des différentes situations avec un corps noir.

L'étalonnage de la caméra thermique consiste donc à porter un corps noir de référence à différentes températures et à :

- Comparer les réponses de chaque pixel afin d'obtenir une réponse uniforme de la matrice.
- Définir le temps d'intégration optimal de la gamme de température.

La caméra peut intégrer entre 1000 μs et 20 μs de façon optimale pour des températures comprises entre 5 et 300°C. Pour un temps d'intégration donné, il est possible de balayer une plage de température de 100°C environ. L'abaque correspondante pour le filtre 50 mm est donnée dans l'annexe B du manuscrit. En pratique, le temps d'intégration est ajusté automatiquement par le logiciel de pilotage.

3.2.2.2 Mode multi-intégration

Pour augmenter l'amplitude de la plage de température balayée, plusieurs courbes d'étalonnage sont nécessaires. Ainsi, pour un corps noir dont la température varie entre 0 et 300°C, la caméra peut effectuer plusieurs mesures en parallèle du flux émis, avec, pour chacune, un temps d'intégration spécifique et une gamme de température donnée. Elles sont ensuite combinées en un seul enregistrement final, scannant toute la plage de température.

3.2.2.3 Hautes températures

Pour les températures « hautes », de 300°C à 1500°C, le flux émis sur tout le spectre du détecteur est élevé et sature les pixels même pour les temps d'intégration minimum (Figure 4.13). Il est donc possible de placer un filtre monochromatique devant le détecteur de la caméra qui sélectionnera uniquement le flux émis autour de 4 μm . Ce dernier est positionné sur un élément rotatif interne à la caméra et sa mise en place est pilotée à partir du logiciel d'acquisition. La rotation de l'ensemble dure environ 1 seconde. Il n'est donc pas possible d'enregistrer simultanément, pour une même expérience transitoire, le flux émis avec et sans filtre monochromatique.

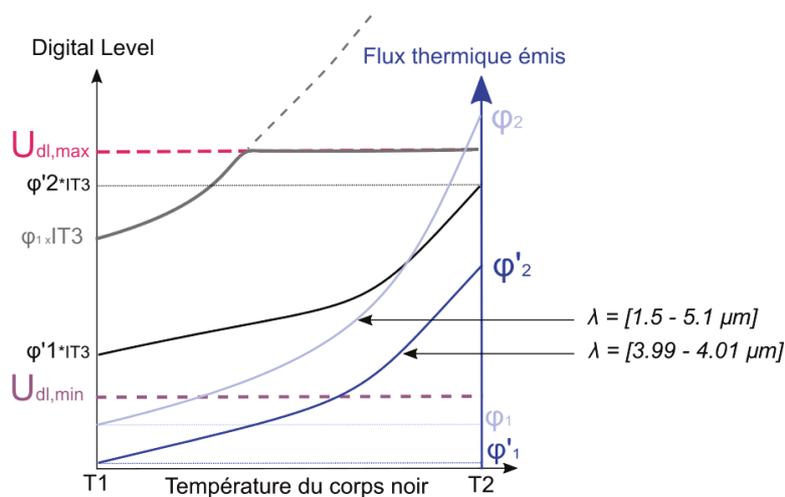


Figure 4.13 : Emploi d'un filtre restreint autour de 4 μm .

Le seuil de 300°C est donc critique pour l'utilisation de la caméra. Dans la mesure du possible dans la suite, on veillera à ne pas le dépasser.

3.2.2.4 Fréquence d'acquisition

Du fait de la rapidité du temps de chauffage (environ 25 ms), il est nécessaire d'adapter la fréquence d'acquisition. On cherche alors à travailler avec la plus grande fréquence d'acquisition possible.

La fréquence d'acquisition maximale est d'abord limitée par le temps d'intégration IT , qui dépend de la sensibilité du capteur et de la température mesurée comme nous l'avons déjà évoqué. Elle est ensuite limitée par la bande passante du système d'acquisition, ainsi que la taille de la zone observée. Pour travailler en pleine image (320 * 240 px soit 97.92 mm * 77.4mm) entre 15 et 100°C la fréquence maximale possible est de 383 Hz (Figure 4.14). En réduisant la taille de celle-ci par 4 (64*80 px soit 24.48 mm * 19.58 mm), la fréquence d'acquisition maximal avoisine 4 kHz. Néanmoins, en augmentant l'amplitude de la gamme de température avec le mode d'intégration multiple, cette dernière chute à 1.2 kHz.

Cette dernière configuration est adoptée pour la suite.

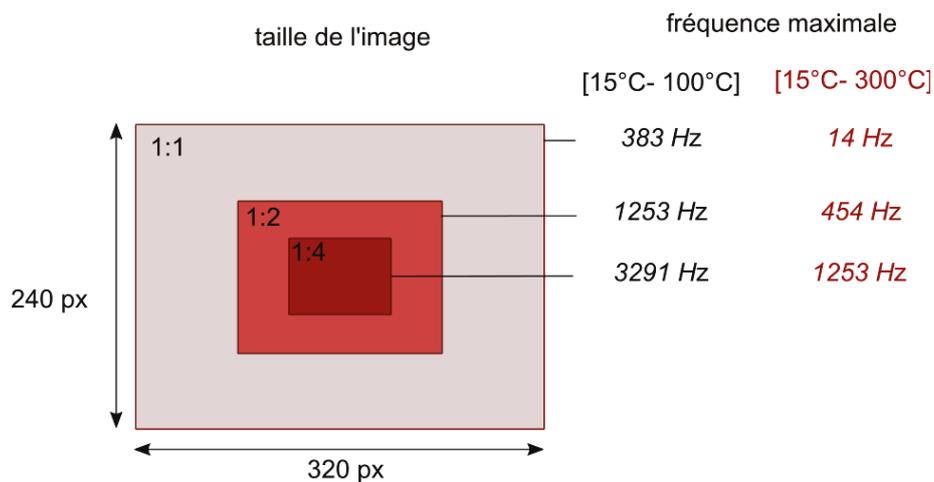


Figure 4.14 : Fréquence maximale possible en fonction de la taille de la zone de mesure.

Les conditions de d'acquisition finales sont résumées dans le Tableau 4.5.

Tableau 4.5 : Caractéristiques de mesure de la caméra thermique.

Caractéristiques	Valeur
Format de l'image maximale	64 * 80 px / 24.48 mm * 19.58 mm
Gamme spectrale	1.5 – 5.1 μm

Gamme de température	15°C – 300°C
Fréquence d'acquisition	1.2 kHz

3.3 Régulation thermique du bâti

La partie inférieure du bâti est instrumentée d'un fil chauffant régulé en température par P.I.D à partir de la mesure d'un thermocouple plongé entre les fils. Dans la suite, on cherche à valider le dimensionnement du fil chauffant. Pour des consignes de température imposées par le régulateur entre 100 et 400°C, on compare la mesure de température dans les thermocouples proches de la surface lorsque l'état stationnaire est établi (Figure 4.15). On vérifie ainsi, d'une part, la capacité de l'élément chauffant à atteindre des températures élevées. En effet, on mesure une température de 380°C à 250 μm de la surface pour une consigne de 400°C. Par ailleurs, il apparaît que l'isolation thermique est performante. En effet, d'après les températures mesurées par les thermocouples aux positions extrêmes, les pertes thermiques sur les faces latérales sont faibles et ne varient pas avec la température. En calculant la différence relative avec la température mesurée au centre, on estime les pertes thermiques δ_{th} sur les faces latérales à respectivement :

- $x = -4.25 \text{ cm}$; $\delta_{th} = 1.6 \%$
- $x = 4.5 \text{ cm}$; $\delta_{th} = 1.5 \%$

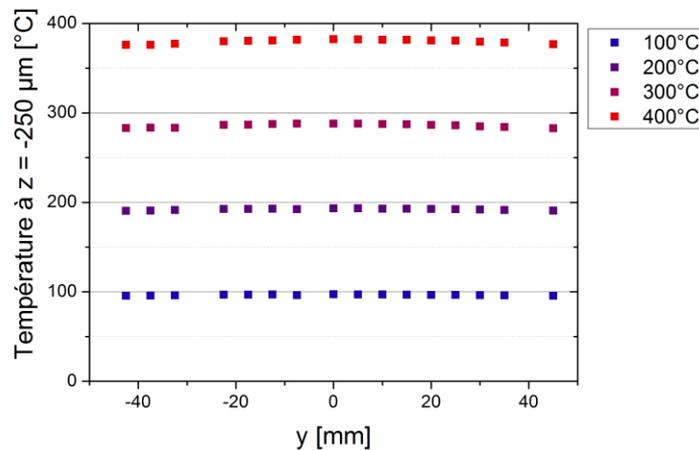


Figure 4.15 : Température mesurée par les thermocouples à 250 μm de la surface le long de l'axe (O,y) pour différentes températures imposées dans le fil chauffant.

4. Caractérisation de la source laser

A l'inverse des systèmes lasers traditionnels produisant à travers un milieu actif un unique rayon de haute puissance, le principe des lasers à diode, dont un schéma est fourni sur la Figure 4. 16, repose sur la combinaison de nombreux faisceaux individuels de faible densité. Chaque faisceau est produit par un barreau composé de micro-puces de semi-conducteurs. Lorsqu'il est alimenté par un courant électrique un premier faisceau de puissance $P_{\max, \text{unité}}$ est généré par la recombinaison des paires électron-trou. Pour augmenter la puissance totale P_{\max} , les barreaux sont d'abord assemblés en piles compactes (Figure 4. 16, (1)), qui sont elles-mêmes associées ensuite pour composer la diode laser finale. Le module complet LDM 2000 -60 comprend quatre piles indépendantes qui sont d'abord couplées par paire par polarisation, puis par longueur d'onde (Figure 4. 16, (2) & (3)).

Le faisceau laser final est constitué de longueurs d'ondes uniformément réparties entre 900 et 1100 nm, et est transporté à l'aide d'une fibre optique (Figure 4. 16, (4)) vers un groupe optique d'homogénéisation afin d'être mis en forme.

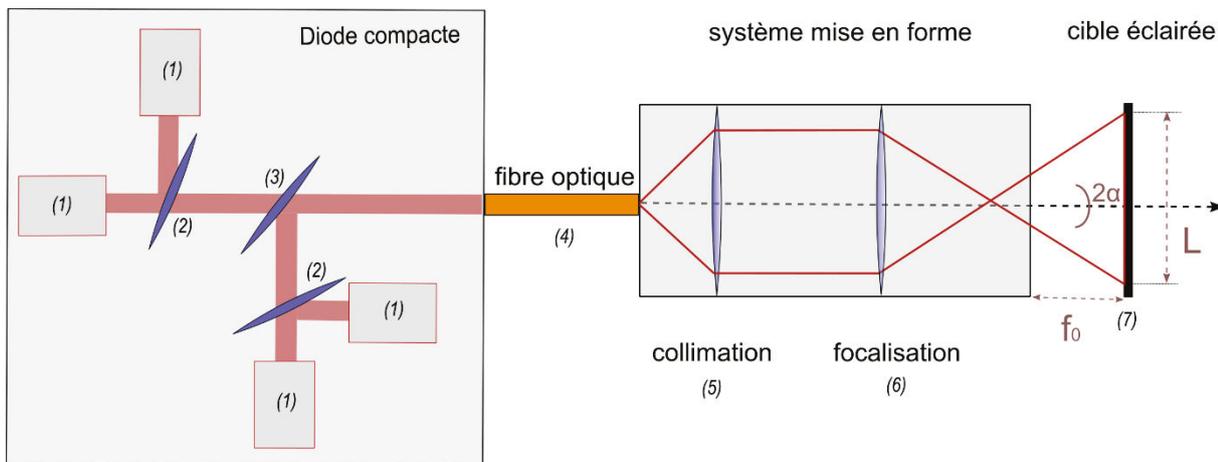


Figure 4. 16 : Représentation schématique des différentes étapes de mise en forme du faisceau.

De là, le faisceau est collimaté par une microlentille puis une lentille cylindrique perpendiculaire (Figure 4. 16, (5)). Puis une lentille de focalisation située en aval (Figure 4. 16, (6)) regroupe le faisceau doublement collimaté en un spot homogène (Figure 4. 16, (7)) de la forme souhaitée à la distance de travail f_0 , définie par rapport à la sortie du système optique. Dans cette étude, le faisceau laser cylindrique est transformé en carré de dimension 12 mm x 12 mm à une distance focale de 150 mm.

Pour les diodes infrarouges, le flux entrant dans l'optique d'homogénéisation est de forme circulaire avec une répartition gaussienne. Après mise en forme, la densité de flux décroît donc également en approchant des bords du spot généré. Il est alors nécessaire d'évaluer la forme réelle de répartition du flux sur la zone éclairée. Par

ailleurs, le faisceau est divergent à la sortie du système optique. L'intensité de la zone illuminée décroît donc avec la distance de travail selon l'axe du laser.

Au final, la distribution du flux en surface doit être établie en fonction de l'angle d'incidence du laser et de la distance de travail.

4.1 Etalonnage en amplitude du flux du laser

A l'aide du capteur de flux implémenté dans le bâti instrumenté, une nouvelle courbe d'étalonnage de la valeur du flux surfacique au centre du spot laser est réalisée. Pour cela, la surface du bâti est éclairée pendant 30 ms pour des consignes de puissance de 10 à 80 % de la puissance maximale. La Figure 4.17a) représente le flux mesuré (ligne pleine) pour des échelons de consigne (en % de la puissance maximale) (trait tiret). Du fait de la sensibilité de l'algorithme au changement de pente rapide, le flux est surestimé aux premiers instants. La valeur du flux notée φ_C est donc relevée sur le plateau entre 15 et 30 ms pour chaque consigne. Les résultats en fonction de la consigne sont représentés dans la Figure 4.17b)

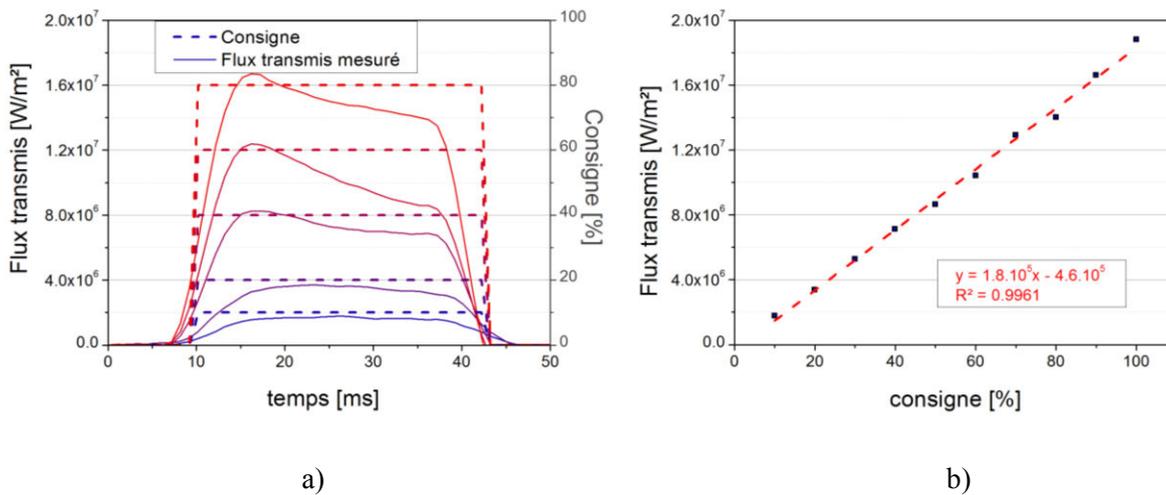


Figure 4.17 : a) Flux mesuré et échelon de consigne dans le temps ; b) Flux moyen mesuré en fonction de la consigne.

Finalement, on obtient la loi de conversion suivante entre une consigne de 10 % et le flux sortant φ_0 :

$$10 \% = 1.8 \text{ MW} \cdot \text{m}^{-2} \quad (4.21)$$

4.2 Caractérisation de la zone irradiée

4.2.1 Divergence du faisceau

La diode laser est équipée d'un pointeur visible permettant de visualiser et d'ajuster le positionnement de la source. En traversant le système optique le faisceau, de longueur d'onde 640 nm, subit les mêmes transformations en spot carré.

Une cible graduée est positionnée transversalement au trajet du faisceau. La divergence du faisceau est alors évaluée en mesurant l'évasement de la tâche laser L pour différentes positions d de la cible par rapport à la sortie du système optique (Figure 4. 18).

Au final, à partir de la pente, on mesure la divergence α_{div} suivante :

$$\alpha_{div} = \sin^{-1}(0.037) \quad (4.22)$$

$$\alpha_{div} = 2.12^\circ \quad (4.23)$$

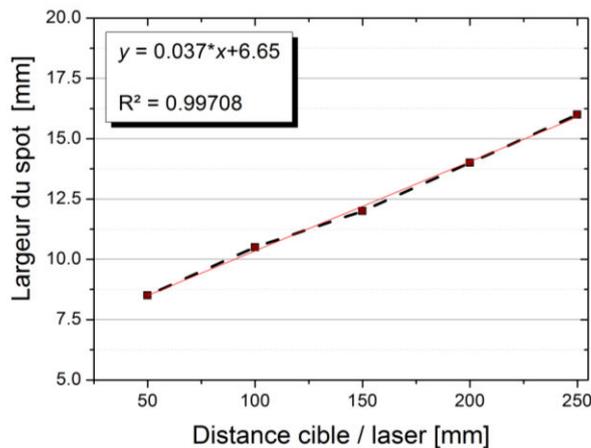


Figure 4. 18 : Mesure de la largeur du spot laser en fonction de la distance optique / cible.

L'ordonnée à l'origine non-nulle de la régression linéaire correspond à la position du point où focalise le faisceau dans le système optique de mise en forme (voir Figure 4. 16).

4.2.2 Paramètres de la fonction top-hat

En incidence normale, la répartition du flux $\varphi(x, y)$ le long de la zone irradiée adopte une distribution en « top-hat » ou fonction chapeau. La densité de flux est maximum au centre (0,0), relativement constante dans la partie centrale, puis décroît rapidement sur les bords. La distribution normalisée $\overline{\varphi(x, y)}$ du flux peut donc être décrite avec la formulation mathématique suivante :

$$\bar{\varphi}(x, y) = \frac{\varphi(x, y)}{\varphi(x=0, y=0)} = \exp\left(-\left(\frac{x^2 + y^2}{\sigma}\right)^n\right) \quad (4.24)$$

Avec σ et n les paramètres à identifier, décrivant respectivement l'évasement et la largeur de la zone de transition.

Pour cela, une plaque en acier inoxydable de dimensions 100 mm x 50 mm x 1 mm est placée sur le bâti instrumenté (Figure 4.19) et recouverte de peinture graphite (Graphite 33 Kemi) à forte émissivité, égale à 0,91. Il est à noter que le fluxmètre n'est pas employé pour cette étude, le bâti servant uniquement de support. Le laser est positionné en incidence quasi-normale $\theta = 10^\circ$. La surface de la plaque est illuminée pendant 10 ms avec 10 % de la puissance. Ce temps de chauffage permet d'estimer une longueur de diffusion thermique de l'ordre de 10 μm au maximum, ce qui aux vues des résultats discutés plus loin (Figure 4.20) est largement négligeable devant la taille caractéristique des inflexions de la fonction top-hat recherchée.

Le temps de chauffage court permet de maintenir le flux 1D et de limiter la diffusion sur les bords de la tâche. Le matériau étant homogène dans le sens transverse, la distribution du flux en surface est reliée à l'élévation de température en surface par la relation :

$$\rho Cp \Delta T(x, y) = E = \frac{\varphi(x, y)}{\Delta t} \quad (4.25)$$

Les paramètres ρ et Cp étant constants sur cette plage de température, les distributions surfaciques de flux et de températures sont identiques aux premiers instants :

$$\Delta \bar{T}(x, y) = \bar{\varphi}(x, y) \quad (4.26)$$

Avec
$$\Delta \bar{T}(x, y) = \frac{\Delta T(x, y)}{\Delta T(x=0, y=0)} \quad (4.27)$$

Les paramètres σ et n sont identifiés à partir de la répartition normalisée de la distribution de température.

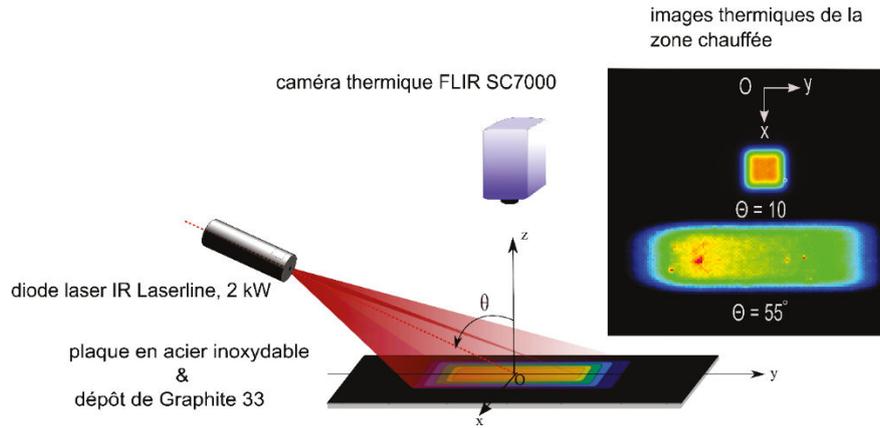


Figure 4.19 : Schéma du montage de caractérisation de la distribution.

4.2.3 Modélisation de la distribution surfacique angulaire

Lorsque l'angle d'incidence θ de la source augmente, la zone éclairée adopte une forme trapézoïdale du fait de la divergence du faisceau, et donc un déséquilibre de la distribution du flux. Afin de prendre en compte l'évolution angulaire, la formulation suivante est adoptée :

$$\bar{\varphi}(X, Y, Z) = \frac{1}{1 - \frac{Y}{L} \cos(\theta)} \exp\left(-\left(\left(\frac{X}{\sigma(Z)}\right)^n + \left(\frac{Y \sin(\theta)}{\sigma(Z)}\right)^n\right)\right) \quad (4.28)$$

Alors, le flux surfacique en chaque point s'écrit:

$$\varphi(X, Y, Z, \theta) = V * \varphi_0 * \bar{\varphi}(X, Y, Z) * \cos(\theta) \quad (4.29)$$

Avec V la tension d'entrée en consigne et φ_0 le flux au point central (0,0,0).

Au final :

$$\varphi(X, Y, Z, \theta) = \frac{V * \varphi_0 * \cos(\theta)}{1 - \frac{Y}{L} \cos(\theta)} \exp\left(-\left(\left(\frac{X}{\sigma(Z)}\right)^n + \left(\frac{Y \sin(\theta)}{\sigma(Z)}\right)^n\right)\right) \quad (4.30)$$

La validité de la distribution $\bar{\varphi}(X, Y, Z)$ normalisée est évaluée pour différents angles d'incidence en répétant la procédure décrite en 4.2.2. L'ensemble des combinaisons de paramètres obtenues est donné dans le Tableau 4.6. On observe une très bonne convergence sur la valeur de σ : le modèle décrit donc correctement l'étalement de la source avec l'angle d'incidence.

Tableau 4.6 : Paramètres n et σ estimés à partir du modèle (4.30) pour chaque angle d'incidence.

Angle (°)	σ	n	Angle (°)	σ	n
10	0.006	7.5	45	0.005	5.0

20	0.006	8	50	0.006	5.8
30	0.006	6.4	55	0.005	4.5
40	0.005	5.3	60	0.005	4.3

En revanche, l'estimation de la puissance n est davantage variable. Celle-ci découle de la plus faible sensibilité des distributions spatiales de températures à ce paramètre. n décrit en effet la rapidité de chute de température aux extrémités du spot éclairé. Sa caractérisation nécessite donc une résolution spatiale élevée. De plus, le changement de pente devenant moins abrupte en incidence rasante, la sensibilité à n s'amointrie encore d'avantage. Ainsi, dans la suite, on garde la valeur de la puissance estimée en incidence quasi-normale (10°). Sur la Figure 4.20, les profils de distribution de flux selon l'axe (O,y) pour deux angles d'incidence montrent la bonne corrélation entre les données expérimentales et le flux modélisé avec les paramètres $\sigma = 0.006$ et $n = 7.5$. Cette bonne adéquation a pu être vérifiée pour toute la plage d'angles d'incidence entre 10° et 60° .

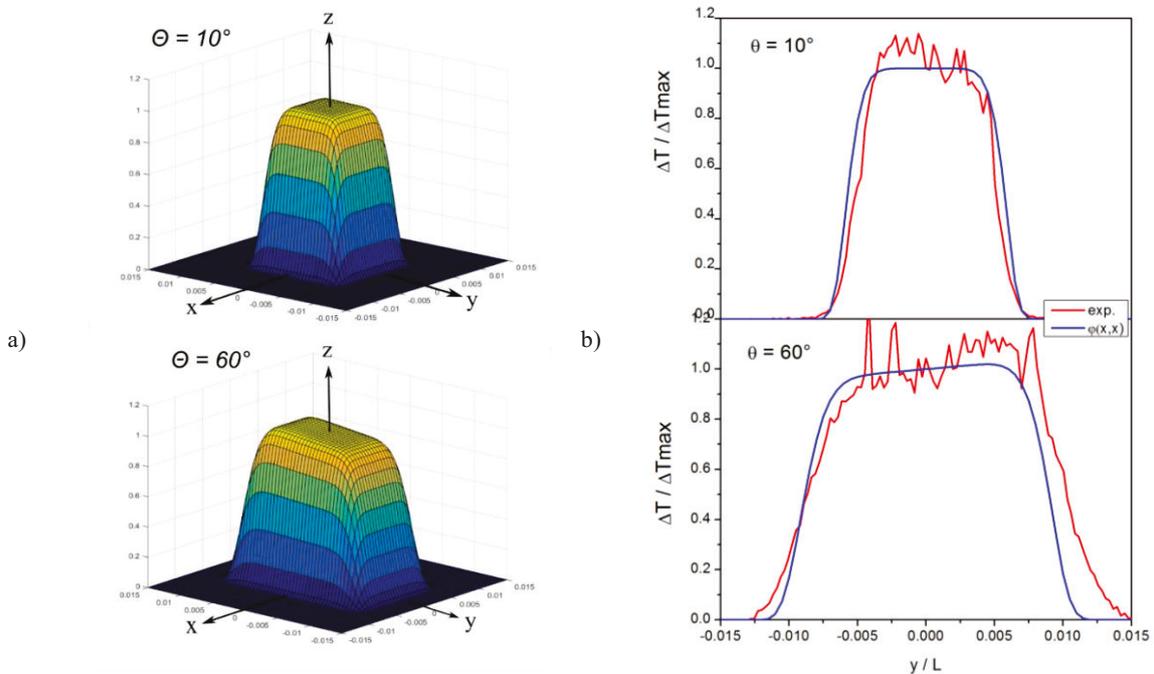


Figure 4.20 : (a) Modélisation de la distribution spatiale de la source laser ($\sigma = 0.006$ et $n = 8$) (b) comparaison aux profils mesurés expérimentalement en thermographie infra-rouge à 10 ms de chauffage.

5. Validation des performances : répétabilité et dispersion

En amont du calcul des grandeurs d'intérêt présentées ci-dessus, il est nécessaire d'évaluer les performances de l'instrument de mesure développé. Tout d'abord, la répétabilité des mesures sur un même échantillon permet de caractériser la divergence des instruments de mesure dans le temps. Puis la dispersion des résultats, sur

différents échantillons cette fois, établit l'erreur d'erreur sur les grandeurs évaluées. Pour cela, le schéma d'expérience décrit dans le Tableau 4.7 sera conservé pour chaque essai.

Tableau 4.7 : Schéma d'expérience.

Paramètres	Valeur
Temps de chauffage	25 ms
Inclinaison du laser	10°
Consigne [%] / Flux au centre	10 % / 1.8 MW.m ²

Les paramètres ont été sélectionnés afin de chauffer la surface du matériau composite sans que celui-ci dépasse le seuil de 300°C. Cette condition permet de maintenir la matrice en dessous de son point de fusion et le chauffage des plis est ainsi réversible. La mesure de température est analysée dans un premier temps, puis le flux thermique.

5.1 Température de surface

Répétabilité d'une mesure

Tout d'abord, on s'intéresse à la dispersion de la mesure de température sur un même échantillon chauffé quatre fois consécutives dans les mêmes conditions. Sur les Figure 4.21 a) et b), on donne les élévations de température de surface mesurées pour, respectivement, le pli composite de référence n°1 et pour le second pli n°2. Chaque courbe représente la température moyenne dans le temps de la partie centrale de la zone éclairée, de dimensions 5 mm * 5 mm, et indiquée sur les thermogrammes en encart. Le temps de chauffage par le laser est renseigné sur les graphiques de la Figure 4.21

Composite n°2

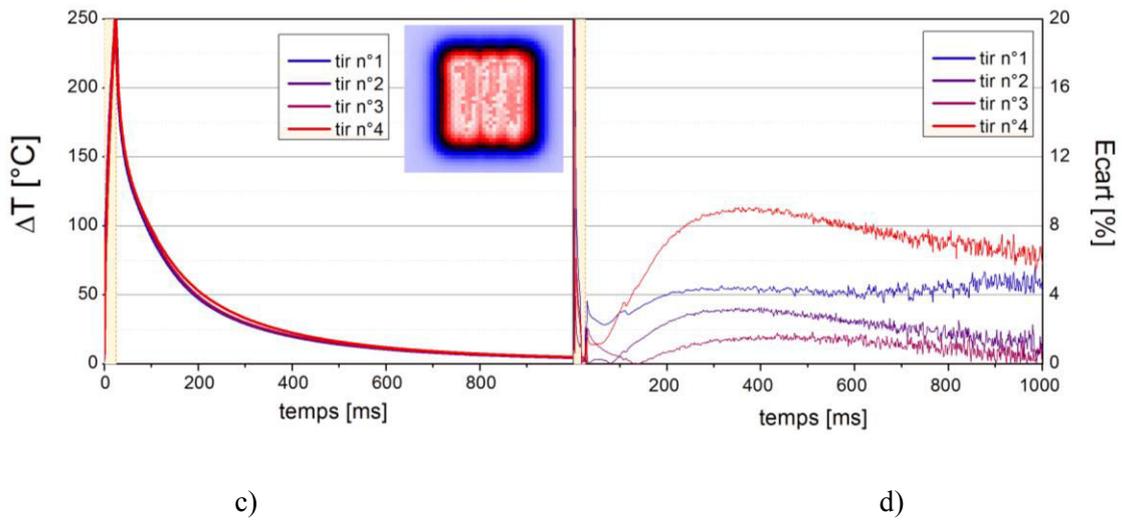
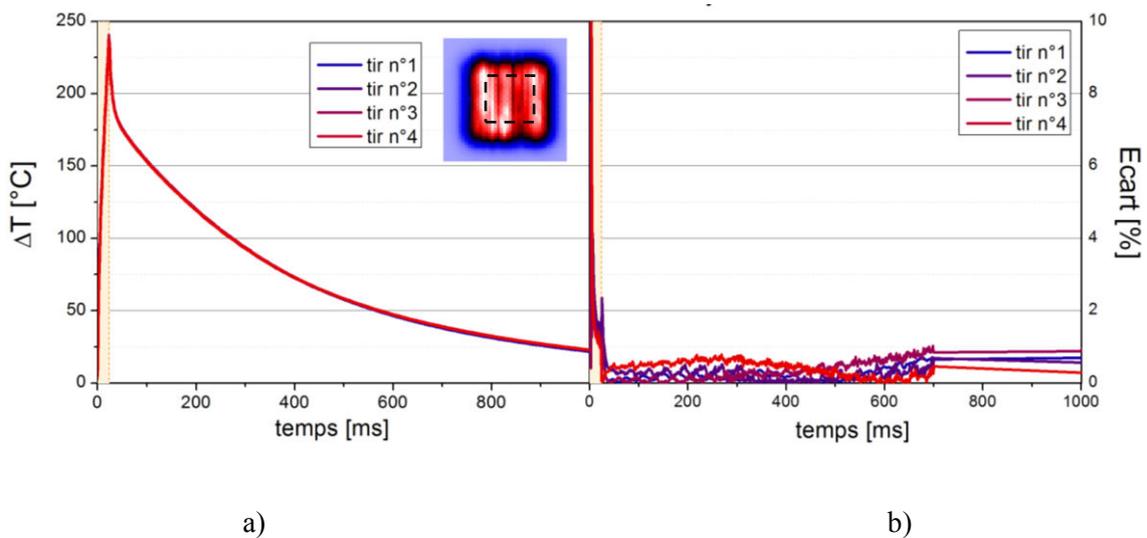


Figure 4.21 à l'aide par une zone de couleur jaune. Pour chaque essai, la température est relevée à la fin de cette zone de chauffage. Sur les Figure 4.21 c) et d), l'écart relatif par rapport à l'élévation de température moyenne sur les quatre tirs est donnée pour chaque essai sur les échantillons n°1 et n°2 respectivement.

On observe que la dispersion sur les mesures est restée inférieure à 2 % pour le matériau composite n°1 tandis qu'elle augmente jusqu'à 8 % pour le matériau composite n°2. On s'intéresse en particulier à la dispersion des mesures de répétabilité sur la température moyenne de surface atteinte en fin de chauffage (Tableau 4.8). Les divergences de 0.9 % et 0.8 % pour les matériaux n°1 et n°2 respectivement indiquent que la caméra thermique fournit bien le même résultat pour des conditions inchangées.

Composite n°1 (référence)



Composite n°2

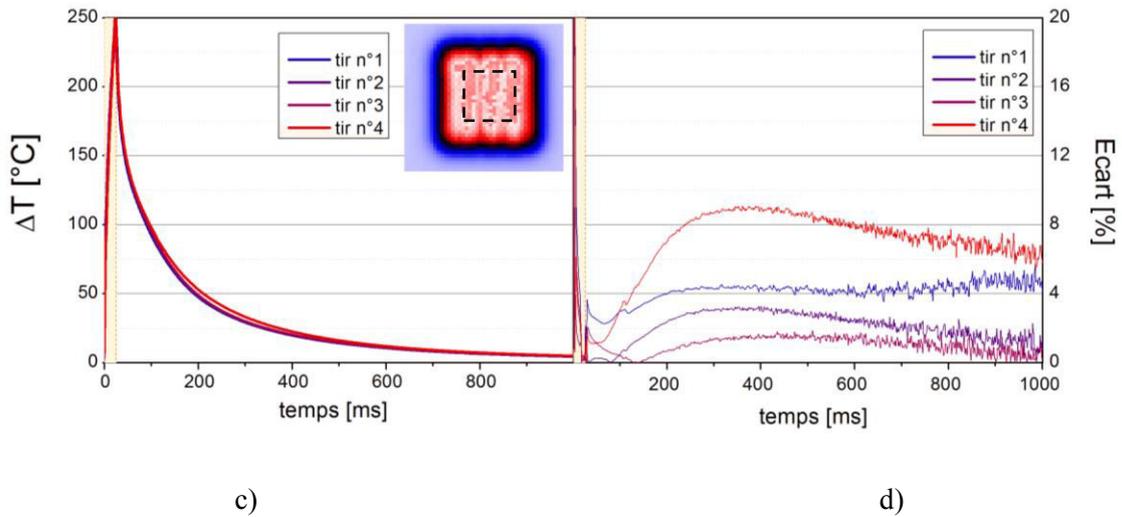


Figure 4.21 : Elévation de température moyennée sur la surface du spot éclairée pour 4 tirs successifs a) composite n°1 (référence); b) composite n°2 ; Ecart type par rapport à l'élévation moyenne de température à la surface c) composite n°1 (référence); d) composite n°2.

Tableau 4.8 : Dispersion de l'élévation de température en surface matériaux composites n°1 (référence) et n°2.

Fournisseur	Nombre d'échantillon	Nombre de tirs	ΔT max [°C]	Variabilité [%]
Composite n°1 (référence)	1	4	238°C +/- 2.3°C	0.9
Composite n°2	1	4	246°C +/- 2.1°C	0.8

Variabilité des échantillons

On évalue cette fois la variabilité de la mesure sur cinq échantillons différents de chaque type de matériau. Dans ce cas, les disparités entre les mesures peuvent provenir à la fois de la dispersion des états de surface des matériaux mais aussi de paramètres extérieurs tels que la mise en place de l'échantillon sur le bâti. Les élévations de température de surface moyennées sur les cinq échantillons des matériaux n°1 et n°2 sont représentées sur la Figure 4.22, de 0 à 700 ms (a) et de 0 à 50 ms (b). D'après les résultats, il apparaît que la dispersion entre les essais est relativement faible pour un matériau donné. Cette observation confirme la validité et la robustesse de la mesure de température. En répétant l'essai sur un grand nombre d'échantillons, la mesure converge donc vers un comportement moyen caractéristique de chaque type de pli.

Tableau 4.9 : Dispersion de l'élévation de température en surface matériaux composite n°1 (référence) et n°2.

Fournisseur	Nombre d'échantillon	Nombre de tirs	ΔT max [°C]	Variabilité [%]
Composite n°1 (référence)	5	1	236 °C +/- 5°C	2.11
Composite n°2	5	1	246 °C +/- 2.27°C	0.9

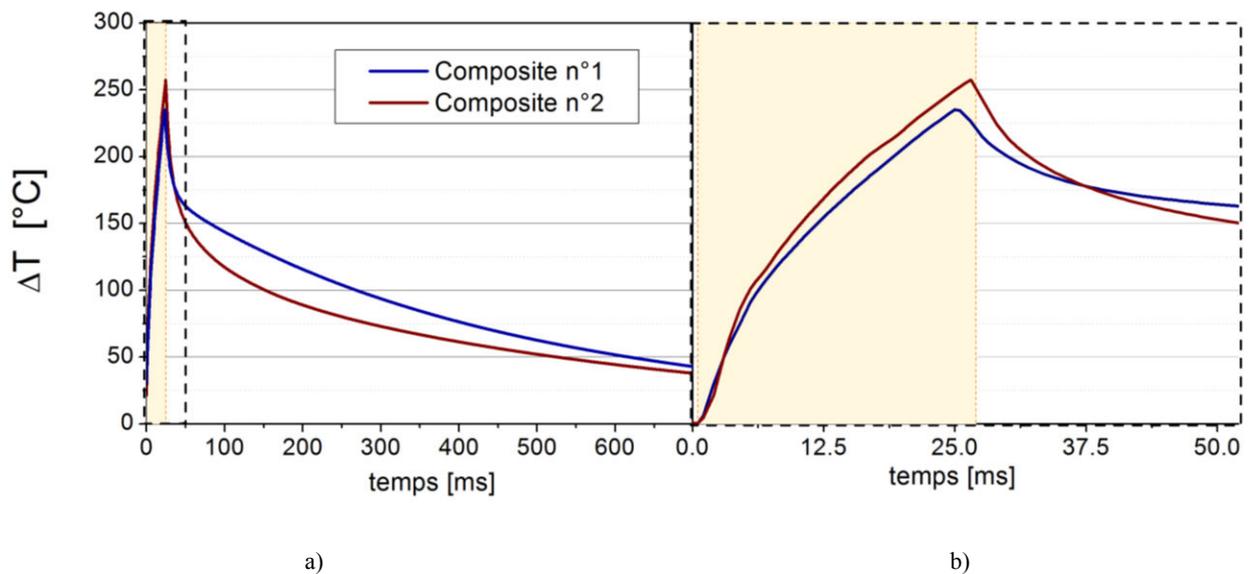


Figure 4.22 : Elévation de température moyenne de surface moyennée sur cinq échantillons pour les matériaux composites n°1 (référence) et n°2; (a) : de 0 à 700 ms ; (b) : zoom entre 0 et 50 ms.

Il apparaît alors que, en dépit de leurs propriétés optiques et de leur composition identiques, les comportements thermiques moyens en surface de chaque pli diffèrent, notamment sur lors du refroidissement. L'analyse des températures de surface fait l'objet du chapitre n°5.

On remarque également, qu'au cours du chauffage de 25 ms, les températures moyennes en surface s'élèvent à 270°C. Or, la face inférieure des plis est en contact avec le bâti en acier, qui est lui maintenu à 20°C. La diffusivité thermique du matériau dans l'épaisseur étant faible, la différence de température entre les deux faces du pli est importante aux premiers instants. La disparité d'état thermique entre les faces inférieures et supérieures est susceptible d'induire des déformations thermomécaniques et un décollement du pli, lors du chauffage. Cette hypothèse est étudiée dans la suite avec une mesure de déplacement selon l'axe (O,z) du banc.

5.2 Mesure du déplacement relatif

La mesure de déplacement est effectuée avec la configuration présentée en 2.3.5. Le détecteur enregistre l'élévation verticale du profil (O, x). La puissance du laser a été préalablement sélectionnée afin que la

température de surface atteint également 270°C pour un chauffage de 25ms, soit 20 % du flux laser (3.6 MW/m²).

Un déplacement relatif de 470 μm est effectivement mesuré à l'aide du capteur (Figure 4.23). Le contact est pleinement retrouvé au bout de 38 ms. Aucun mouvement additionnel du centre n'est détecté par la suite, amenant à la conclusion que le contact est bien statique.

L'origine du décollement du pli peut être reliée à la dilatation thermique de la matrice PEEK en surface du pli chauffé.

La mesure effectuée ici n'a qu'une valeur qualitative permettant de valider l'hypothèse de décollement du pli. L'amplitude du déplacement relatif est liée à la taille de la surface éclairée. Pour connaître l'allure du déplacement en incidence normale, l'étude devra être complétée par une simulation numérique du problème thermomécanique mais cette analyse ne sera pas menée dans le cadre de ce travail.

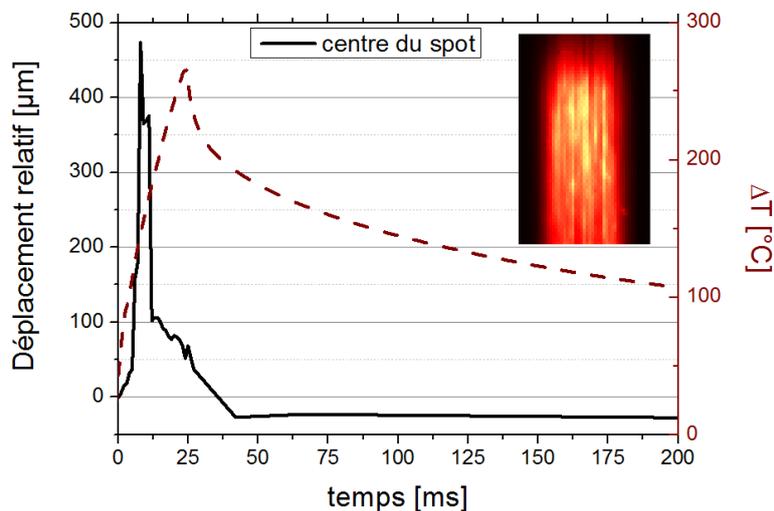


Figure 4.23 : Déplacement relatif et élévation de température du centre de du spot pendant le chauffage ; les deux mesures sont réalisées séparément.

5.3 Flux thermique transmis

Une analyse de dispersion similaire à l'étude 5.1 est menée sur la mesure du flux thermique transmis par le pli. Au préalable, un filtrage additionnel doit être apporté à la mesure du capteur de flux. L'influence de la fréquence de coupure est traitée dans une analyse préliminaire.

Fréquence de coupure

Le passage du flux dans l'épaisseur du pli composite diminue fortement son amplitude et sa dynamique. Ainsi, la mesure du flux transmis en face arrière du pli est très sensible au bruit. Pour diminuer le bruit de mesure, un

filtre passe-bas est appliqué à la fin de l'algorithme séquentiel. La fréquence de coupure doit être sélectionnée de telle sorte à ne pas altérer la dynamique du signal.

Sur la Figure 4.23, le flux transmis mesuré en face arrière lors d'un essai sur un pli du composite de référence est post-traité avec plusieurs fréquences de coupure f_c du filtre passe-bas. La diminution de f_c diminue le bruit de mesure mais créer un biais lors de la variation rapide du flux thermique aux premiers instants. Dans la suite, la valeur de la f_c est fixée à 100 Hz qui semble être un compromis satisfaisant pour diminuer le bruit de mesure sans perdre la dynamique du signal entre 0 et 50 ms.

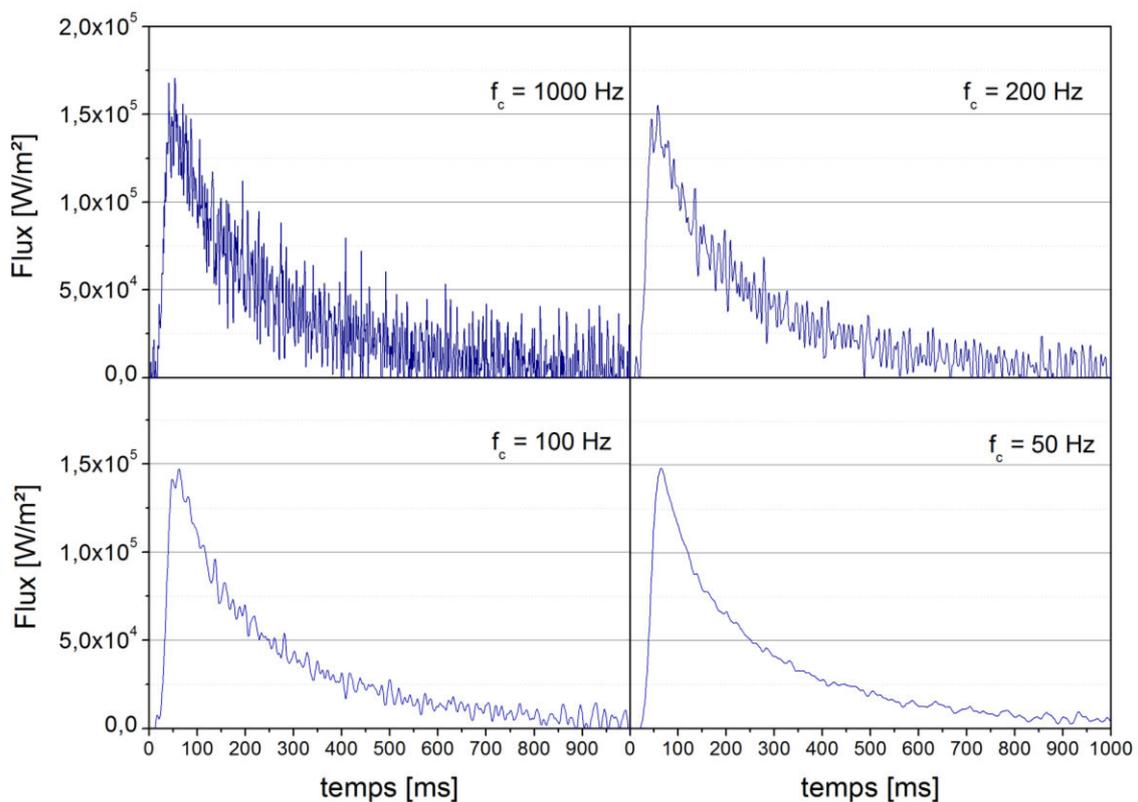


Figure 4.24 : Influence de la fréquence de coupure sur la mesure du flux transmis en face arrière d'un pli composite n°1 (référence).

Répétabilité de la mesure

Les Figure 4.25 a) et c) montrent les flux mesurés pour quatre tirs consécutifs sur les plis composites n°1 et n°2 respectivement. On observe que les mesures sont identiques sur les quatre essais. Comme précédemment, l'écart relatif par rapport au flux moyen mesuré sur les quatre tirs est calculé. On observe sur les Figure 4.25 b) et d) que l'écart relatif est important dans les premiers instants de l'essai, tant que la valeur moyenne du flux est nulle. Puis jusqu'à 500 ms, l'écart est inférieur à 10 %. Sa valeur augmente ensuite car l'amplitude des flux mesuré diminue et donc le ratio signal / bruit augmente. La mesure est donc moins précise.

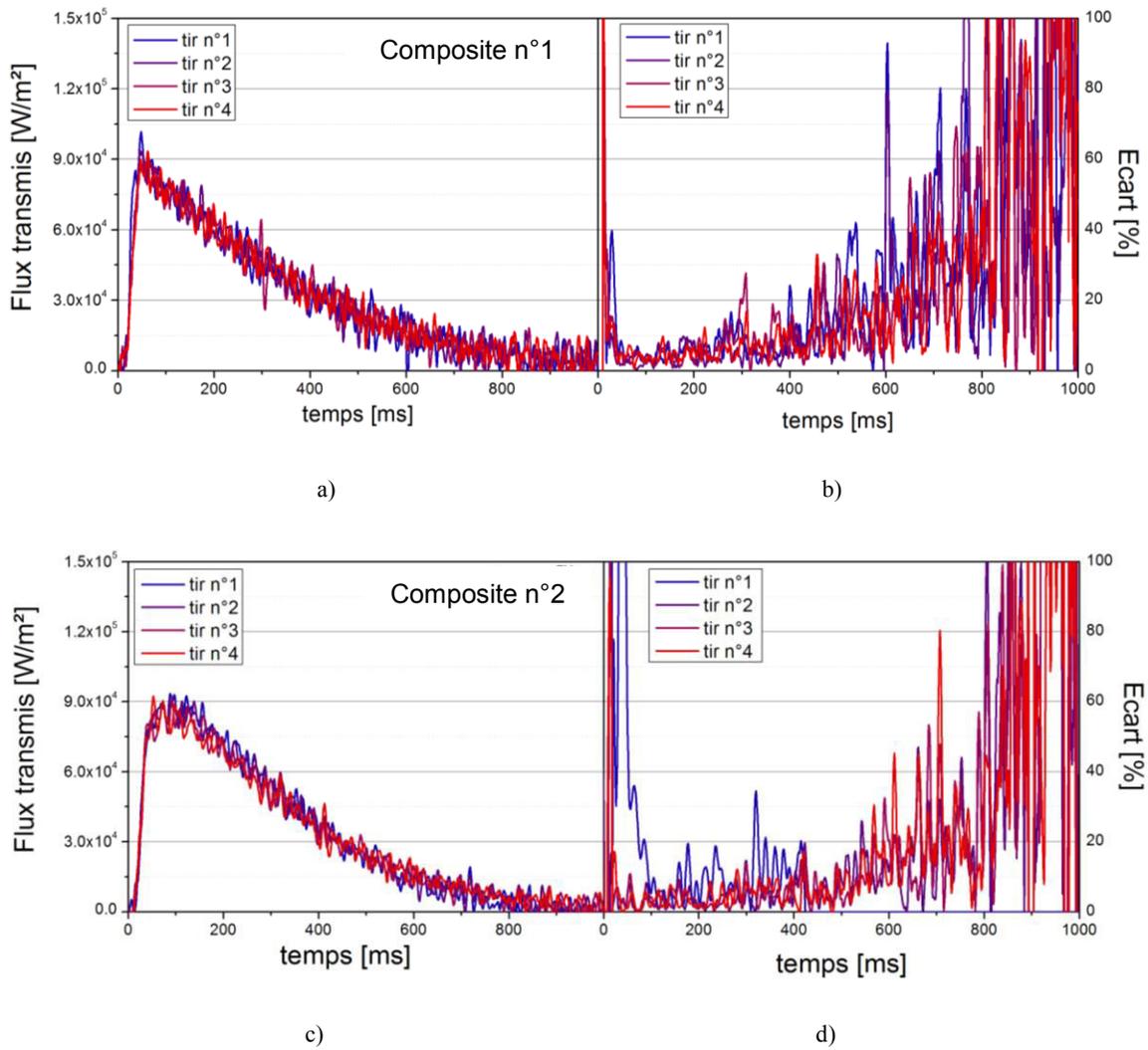


Figure 4.25 : Mesure du flux transmis et écart relatif par rapport au flux moyen pour quatre tirs consécutifs sur les matériaux n°1 (a et c) et n°2 (b et d).

Pour diminuer l'effet du bruit de mesure sur le calcul de la dispersion, les flux mesurés sont intégrés dans le temps, et on compare les énergies surfaciques obtenues (Tableau 4.10). La dispersion sur la mesure de l'énergie surfacique est alors estimée à 1 %. Le niveau de répétabilité de la mesure du flux thermique est donc très satisfaisant. Le capteur de flux développé spécifiquement pour ce dispositif est donc capable de mesurer sur des temps courts des flux bruités d'intensité moyenne avec une faible dispersion. La mesure de flux est donc caractéristique du contact entre l'échantillon et le bâti instrumenté.

Tableau 4.10 : Dispersion de l'énergie surfacique transmise pour les matériaux composites n°1 (référence) et n°2.

Fournisseur	Nombre d'échantillon	Nombre de tirs	$E_{transmise}$ [J/m ²]	Variabilité [%]
Composite n°1 (référence)	1	4	33 922 (+ / -) 1 708	1
Composite n°2	1	4	33 113 (+ / -) 1 688	1

Dispersion plusieurs échantillons

Comme précédemment, le flux thermique a été mesuré lors d'essais sur cinq échantillons différents. La mesure est alors particulièrement sensible à la qualité du contact entre les plis et le bâti. La Figure 4.26 montre les flux moyennés sur les cinq échantillons de chaque matériau. La dispersion entre les mesures respectives est une nouvelle fois analysée à travers l'énergie surfacique transmise (Tableau 4.10). Pour les deux types de pli, la variabilité est maintenue à des niveaux d'incertitude acceptable (5.4 et 2 %). L'instrument de mesure développé permet donc de mesurer le flux transmis en face arrière spécifique à chacun des matériaux. Il apparait une nouvelle fois, que les flux moyens de deux plis diffèrent en termes d'amplitude et de vitesse de diffusion malgré la similarité a priori de ces derniers. L'analyse de ces divergences sera menée dans le chapitre n°5.

Tableau 4.11 : Dispersion de l'énergie surfacique transmise pour les matériaux composites n°1 (référence) et n°2.

Fournisseur	Nombre d'échantillon	Nombre de tirs	$E_{transmise}$ [J/m ²]	Variabilité [%]
Composite n°1 (référence)	5	1	31 088 (+ / -) 309	5
Composite n°2	5	1	35 111 (+/-) 870	2.4

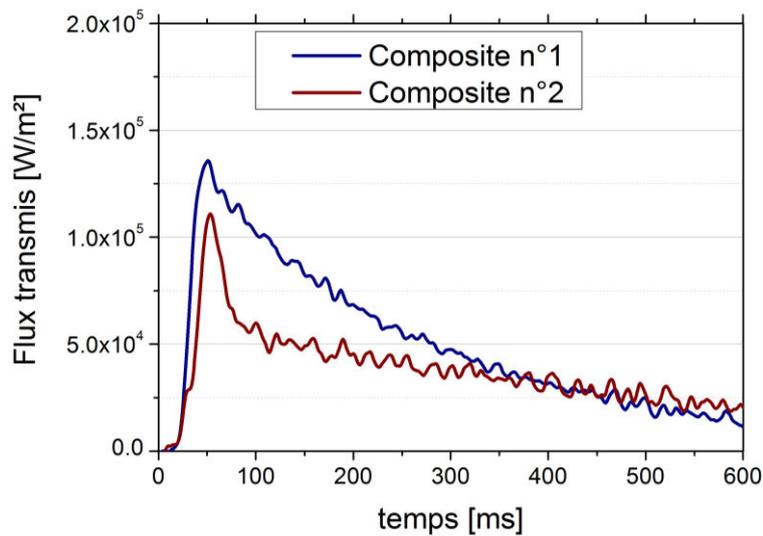


Figure 4.26: Flux transmis moyenné sur cinq échantillons pour les matériaux composites n°1 (référence) et n°2.

6. Conclusion partielle

Afin d'étudier les transferts thermiques à l'échelle d'un pli composite pré-imprégné lors de son chauffage par une diode laser infrarouge, un dispositif complet de caractérisation a été mis au point. Ce dernier permet de mesurer simultanément la température de surface du pli et le flux transmis en face arrière au cours du chauffage. De plus, l'angle du laser est ajustable de 10 à 60° par rapport à la normale à la surface du pli.

Nous avons montré la capacité du système de mesure à effectuer des mesures de températures et de flux sur des temps courts avec une bonne sensibilité. Pour cela, la calibration de la caméra thermique mesurant la température de surface a été adaptée. La configuration finale permet d'enregistrer les élévations de température de surface sur une gamme de température de 0 à 300°C avec une fréquence de 1.2 kHz. D'autre part, une modification a été apportée à l'algorithme séquentiel associé au capteur de flux implanté dans le bâti métallique. En effet, en dépit du soin apporté au soudage des thermocouples, une résistance thermique de contact parasite entraîne un temps de réponse non négligeable du capteur de flux thermique par rapport au temps de chauffage souhaité (25 ms). Enfin, une caractérisation complète du faisceau laser a été effectuée. Un modèle mis en place et validé à partir de mesures, permet de décrire la densité de puissance arrivant en tout point d'une surface éclairée, en fonction de l'inclinaison et de la distance du laser.

Au final, des essais de chauffage ont été effectués sur des plis composites produits par deux fabricants différents. Dans un premier temps, on a observé une répétabilité des mesures très satisfaisante sur un même échantillon, aussi bien pour la mesure de températures moyennes en surface avec la caméra thermique, qu'avec

le capteur de flux. La très faible dispersion valide les performances du dispositif ainsi que les conditions d'acquisition du signal, sur les temps courts représentatifs du procédé AFP.

L'analyse des mesures de flux thermique et des thermographies a apporté des résultats préliminaires à l'étude des plis composites. Tout d'abord, il a été envisagé que les élévations de température très rapides en surface lors d'un chauffage de 25 ms étaient susceptibles de produire des forts gradients thermiques dans l'épaisseur du pli, et donc des déformations thermomécaniques. Cette hypothèse a été confirmée à l'aide d'une mesure de déplacement selon l'axe vertical : le pli se décolle du bâti lors du chauffage et le contact n'est retrouvé entièrement qu'après l'arrêt de la diode laser. Cet effet observé à l'échelle du banc de caractérisation semble aussi inévitable sur le pli cours de dépose dans le procédé réel. Néanmoins, une fois le contact retrouvé, le comportement thermique des plis pourra être analysé à l'aide du dispositif et fournir ainsi les informations nécessaires à la modélisation des transferts thermiques en face arrière.

Enfin, en reproduisant les essais de chauffage sur plusieurs échantillons de chaque lot, on a observé que les réponses moyennes en température et en flux ne convergeaient pas vers les mêmes comportements. Il apparaît que la réponse thermique de deux matériaux dans les mêmes conditions de chauffage diffère, bien que leurs propriétés optiques et chimiques soient identiques. La microstructure et l'arrangement du système fibreux semble donc jouer un rôle majeur dans la distribution finale de température. Dans la suite, une analyse des résultats expérimentaux sera menée afin de mieux comprendre les mécanismes à l'origine de cette différence. Un modèle permettant de mieux prédire les élévations de température en surface et les flux transmis en face arrière lors d'un chauffage rapide sera également proposé.

Références bibliographiques

1. Barasinski, a., Leygue, a., Soccard, E. & Poitou, a. In situ consolidation for thermoplastic tape placement process is not obvious. **948**, 948–953 (2011).
2. Levy, A. Modeling of Inter-Layer Thermal Contact Resistance During Thermoplastic Tape Placement. in *Arthur Levy, John Tierney, Dirk Kider, John W. Gillespie Jr* (2012).
3. Schaefer, P. M., Gierszewski, D., Kollmannsberger, A., Zaremba, S. & Drechsler, K. Composites : Part A Analysis and improved process response prediction of laser- assisted automated tape placement with PA-6 / carbon tapes using Design of Experiments and numerical simulations. *Compos. Part A* **96**, 137–146 (2017).
4. Beck, J. V & Blackwell, B. Comparison of some inverse heat conduction methods using experimental data. **39**, 3649–3657 (1996).
5. Beck, J. V. Transient sensitivity coefficients for the thermal contact conductance. *Int. J. Heat Mass Transf.* **10**, 1615–1617 (1967).

Chapitre 5

Exploitation du banc de caractérisation thermique

1.	Introduction.....	167
2.	Analyse numérique préliminaire.....	167
2.1	Modèle thermique unidimensionnel préliminaire.....	167
2.1.1	Equation.....	167
2.1.2	Masse volumique.....	169
2.1.3	Capacité thermique.....	169
2.1.4	Conductivité thermique.....	169
2.1.5	Diffusivité thermique transverse.....	170
2.1.6	Condition à la limite en surface.....	170
2.1.7	Condition à la limite à l'interface pli / bâti.....	171
2.1.8	Condition à la limite du bâti.....	172
2.2	Synthèse des paramètres du modèle.....	172
2.3	Etude paramétrique et de sensibilité.....	173
2.3.1	Cas de référence.....	173
2.3.2	Température en face avant.....	174
2.3.3	Flux transmis en face arrière.....	178
3.	Analyse des données expérimentales.....	179
3.1	Analyse micrographique.....	179
3.2	Mesure de température en face avant.....	181
3.2.1	Dispersion de la température sur la zone éclairée.....	181

3.2.2	Variabilité sur plusieurs échantillons.....	184
3.2.3	Analyse des températures moyennes	187
3.3	Mesure de flux thermique en face arrière	189
3.4	Comparaison au modèle thermique préliminaire.....	191
3.4.1	Analyse de l'étape de chauffage et début de refroidissement [$0 - \tau_0$]	191
3.4.2	Analyse du refroidissement en face avant [$\tau_0 - 1000$ ms]	193
3.4.3	Comparaison sur l'intervalle temporel entier	194
4.	Modélisation de la source de chauffage.....	195
4.1	Mécanismes d'absorption en surface.....	196
4.2	Modélisation de la zone d'absorption.....	197
4.2.1	Présentation du modèle.....	197
4.2.2	Etude de sensibilité.....	199
4.2.3	Modèle simplifié à un paramètre	200
4.2.4	Résultats	201
5.	Modélisation des transferts thermiques à l'interface pli / bâti	203
5.1	Mécanismes de transfert thermique en face arrière du pli	203
5.2	Modélisation des transferts thermiques	204
5.2.1	Présentation du modèle.....	204
5.2.2	Etude de sensibilité.....	206
5.2.3	Identification des propriétés thermiques de la zone perturbée	207
6.	Conclusion partielle	209
	Références bibliographiques	211

1. Introduction

Dans le chapitre précédent, un dispositif visant à caractériser les transferts thermiques lors du chauffage d'un pli pré-imprégné par une diode laser a été présenté. Après une validation complète des performances métrologiques du système, l'élévation de température en surface ainsi que le flux transmis en face arrière ont été mesurés sur des plis pré-imprégnés fibres de carbone / PEEK. Afin d'évaluer l'influence de la microstructure des bandes sur les transferts thermiques, des produits provenant de deux fournisseurs différents, composite n°1 (matériau de référence) et n°2, ont été testés dans les mêmes conditions de chauffage. Bien que leurs propriétés optiques effectives et leur composition soient identiques, les évolutions moyennes de température et de flux mesurées pour chaque lot varient de manière significative. Dans ce chapitre, on cherche donc à analyser l'amplitude et l'allure de ces courbes, afin d'identifier les mécanismes à l'origine des écarts mesurés. On cherchera alors à extraire des caractéristiques à l'échelle de la microstructure pouvant être intégrées dans un modèle thermique des plis. L'objectif est de parvenir à prédire les transferts thermiques dans un pli composite carbone / PEEK dans des conditions expérimentales simplifiées, mais représentatives de celles rencontrées dans le procédé industriel.

2. Analyse numérique préliminaire

Dans un premier temps, on met en place un modèle thermique simple pour un pli composite maintenu sur le bâti en acier, et chauffé par la diode laser. L'objectif est d'identifier les paramètres d'entrée et les inconnues de l'étude. Puis, dans un deuxième temps, on étudiera leur influence sur l'évolution des grandeurs mesurées expérimentalement, en l'occurrence la température de surface et le flux transmis en face arrière.

2.1 Modèle thermique unidimensionnel préliminaire

Dans la suite, le modèle thermique est présenté dans le référentiel du bâti (O, x, y, z) défini au chapitre 4.

2.1.1 Equation

Considérons un pli composite d'épaisseur e maintenu en contact avec la surface du bâti en acier de hauteur H . La surface du matériau est illuminée pendant un temps $t_{chauffage}$ par le faisceau infrarouge du laser de puissance $\varphi_{in}(x, y, z, \theta)$. D'après les équations (4.28) à (4.30), au point O ($x = 0, y = 0, z = 0$), l'amplitude du flux est réduite à :

$$\varphi_{in} = V * \varphi_0 * \cos(\theta) \quad (5.1)$$

Grâce à l'isolation latérale du banc et du temps réduit de l'expérience, les transferts thermiques dans l'épaisseur peuvent être considérés comme unidimensionnels sur l'axe (O,z) dans toute la partie éclairée (Figure 5.1).

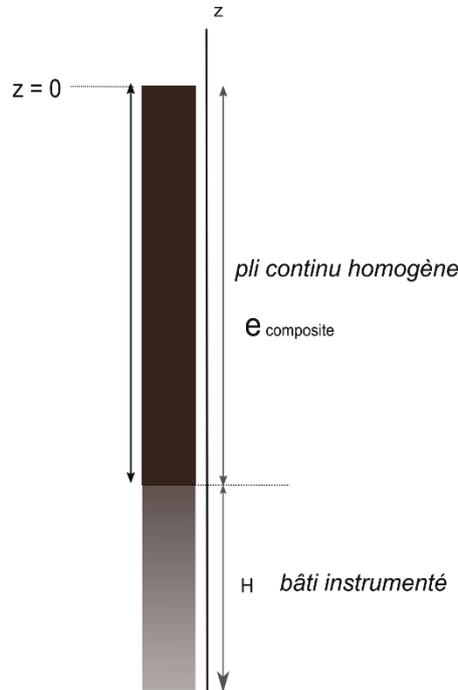


Figure 5.1 : Schéma du modèle thermique unidimensionnel préliminaire du chauffage d'un pli d'épaisseur e .

En considérant que le pli composite est assimilable à un matériau homogène équivalent, l'équation de la chaleur sur l'axe (O,z) s'écrit alors :

$$\begin{cases} \rho_{composite} C_{p,composite}(T) \frac{\partial T}{\partial t} = -k_{t,composite} \frac{\partial^2 T}{\partial z^2} \text{ pour } x \in [0, z_e] \\ \rho_a C_{p,a} \frac{\partial T}{\partial t} = -k_a \frac{\partial^2 T}{\partial z^2} \text{ pour } x \in [z_e, z_H] \end{cases} \quad (5.2)$$

Avec ρ_a , $C_{p,a}$, et k_a la masse volumique, la chaleur spécifique, et la conductivité thermique de l'acier inoxydable du bâti données dans le Tableau 4.1 du Chapitre 4, $\rho_{composite}$, $C_{p,composite}$, et $k_{t,composite}$ la masse volumique, la chaleur spécifique et la conductivité thermique du matériau composite de référence dont la caractérisation a été détaillée dans le Chapitre n°2. Les résultats principaux sont rappelés ci-après.

La condition initiale considère que l'ensemble est isotherme à température ambiante :

$$T(z, t = 0) = 20^\circ C, \forall z \quad (5.3)$$

L'ensemble des conditions aux limites sont données dans la suite.

2.1.2 Masse volumique

La masse volumique $\rho_{composite}$ est alors obtenue à l'aide de la loi des mélanges et du taux d'imprégnation massique des fibres :

$$\rho_{composite} = 1610 \text{ kg.m}^{-3}$$

2.1.3 Capacité thermique

A l'aide d'une analyse DSC la capacité thermique de la matrice polymère est déterminée, puis en appliquant la loi des mélanges celle du matériau est obtenue.

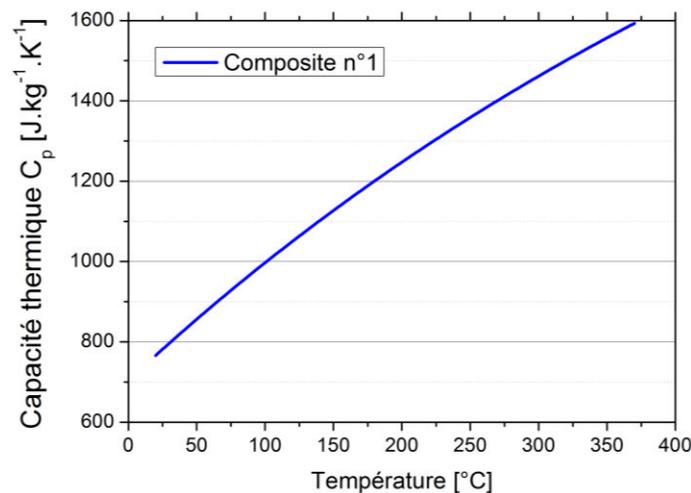


Figure 5.2 : Capacité thermique du composite en fonction de la température, dans la plage de procédé.

2.1.4 Conductivité thermique

La conductivité thermique transverse du composite n°1 a été mesurée à 50°C :

$$k_{t,composite} = 0.43 \text{ W.m}^{-1}\text{K}^{-1}$$

L'interprétation de cette valeur est cependant délicate. En effet, du fait de la fine épaisseur des échantillons et de leur rugosité de surface, les résistances thermiques de contact entre les surfaces du matériau sont non négligeables sur la mesure de résistance thermique totale. Ces dernières sont éliminées par application de pâte thermique. La résistance de ces couches intermédiaires n'est en revanche elle-même pas parfaitement contrôlée. La mesure finale est donc à nuancer. Par ailleurs, la valeur est obtenue sur un unique palier de température. Or, dans la littérature des variations importantes de ce paramètre ont été rapportées sur la plage obtenue¹. La conductivité thermique n'étant pas un paramètre entièrement caractérisé et maîtrisé, son influence sur l'élévation de température de surface sera étudiée à l'aide du modèle thermique unidimensionnel préliminaire présenté plus loin.

2.1.5 Diffusivité thermique transverse

A partir des propriétés thermiques, on calcule la diffusivité thermique transverse du pli α_{APC2} et le temps caractéristique associés à l'épaisseur e :

$$D_{composite}(T) = \frac{k_{t,composite}}{\rho_{composite}C_{p,composite}(T)} \quad (5.4)$$

$$\tau_{carac}(T) = \frac{e^2}{D_{composite}(T)} \quad (5.5)$$

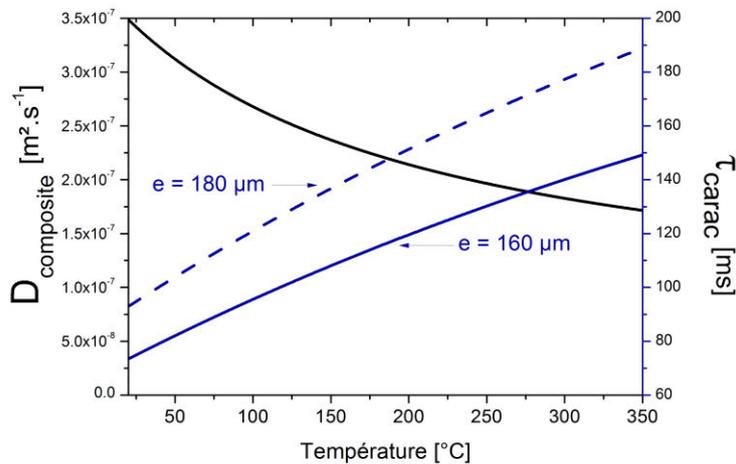


Figure 5.3 : Diffusivité thermique et temps caractéristique de diffusion pour un pli composite de référence d'épaisseur e .

Sur la Figure 5.3, la diffusivité thermique est représentée ainsi le temps caractéristique de diffusion associé à deux épaisseurs, 160 μm et 180 μm . τ_{carac} est le temps théorique nécessaire pour que le flux de chaleur traverse l'épaisseur e . Lorsque le pli est à 20°C, τ_{carac} est estimé à 73 ms et 92 ms pour des plis d'épaisseur 160 μm et 180 μm respectivement.

2.1.6 Condition à la limite en surface

Comme il a été présenté dans le Chapitre 3, la surface du matériau composite a un comportement diffusant en réflexion à la longueur d'onde de la diode laser du fait de la présence des fibres de carbone en surface². Ainsi, seule une partie φ_{eff} du flux incident sera effectivement absorbé par la surface et on rappelle la définition de l'absorptivité :

$$\alpha_\lambda = \frac{\varphi_{eff}}{\varphi_{in}} \quad (5.6)$$

Il convient ensuite de définir une relation entre la quantité de flux absorbé et l'évolution de la température de surface. On fait dans un premier temps l'hypothèse d'une surface homogène et continue ; alors, une condition de flux de type Neumann peut être appliquée pour le chauffage :

$$-k_{t,composite} \frac{\partial T(t)}{\partial z} \Big|_{z=0} = \varphi_{eff} = \alpha_{\lambda} \varphi_{in} \quad \text{pour } t \in [0, t_{chauffage}] \quad (5.7)$$

Lorsque la source laser est arrêtée au bout du temps $t_{chauffage}$, la condition à la limite en surface est remplacée par un échange convectif avec l'air de coefficient h_{air} :

$$-k_{t,composite} \frac{\partial T(t)}{\partial z} \Big|_{z=0} = h_{air}(T - T_{\infty}) \quad \text{pour } t > t_{chauffage} \quad (5.8)$$

Avec T_{∞} la température de l'air au loin, soit 20°C.

Le coefficient h_{air} est calculé à partir des relations établies pour les échanges par convections naturelle sur une plaque plane chauffée par le bas ³:

$$\frac{lh_{air}}{k_{air}} = 0.54 * R_a^{0.25} \quad \text{pour } 10^4 < R_a < 10^9 \quad (5.9)$$

avec :

$$R_a = \frac{g\beta(T - T_{\infty})}{\alpha_{air}(T_{air})\nu_{air}(T_{air})} \quad (5.10)$$

Où g est la constante de gravité, l la largeur du bâti en acier, k_{air} la conductivité thermique de l'air, β son coefficient d'expansion volumique, α_{air} sa diffusivité thermique, et ν_{air} la viscosité dynamique de l'air. Enfin T_{air} désigne la température de l'air au voisinage de la surface :

$$T_{air} = \frac{T + T_{\infty}}{2} \quad (5.11)$$

Les détails du calcul et les valeurs de chaque coefficient sont donnés dans l'annexe C. Après calcul, il apparaît que h_{air} est invariant avec la température et égal à 10 W.m⁻².K⁻¹.

2.1.7 Condition à la limite à l'interface pli / bâti

2.1.7.1 Résistance thermique de contact

Les surfaces du composite et du métal n'étant pas parfaitement lisses, il existe une couche biphasique thermiquement résistive, composée du solide et de l'air piégé dans les aspérités. Le passage du flux de chaleur se fait alors par des chemins préférentiels où la conductivité des milieux sera plus élevée, c'est-à-dire dans le composite vers le métal. Les lignes de flux ne sont alors plus contenues sur une dimension, mais distordues et allongées, sur une distance dépendant de l'état de surface. La discontinuité du passage du flux entraîne un abaissement de la température de part et d'autres de cette zone perturbée. Si l'épaisseur de cette dernière est suffisamment mince, en comparaison à l'épaisseur des deux milieux, la zone perturbée peut être réduite à un plan traversé par le flux sortant φ_{out} . Tel qu'elle a été présentée dans le chapitre n°1, la condition à la limite est définie par une résistance thermique de contact et peut être calculée par :

$$-k_{t,composite} \left. \frac{\partial T}{\partial x} \right|_{z=e} = \varphi_{out} = - \frac{T_{z=e,+} - T_{z=e,-}}{RTC} \quad (5.12)$$

Où $T_{z=e,+}$ et $T_{z=e,-}$ sont les températures des deux côtés de l'interface, dans le composite et le métal respectivement.

2.1.7.2 Prise en compte du déplacement du pli :

Il a été démontré dans le chapitre précédemment qu'au cours du chauffage du pli, celui-ci se décolle du fait de la forte différence de température entre les faces supérieure et inférieure du pli. Une lame d'air est alors présente entre le pli et le bâti, jusqu'au retour du contact observé à l'instant $\tau_{contact} = 38$ ms. Cet effet résistif, qui est inhérent au banc expérimental, doit être pris en compte dans le modèle en imposant la résistance thermique en face arrière comme une fonction par morceaux :

- De 0 à $\tau_{contact}$: la résistance thermique équivalente $R_{th,air}$ de la lame d'air
- De $\tau_{contact}$ à 1 s : la résistance thermique de contact RTC (voir 2.1.7.1)

La résistance thermique de l'air est estimée par la relation :

$$R_{th,air} = \frac{d_{pli,bâti}}{k_{air}} \quad (5.13)$$

Où $d_{pli,bâti}$ est la distance pli / bâti obtenue à partir de la mesure de déplacement et k_{air} la conductivité thermique de l'air égale à $0.025 \text{ W.K}^{-1}.\text{m}^{-1}$. La valeur de $R_{th,air}$ est donc comprise entre RTC et $1.6.10^{-2} \text{ K.m}^2.\text{W}^{-1}$.

2.1.8 Condition à la limite du bâti

En face inférieure du bâti en acier ($Z=Z_H$), la température $T_{bâti}$ est maintenue à 20°C :

$$T_{bâti} = 20^\circ\text{C} \quad (5.14)$$

2.2 Synthèse des paramètres du modèle

Tableau 5.1 : Paramètres de l'étude numérique

Paramètres constants	
Angle d'incidence du laser	10°
Puissance surfacique φ_0	1.8 MW/m^2
Consigne d'entrée en tension V	1 V
Temps de chauffage	25 ms

Propriétés thermiques de l'acier	$k_a, C_{p,a}, \rho_a$
Absorptivité du pli à $\lambda = 1 \mu\text{m}$ $\alpha_{\lambda=1\mu\text{m}}$	0.91
Épaisseur e	Composite n°1 (référence) : 180 μm Composite n°2 : 160 μm
Coefficient d'échange h_{air}	$10 \text{ W} \cdot \text{m}^{-2} \cdot \text{K}^{-1}$
Largeur l et hauteur H du bâti	$L = 12 \text{ mm} / H = 20 \text{ mm}$
T_∞	20°C
$T_{b\grave{a}ti}$	20°C
Capacité thermique du composite $C_{p,composite}$	§ 2.2
Masse volumique du composite $\rho_{a,composite}$	$1600 \text{ kg} \cdot \text{m}^{-3}$
Paramètres variables	
Résistance thermique de contact	RTC
Conductivité thermique du composite	$k_{t,composite} = 0.43 \text{ W} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$

Au final, la résistance thermique de contact entre le pli et le bâti n'est pas connue. De plus, rappelons que la mesure de conductivité thermique est délicate à réaliser sur un pli unique. Il convient donc de s'intéresser à l'influence de ces deux paramètres sur la température de surface et le flux transmis.

2.3 Etude paramétrique et de sensibilité

2.3.1 Cas de référence

Les élévations de températures en surface d'un pli sont calculées dans un premier temps pour un cas de référence où :

$$RTC = 5 \cdot 10^{-4} \text{ K} \cdot \text{m}^2 \cdot \text{W}^{-1}$$

$$k_{t,composite} = 0.43 \text{ W} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$$

Deux épaisseurs de plis, 180 et 160 μm , ont été testées (Figure 5.4). Le temps du chauffage par la diode laser est indiqué sur le graphique par une zone de couleur ocre de 0 à 25 ms. Afin de mettre en avant l'influence de l'épaisseur du pli, un cas idéal où celui-ci aurait une épaisseur semi-infinie est également présenté sur la Figure 5.4. On peut observer un changement de pente lors du refroidissement pour les deux plis d'épaisseur finie. Celui-ci se produit d'abord pour le pli d'épaisseur égale à 160 μm . Dans le temps de l'expérience, l'élévation de la température de surface est donc impactée par les transferts thermiques en face arrière du pli, à partir d'un instant τ_0 dépendant de la diffusivité thermique transverse du matériau et de son épaisseur.

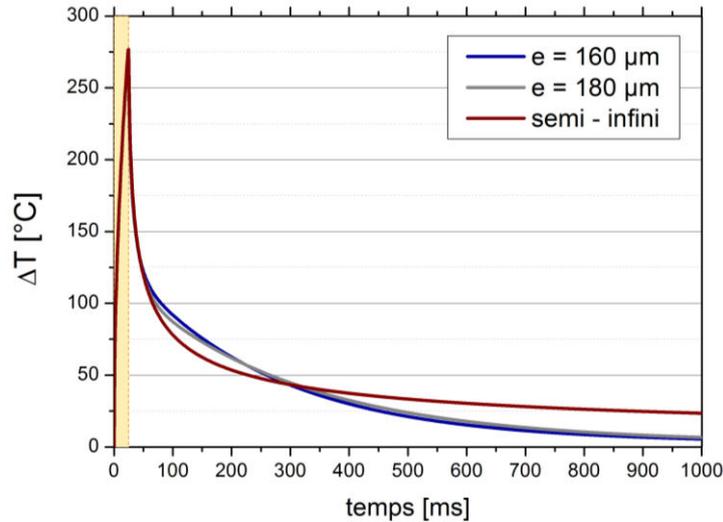


Figure 5.4 : Comparaison des élévations de température en surface obtenues par le modèle 1D pour trois épaisseurs de pli composite : 160 μm , 180 μm et semi-infini. Le temps de chauffage laser est indiqué par la zone ocre.

2.3.2 Température en face avant

L'influence de la conductivité thermique et de la résistance thermique de contact sur la température de la surface supérieure du pli sont étudiées à travers les sensibilités réduites. Pour un paramètre quelconque w , la sensibilité réduite de la température K_w s'écrit :

$$K_w = w \frac{\partial T}{\partial w} \quad (5.15)$$

K_{RTC} et K_{k_t} , sont obtenues à partir du modèle thermique présenté précédemment (Figure 5.5). Les calculs sont réalisés en imposant une variation de 10 % à chaque paramètre à partir du cas de référence. Sur la Figure 5.5, on observe d'abord que, pour les deux épaisseurs considérées, K_{RTC} et K_{k_t} ne sont pas corrélées dans le temps de l'expérience, c'est-à-dire que la température de surface est sensible à l'un ou l'autre des paramètres selon l'intervalle de temps considéré.

Il apparait aussi que la sensibilité de la température à la conductivité thermique atteint son maximum pendant le chauffage de 0 à 25 ms. Par ailleurs, la température de surface ne dépend pas de la résistance thermique de contact en face arrière jusqu'à l'instant τ_0 à 42 ms et 45 ms pour les plis de 160 μm et 180 μm respectivement. Comme observé précédemment, la température en surface du pli d'épaisseur 160 μm est sensible à la valeur RTC plus tôt et avec plus d'amplitude que le pli de 180 μm . Le temps τ_0 est également lié à la diffusivité thermique du matériau. Les valeurs relevées sont légèrement inférieures aux temps caractéristiques de diffusion dans l'épaisseur.

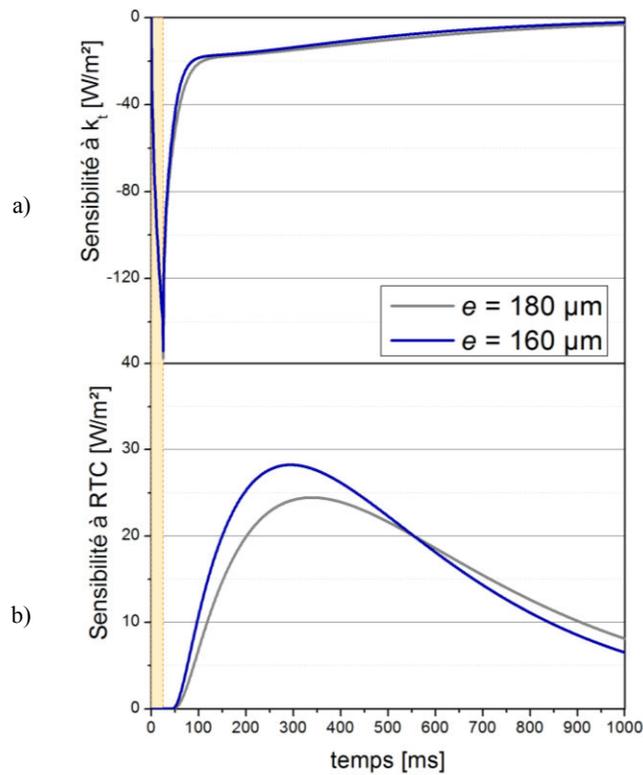


Figure 5.5 : Sensibilités réduites de la température de surface à la conductivité thermique (a) et à la RTC (b) pour des plis de 160 ou 180 μm d'épaisseur.

A partir de l'instant τ_0 , les transferts thermiques à l'interface pli / bâti entraînent donc le changement de pente observé précédemment sur les élévations de températures en surface (Figure 5.5). Or, dans le modèle numérique, à cet instant, la condition à la limite est définie par une RTC constante en face arrière depuis l'instant τ_{contact} .

Sur la Figure 5.6, l'élévation de température de surface est représentée pour plusieurs valeurs de RTC. Il apparaît clairement qu'au-delà de τ_0 , plus la résistance thermique de contact est élevée plus la vitesse de refroidissement en surface diminue. Le changement de pente apparaît clairement pour les valeurs de résistances thermiques plus élevées. En revanche, pour une valeur donnée de RTC, la vitesse de refroidissement en surface dépend peu de l'épaisseur du pli.

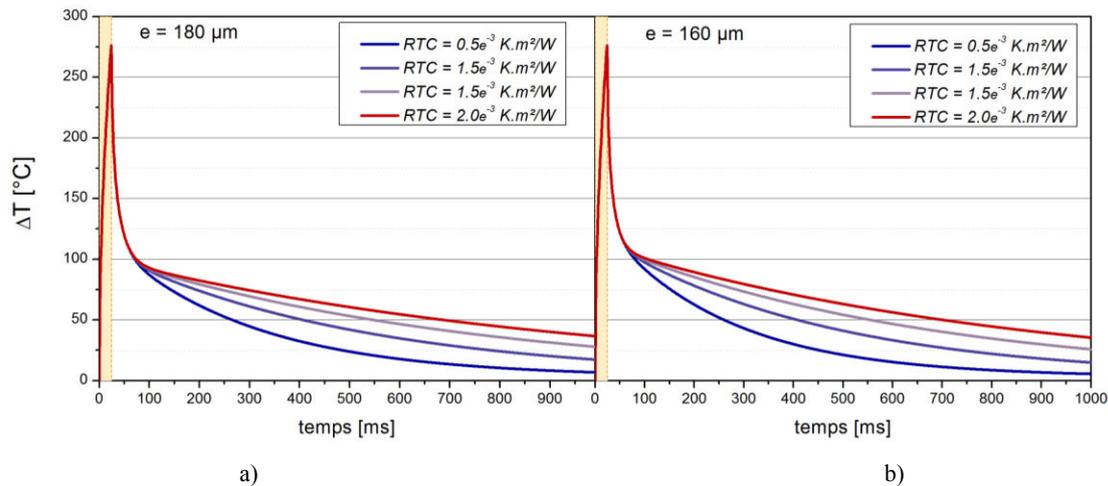


Figure 5.6 : Elévation de la température à la surface (point $z = 0$) en fonction de la valeur de la résistance thermique de contact en face arrière pour une épaisseur $e = 180 \mu\text{m}$ (a) et $e = 160 \mu\text{m}$ (b).

Du fait des valeurs très proches relevées τ_0 et τ_{contact} , il convient également de s’interroger de l’effet du décollement du pli sur les mesures expérimentales de températures et de flux. Rappelons que τ_0 est lié au temps caractéristique de diffusion dans l’épaisseur et a été estimé à partir des calculs de sensibilités de la température de surface. τ_{contact} , en revanche, est associé au retour du contact entre le pli et le bâti, et a été mesuré à l’aide du profilomètre optique.

Sur la Figure 5.7, on compare donc les élévations de températures face avant et arrière d’un pli, ainsi que le flux transmis avec ou sans changement de condition à la limite à l’instant τ_{contact} . Pour le second cas ($\tau_{\text{contact}} = 0$ ms), une résistance thermique de contact constante et égale à $5 \cdot 10^{-4} \text{ K.m}^2/\text{W}$ est imposée. Enfin, la valeur de τ_{contact} est artificiellement modifiée pour mettre en avant son effet sur les températures de surface. Ainsi, dans le modèle thermique, la condition à la limite à l’interface pli / bâti est :

- De 0 à τ_{contact} : la résistance thermique équivalente $R_{th,air}$ de la lame d’air
- De τ_{contact} à 1 s : la résistance thermique de contact $RTC = 5 \cdot 10^{-4} \text{ K.m}^2.\text{W}^{-1}$ (voir 2.1.7.1)

On observe que l’effet du décollement sur les élévations de températures est très limité dans cette échelle de temps. En revanche, le retour brutal du contact en face arrière entraîne le passage brusque du flux et une élévation rapide du flux mesuré semblable à un Dirac. L’amplitude du pic du Dirac est estimée 0.25 W.m^{-2} . En intégrant le flux calculé en face arrière sur l’intervalle de temps, on vérifie que l’énergie surfacique transmise est bien conservée :

Tableau 5.2 : Energie transmise calculée pour chaque cas.

Essai	$E_{\text{transmise}} [\text{J/m}^2]$
$\tau_{\text{contact}} = 0 \text{ ms}$	37379.63
$\tau_{\text{contact}} = 30 \text{ ms}$	37369.4

$\tau_{\text{contact}} = 40 \text{ ms}$	37343.3
$\tau_{\text{contact}} = 45 \text{ ms}$	37329.5
$\tau_{\text{contact}} = 50 \text{ ms}$	37312.7

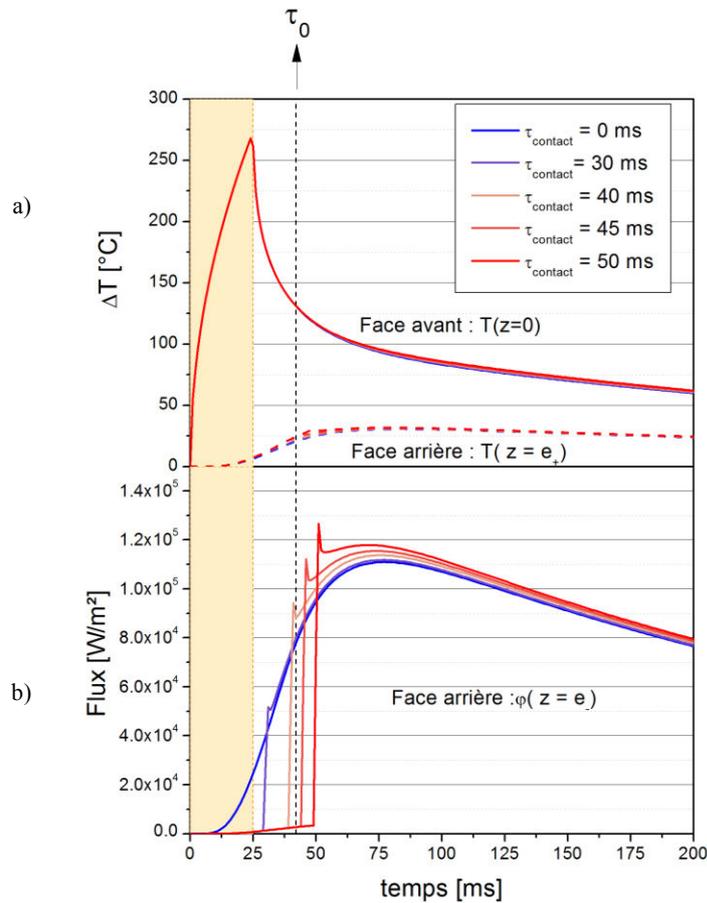


Figure 5.7 : Comparaison des températures en face avant et en face arrière (a) et du flux transmis (b) obtenue pour un modèle avec et sans décollement du pli pour un pli d'épaisseur $e = 160 \mu\text{m}$.

Au final, à partir du modèle numérique, on peut conclure que l'allure des températures de surface est peu impactée par le décollement du pli, problème inhérent au banc expérimental. Ceci est dû à la proximité des ordres de grandeur des instants pour le retour du contact et celui où les transferts thermiques impactent la surface. Ces deux échelles de temps sont en effet reliées aux temps caractéristiques de diffusion dans l'épaisseur. Expérimentalement, le changement de pente est donc caractéristique de la diffusion de la chaleur dans le pli.

Pour conclure, deux zones distinctes apparaissent sur les courbes présentées ci-dessus :

- de 0 à τ_0 : la température de surface dépend de la diffusivité thermique, de l'absorptivité, et du flux entrant.

- au-dessus de τ_0 : les échanges thermiques en face arrière influencent le profil de la température de surface. La résistance thermique de contact influe sur la vitesse de refroidissement. En revanche, le décollement du pli n'a pas d'effet sur les évolutions de la température de surface car $\tau_0 \approx \tau_{\text{contact}}$.

2.3.3 Flux transmis en face arrière

Les sensibilités du flux transmis en face arrière avec la conductivité thermique et les résistances thermiques de contact sont calculées de manière similaire. Les résultats obtenus pour deux épaisseurs 160 et 180 μm sont présentés sur la Figure 5.8 a) et b). Il apparaît que le flux transmis est sensible aux variations de chaque paramètre. En revanche, les courbes de sensibilités présentent des évolutions de la même amplitude dans le temps. Il n'est donc pas possible de distinguer l'influence de la conductivité thermique de celle de la résistance thermique de contact.

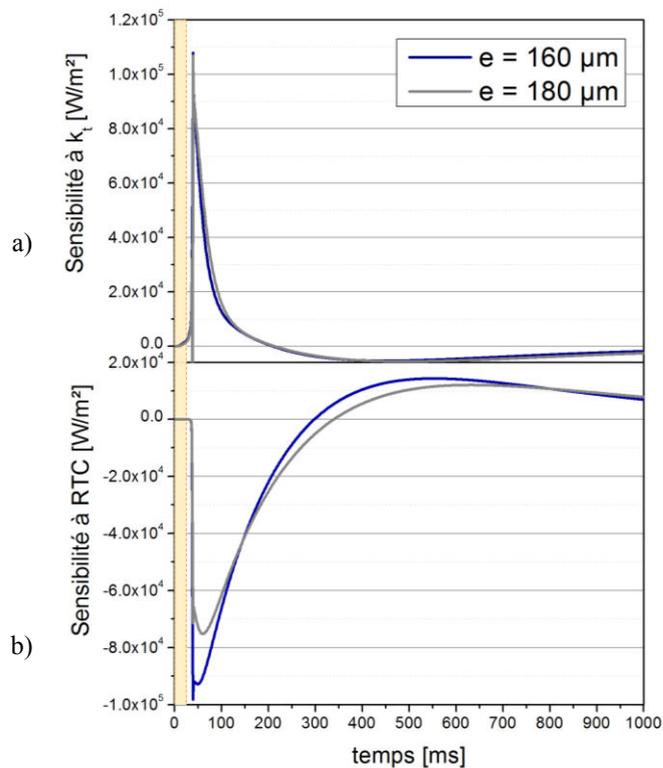


Figure 5.8 : Sensibilité du flux transmis à la conductivité thermique (a) et à la RTC (b).

Sur la Figure 5.9, le flux en face arrière d'un pli est calculé à l'aide du modèle thermique est donné pour différentes valeurs de RTC. Le flux transmis atteint son maximum au même instant mais sa valeur diminue avec la RTC. Pour une épaisseur de 160 μm , le pic atteint en effet $1.3 \cdot 10^5 \text{ W}\cdot\text{m}^{-2}$ pour une RTC de $5.10^{-4} \text{ K}\cdot\text{m}^2/\text{W}$ contre $0.65 \cdot 10^5 \text{ W}\cdot\text{m}^{-2}$ pour une RTC double. L'énergie transmise étant constante et égale à 39 000 $\text{J}\cdot\text{m}^{-2}$, le flux décroît plus rapidement après son maximum pour les RTC faibles.

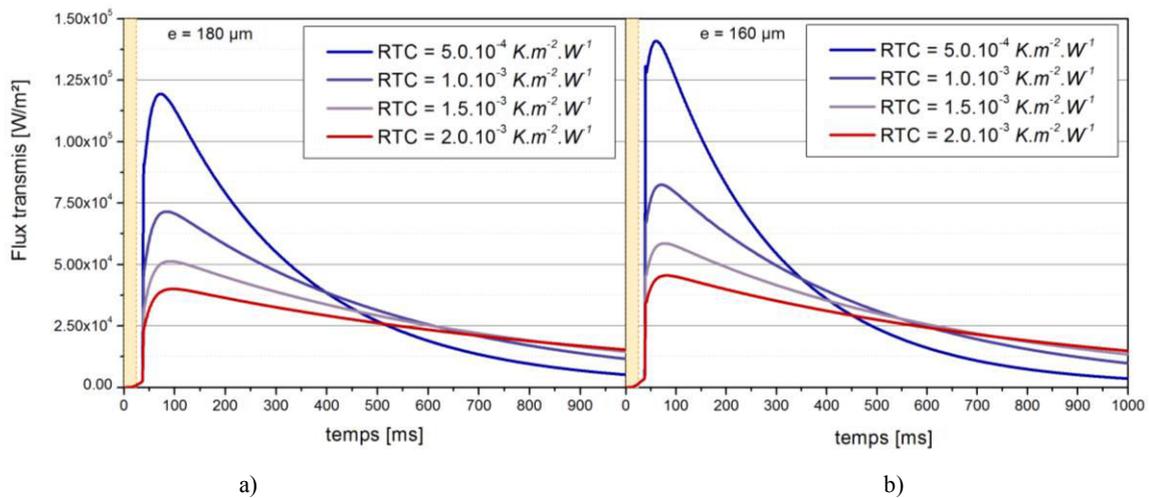


Figure 5.9 : Flux en face arrière pour des valeurs croissantes de RTC pour des plis $e = 180 \mu\text{m}$ (a) ou $160 \mu\text{m}$ (b).

3. Analyse des données expérimentales

Précédemment, l'étude numérique préliminaire a permis de déterminer les ordres de grandeurs des valeurs de températures et de flux mesurés dans des conditions de chauffage données. Des études de sensibilités ont montré l'influence de la conductivité thermique du pli et de la résistance thermique de contact à l'interface pli / bâti sur l'amplitude et la forme de ces profils. A présent, les mesures expérimentales réalisées sur des plis provenant de deux fournisseurs différents sont comparées aux prédictions du modèle thermique. Ce sont tous les deux des unidirectionnels à même taux de fibres, mais qui sont selon toute vraisemblance produits de manière différente. Ceci impacte directement l'arrangement interne des fibres dans la matrice, ce qui en retour influence le transfert de la chaleur dans l'épaisseur. Un calcul à micro-échelle n'étant pas envisageable à l'échelle du procédé, il est nécessaire de s'orienter vers la recherche d'un comportement homogène équivalent. On cherche donc à savoir quel modèle continu moyen pourrait s'adapter à la description de ces deux plis de même composition mais présentant des microstructures différentes.

3.1 Analyse micrographique

Des coupes micrographiques ont été réalisées pour les deux types de matériaux dans le cadre de la thèse de Ketaki Mishra au Laboratoire de Thermique et Energie de Nantes. Sur la Figure 5.10 qui donne une vue de détail des coupes réalisées, on observe de nombreuses différences entre les microstructures respectives des deux types de plis.

Tout d'abord, alors que la procédure de fabrication des plis n°2 permet d'obtenir une épaisseur de pli contrôlée, celle-ci varie de manière importante pour les plis n°1. En pratique, le contact avec le bâti s'établit aux points

les plus élevés des rugosités, ce qui impactera certainement le transfert interfacial. En premier lieu, on évalue les distances maximales entre les bords des plis à :

- Matériau composite n°1 (référence) : $e = 180 \mu\text{m} \pm 12 \mu\text{m}$
- Matériau composite n°2: $e = 157 \mu\text{m} \pm 3 \mu\text{m}$

Ensuite, il apparaît que l'arrangement des fibres au sein de la matrice diffère largement d'un matériau à l'autre. Dans le cas du matériau n°1, les fibres sont condensées par paquet laissant des zones riches en matrice. Ponctuellement, il apparaît des zones où aucune fibre n'est présente dans l'épaisseur. A l'inverse, pour le matériau n°2, la répartition des fibres et la distance entre celles-ci sont homogènes. L'épaisseur moyenne de matrice en surface e_{PEEK} est calculée en relevant, pour des points situés tous les $10 \mu\text{m}$ le long des frontières de chaque pli, la distance séparant le point de la première fibre impactée selon l'axe vertical de la coupe. En moyennant sur les deux faces de chaque pli, on estime :

- Matériau composite n°1 (référence) : $e_{\text{PEEK}} = 20 \mu\text{m}$
- Matériau composite n°2 : $e_{\text{PEEK}} = 5 \mu\text{m}$

Il est désormais clair que ces deux types de plis possèdent des agencements microstructuraux très différents pour une teneur en fibres de carbone AS4 identique. En revanche, il été vu au chapitre 3 que les deux matériaux présentent la même absorptivité en incidence normale à la longueur d'onde de la diode laser : $\alpha_{\lambda=1\mu\text{m}} = 0.91$. Nous allons maintenant étudier les évolutions de températures de surface et des flux transmis mesurés dans des conditions de chauffage identiques pour ces deux matériaux.

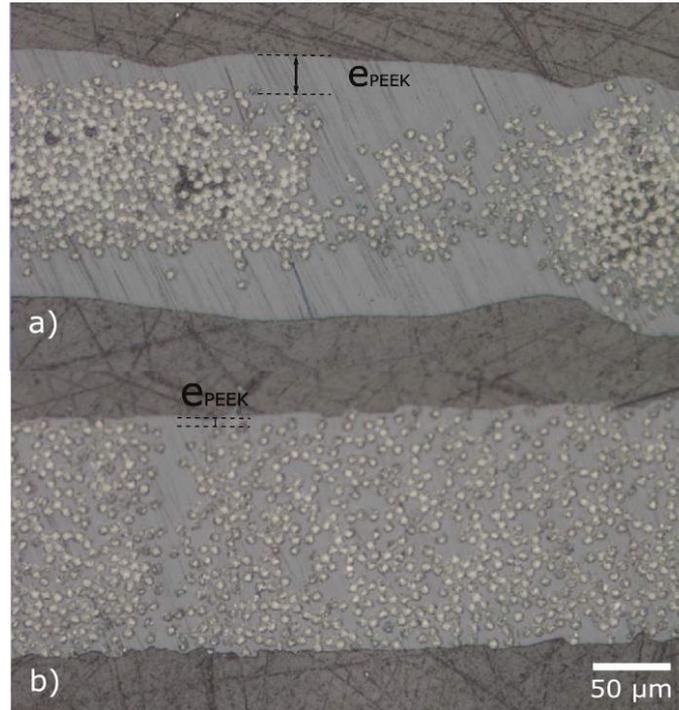
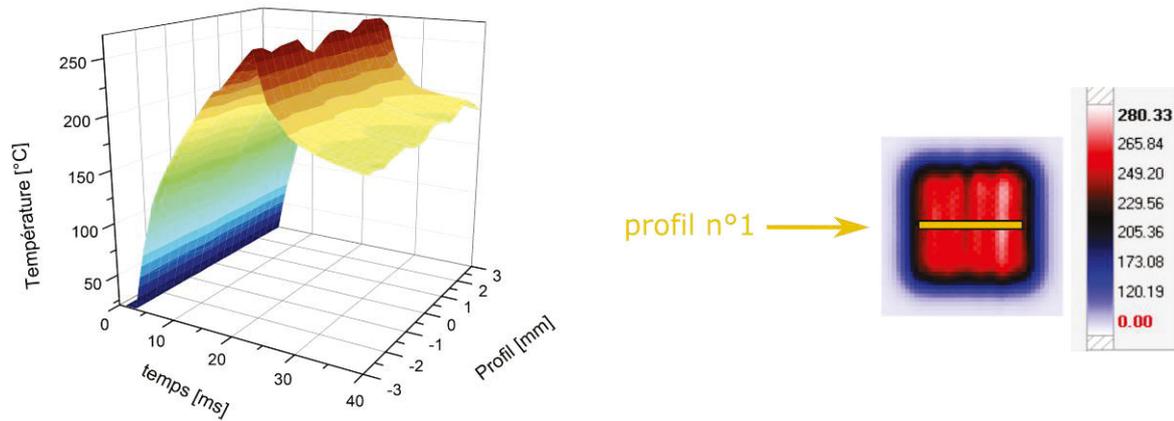


Figure 5.10 : Coupes micrographiques sur les matériaux composites n°1 (a) et n°2 (b), observation au microscope optique.

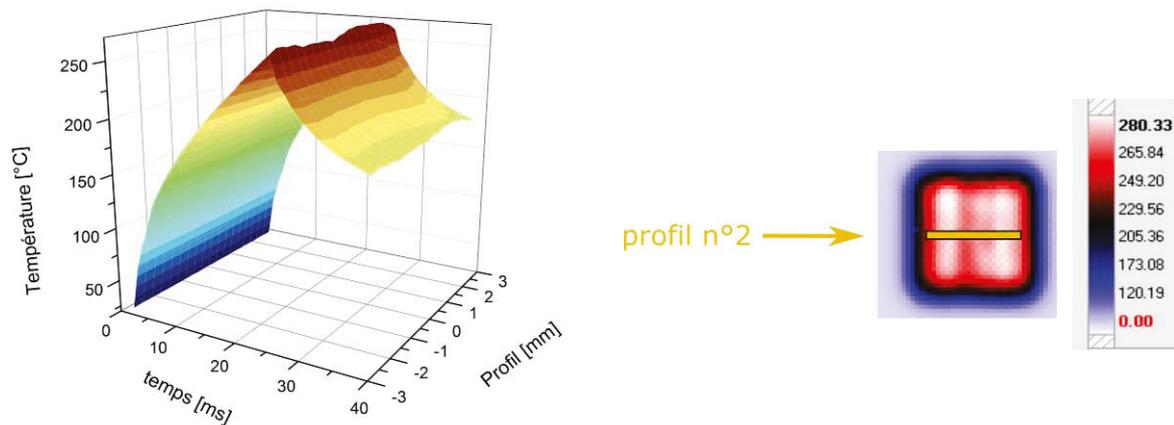
3.2 Mesure de température en face avant

3.2.1 Dispersion de la température sur la zone éclairée

Les plis de composite maintenus sur le bâti en acier sont chauffés pendant 25 ms avec une puissance surfacique φ_0 de 1.8 MW/m². Avant de considérer un comportement moyen, on s'intéresse tout d'abord à la dispersion de la température mesurée avec la caméra à la surface d'un même pli. La Figure 5.11 montre l'évolution dans le temps de la température du profil transverse (en jaune) aux fibres au centre de la surface éclairée pour un pli n°1 (Figure 5.11 a) et un pli n°2 (Figure 5.11 b). Il est nécessaire de rappeler que la résolution spatiale de la caméra dans cette configuration est de 0.3 mm soit l'équivalent de 35 fibres de carbone alignées. Il apparaît nettement que pour le matériau n°1 la température de surface varie spatialement, contrairement au matériau n°2 qui présente un profil relativement plat. En regard des micrographies présentées sur la Figure 5.10 les zones atteignant des températures plus élevées en surface des plis n°1 peuvent être reliées à des groupes de fibres plus proches de la surface.



a)



b)

Figure 5.11 : Evolution dans le temps de la température en face avant le long des profils indiqués sur les images thermiques, pour les plis n°1 (a) et n°2 (b).

Afin de mieux observer les évolutions dans le temps, trois points sont sélectionnés le long de ces profils pour suivre l'évolution temporelle des températures associées (Figure 5.12). On peut alors observer pour les deux matériaux les trois zones identifiées dans la partie précédente : le chauffage, le refroidissement avant et après l'impact des transferts thermiques en face arrière.

Il apparait qu'en chaque point le changement de pente lors du refroidissement se déroule à différents instants τ_0 . Ensuite, les vitesses de refroidissement diffèrent selon le point considéré. On observe par-là, la variabilité du contact entre la face arrière du pli et le bâti. Ceci est attribuable à la variation de rugosité de la surface des plis pour le matériau composite n°1. Cette variation étant aussi observée sur le matériau n°2 ; l'effet d'un éventuel déséquilibre du maintien des plis sur le bâti et de l'apparition de lames d'air peut en être la cause.

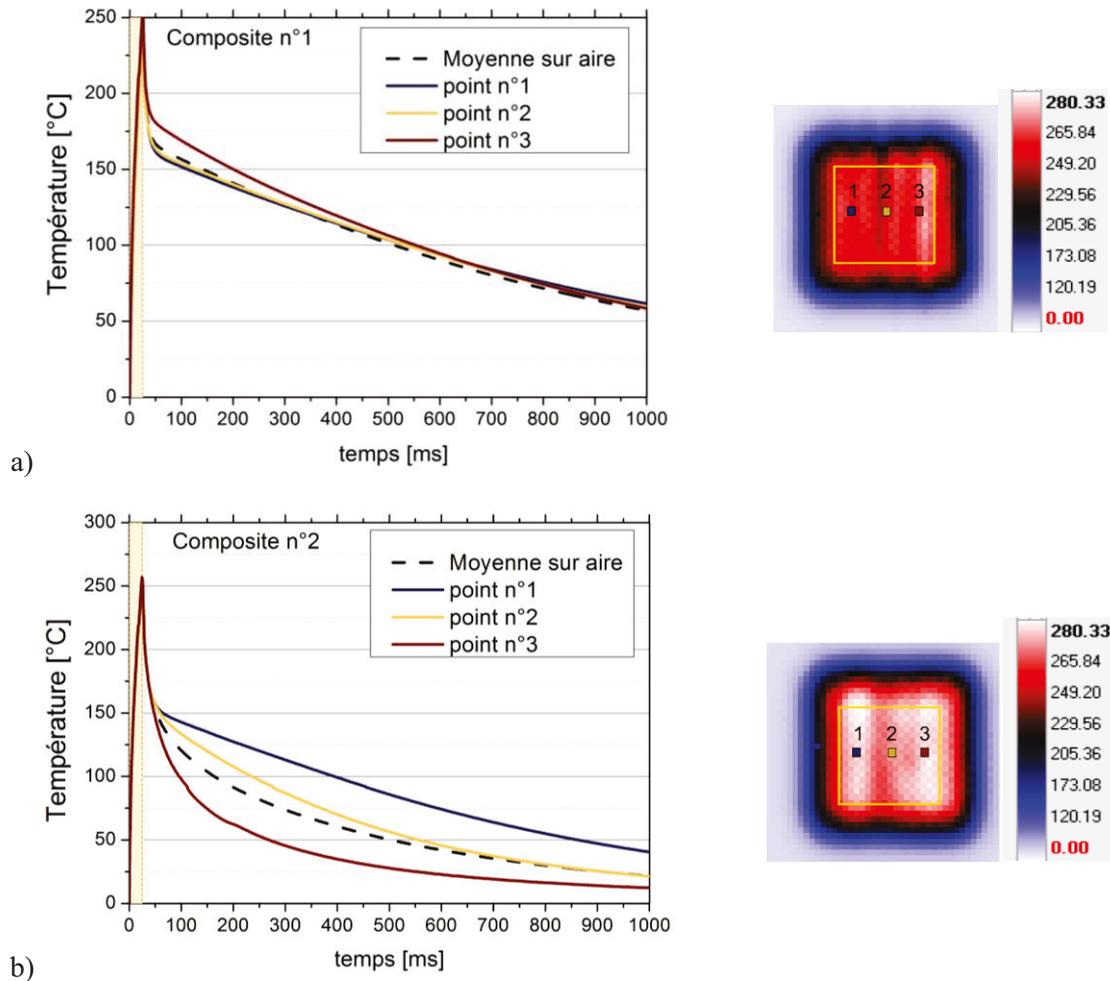


Figure 5.12 : Evolution de la température de la face supérieure des plis aux des points bleu, jaune et rouge dans le temps.

Par la suite, la température moyenne sur l'aire $5 \times 5 \text{ mm}^2$ délimitée par un cadre jaune sur les images thermiques (Figure 5.12), et représentée en pointillés noirs sur les évolutions dans le temps, sera donc calculée pour chaque échantillon. Sur la Figure 5.13, la dispersion de température sur l'aire d'échantillonnage (écart -type) est représentée en fonction du temps ainsi que la température moyenne pour les deux matériaux. Pendant le chauffage, l'écart-type augmente jusqu'à atteindre 10°C pour le matériau n°1 et 5.6°C pour le matériau n°2. Cette dispersion indique qu'en surface, d'une part le flux absorbé en tout point n'est pas identique ; et d'autre part que les propriétés thermiques liées à la microstructure des plis peuvent varier. D'après la Figure 5.10, il semble donc naturel que l'écart type au cours du chauffage soit plus faible pour le composite n°2. Après l'arrêt de la source laser, l'écart type décroît jusqu'au temps critique τ_0 , où la température de surface ne dépend que du pli. Puis, de fortes variations sont observées lors du refroidissement, et ce, pour les deux matériaux. Dans ce cas, en l'absence de chauffage et étant donné les temps très court d'homogénéisation de la température entre des fibres voisines, de telles différences en surface ne peuvent provenir que d'un transfert hétérogène en face arrière, ressenti rapidement au niveau de la surface.

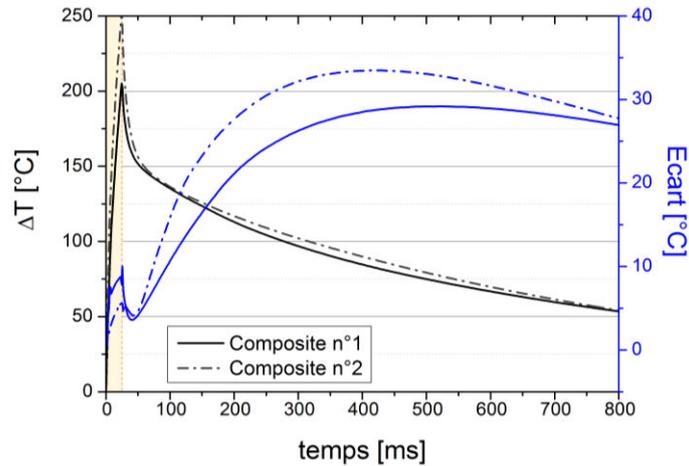


Figure 5.13 : Comparaison entre la température moyenne à la surface du spot et l'écart type de la température sur la surface au cours du temps.

3.2.2 Variabilité sur plusieurs échantillons

Les essais sont répétés sur 5 échantillons de chaque lot de matériaux. Dans la Figure 5.14, les images thermiques enregistrées pendant le chauffage à l'instant $t = 25$ ms sont répertoriées. La différence des distributions de couleurs témoigne de la variabilité des températures atteintes en surface, pour des conditions de chauffage identiques. Les écarts de température induits par la microstructure sont également visibles sur les images. Alors que la température de surface est assez homogène pour le pli n°2, pour le pli n°1, on observe des comportements thermiques très variables selon la zone de la surface considérée.

De manière similaire, les profils de température en surface ont été relevés au cours du refroidissement à $t = 300$ ms (Figure 5.15). Il apparaît qu'il n'y a pas de corrélation entre les profils de température au cours du chauffage de ceux du refroidissement.

Echantillon n°	Composite n°1	Composite n°2	Echelle
1			<p>281.19 266.75 250.18 230.63 206.61 174.68 123.02 0.00</p>
2			

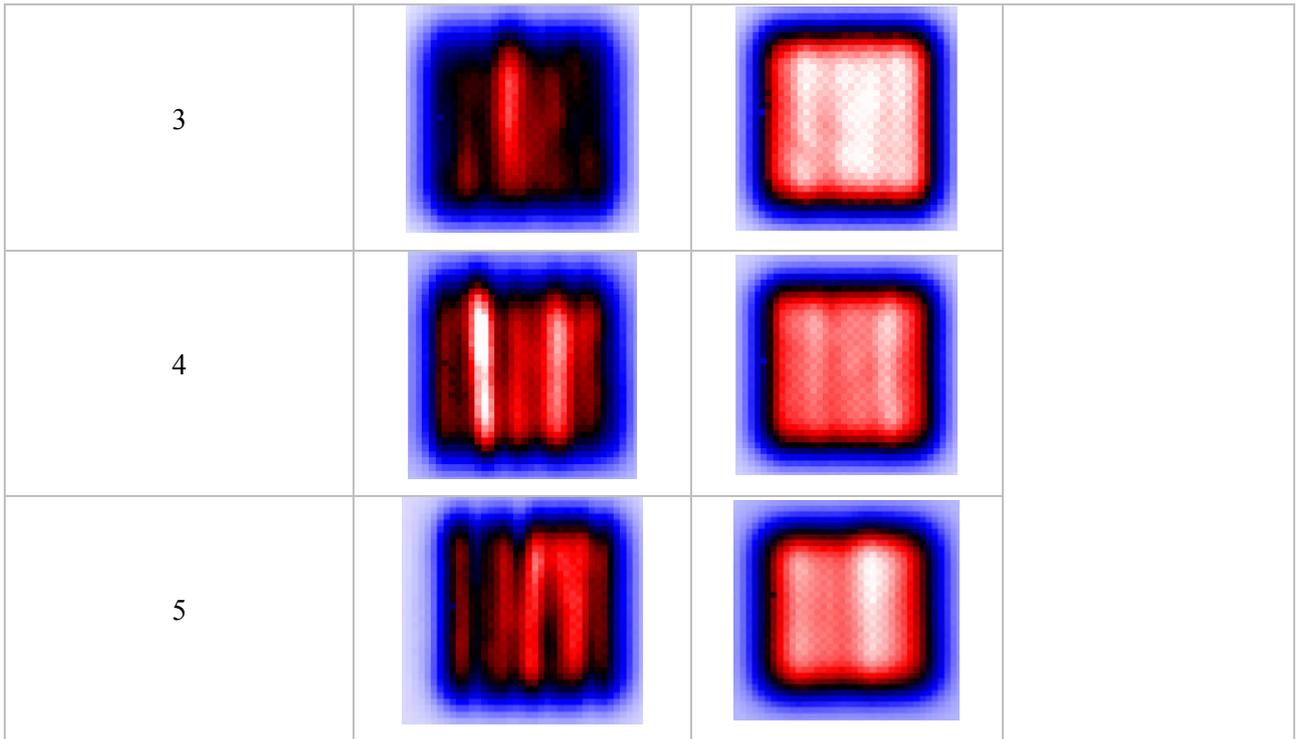
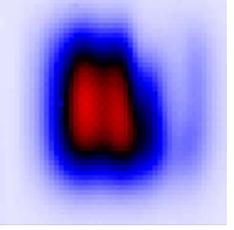
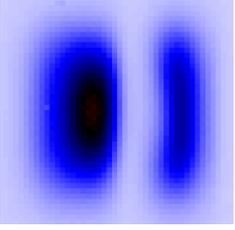
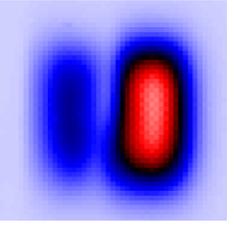
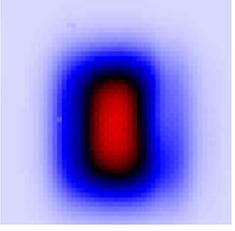
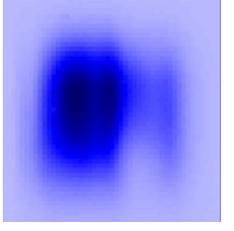
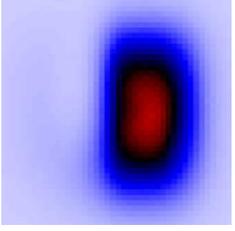


Figure 5.14 : Images thermiques des surfaces chauffées à l'instant $t = 25$ ms.

Echantillon n°	Composite n°1	Composite n°2	Echelle de température
1			 166.68
2			
3			

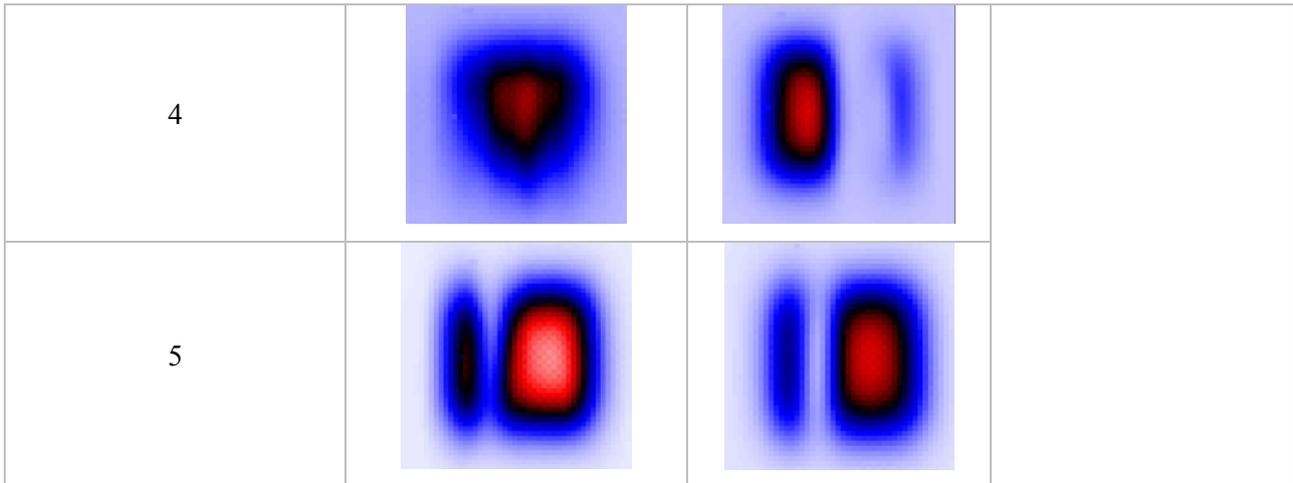


Figure 5.15 : Images thermiques des surfaces chauffées à l'instant $t = 300$ ms.

La Figure 5.16 présente les évolutions de température de surface moyenne pour les matériaux n°1 (a) et n°2 (b). Malgré les variabilités ponctuelles importantes observées sur les images thermiques, les comportements thermiques moyens respectifs des deux matières sont assez reproductibles. L'échelle d'observation permet donc d'analyser une surface représentative des transferts thermiques, même sur les plis inhomogènes.

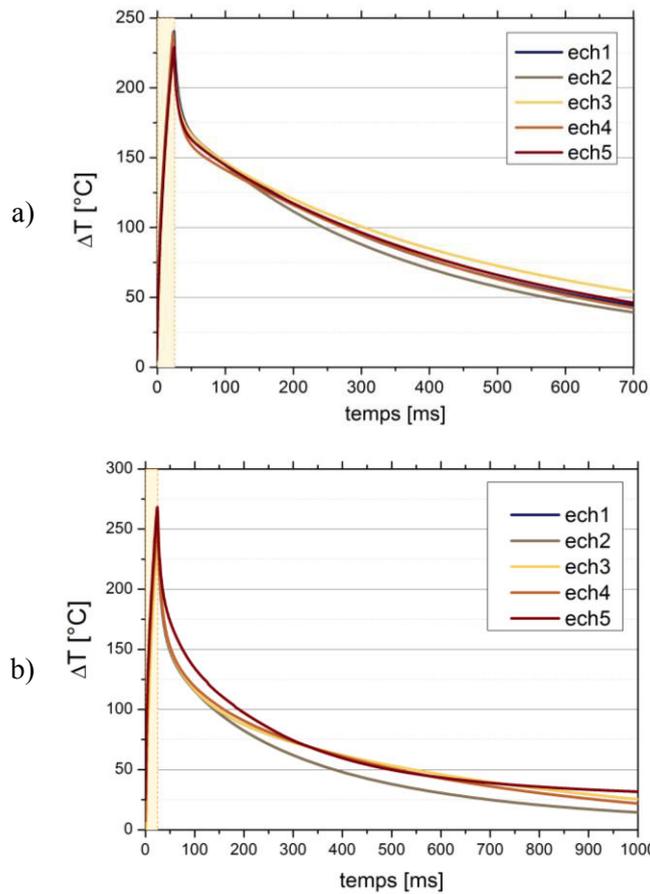


Figure 5.16 : Elévation de température moyenne à la surface de cinq plis du composite n°1 (a) et n°2 (b).

3.2.3 Analyse des températures moyennes

Les essais sont répétés sur 5 échantillons de chaque lot de matériaux, et les mesures moyennes de températures sont calculées (Figure 5.17). Tout d'abord, on relève que les températures moyennes atteintes en fin de chauffage diffèrent pour les deux matériaux :

- Composite n°1 (référence) (180 μm) : $\Delta T = 236$ °C
- Composite n°2 : $\Delta T = 252$ °C

Par ailleurs, le changement de pente dans la phase de refroidissement s'opère à des instants τ_0 différents pour les deux matériaux. On relève :

- Composite n°1 (référence) (180 μm) : $\tau_0 \approx 30$ ms.
- Composite n°2 (160 μm): $\tau_0 \approx 40$ ms.

Contrairement à ce qui a été observé lors de l'étude numérique, ce n'est pas le matériau le plus mince qui présente la valeur de τ_0 la plus faible.

Par ailleurs, on observe que pour $t \gg \tau_0$, la température de surface diminue plus rapidement pour le matériau n°2 que pour le matériau n°1. D'après l'étude thermique préliminaire, pour les instants longs la température de surface dépend des transferts thermiques en face arrière. Cette observation est cohérente avec l'état de surface des deux matériaux, la rugosité du matériau n°1 étant plus élevée que le matériau n°2.

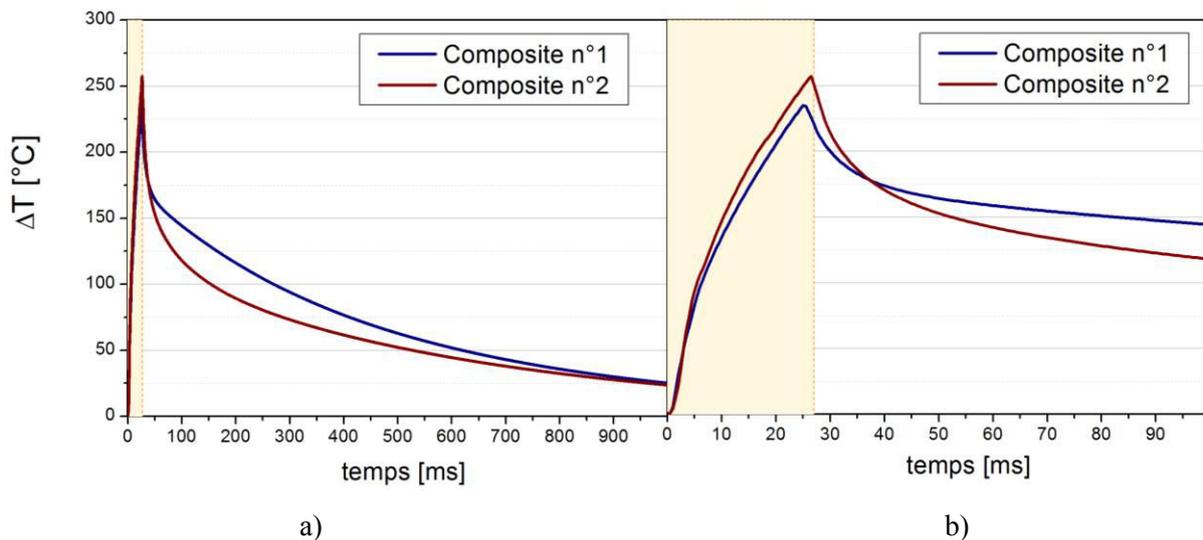


Figure 5.17 : Elévations de température moyennées sur cinq échantillons pour les deux types de pré-imprégnés; a) de 0 à 1000 ms; b) zoom entre 0 et 100 ms.

A l'état vierge, sans mise en forme, pour une même puissance fournie, on observe donc un comportement qui dépend de la microstructure du matériau. Dans le procédé le pli inférieur a été préalablement chauffé et compressé par le rouleau. On s'intéresse à l'effet de la modification de la microstructure sur le pli composite

n°1. Pour cela, les plis sont placés sous une presse à 350°C pendant 30s. Localement la pression exercée par les plateaux sur le pli est estimée à 2 MPa. Après mise en forme, l'épaisseur de la bande est mesurée à 130 µm. Puis le pli est chauffé avec la diode laser dans des conditions identiques. Pour rappel, pour les temps inférieurs à 30 ms pour le matériau n°1, la température de surface ne dépend pas de l'épaisseur du pli. Sur la Figure 5.18a), on compare l'élévation de température obtenue avec celle des plis n°1 et n°2 initiaux. On observe que la température de surface maximale atteinte est nettement supérieure:

- Matériau composite n°1 sous presse à 350°C : $\Delta T = 251^\circ\text{C}$.

Lors de la mise en forme sous la presse, la matrice pure fondue présente en surface flue sous l'effet de la pression. En refroidissant l'épaisseur e_{PEEK} est donc réduite et la température maximale atteinte en surface diminue. En revanche, l'arrangement des fibres n'est impacté qu'en surface par la mise en forme. En effet, sur la Figure 5.18b), la comparaison des températures de surface par rapport au maximum atteint à 25 ms, indique que la vitesse de refroidissement du pli, aux premiers instants, n'est pas modifiée. Même si ces hypothèses devraient être attestées par des coupes micrographiques avant et après mise en forme, la température de surface diminue avec l'épaisseur e_{PEEK} .

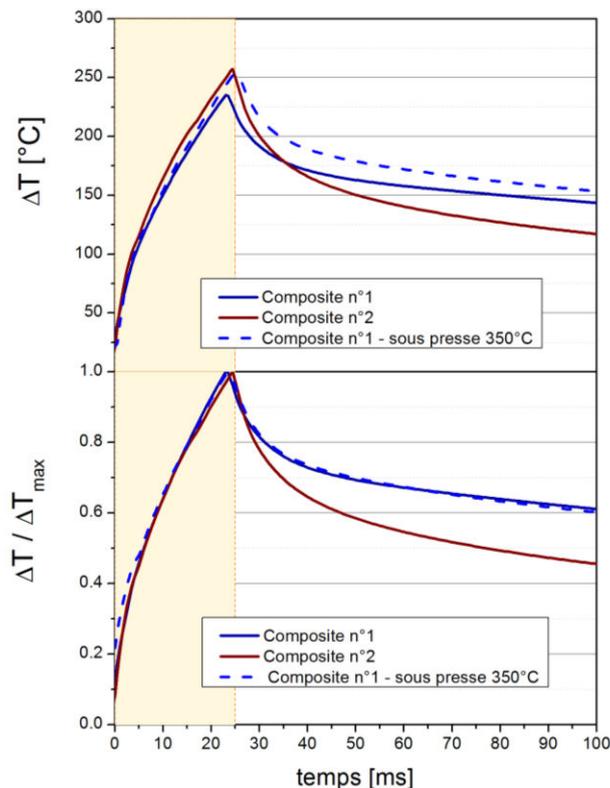


Figure 5.18 : Comparaison des élévations de températures de surface absolues (a) et normalisées (b) pour cinq échantillons crus n°1 et n°2, et un échantillon n°1 mis en forme sous presse à 350°C.

3.3 Mesure de flux thermique en face arrière

Sur la Figure 5.19, les flux thermiques mesurés par le capteur de flux en face arrière des cinq échantillons n°1 (a) et n°2 (b) sont présentés. La mesure du flux étant effectuée localement, la variabilité sur les maxima de flux atteint est importante. En effet, il est fort probable que la zone d'influence du capteur, sur laquelle il capture un certain flux moyen, soit de taille relativement faible : de l'ordre de $300\mu\text{m}$, diamètre des logements de thermocouples. Comme on le pressent d'après les micrographies de la Figure 5.10, la distance entre points de contact peut être de cet ordre de grandeur. Ainsi, on observe une variabilité de 20 % environ sur les pics mesurés (Tableau 5.3). Par ailleurs, le pic de flux observé dans l'étude numérique préliminaire n'apparaît pas clairement dans les données expérimentales. L'effet du décollement sur le flux transmis est certainement caché par le bruit de mesure.

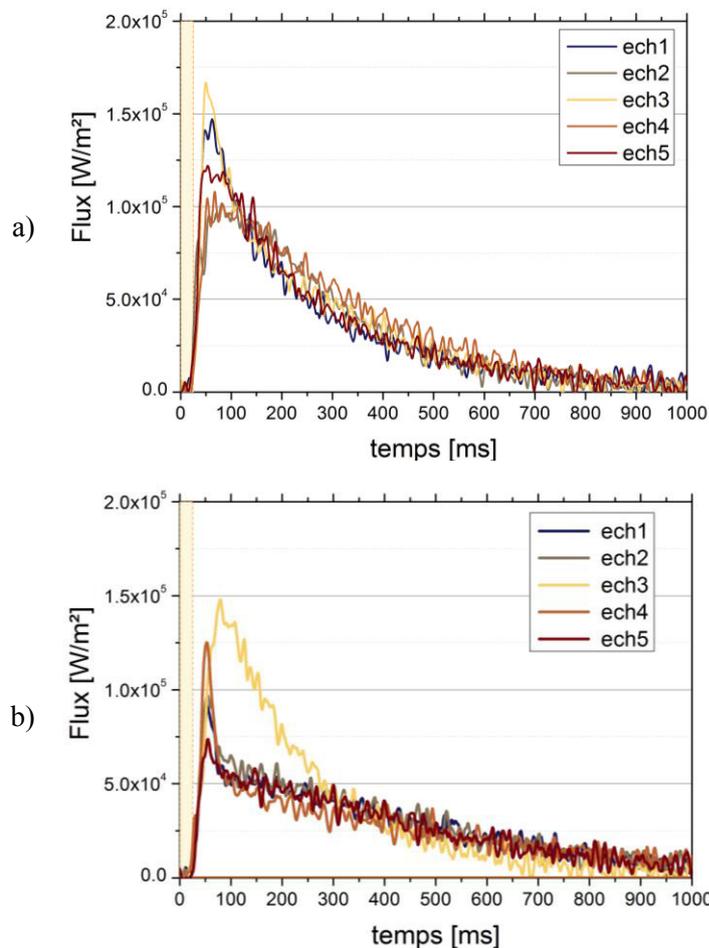


Figure 5.19 : Flux thermique mesuré à l'aide du capteur de flux pour les cinq plis composites n°1 (a) et n°2 (b).

Sur la Figure 5.20, les flux transmis moyens mesurés en face arrière sont présentés pour les deux types de plis. Il apparaît nettement que les transferts thermiques à l'interface avec le bâti en acier inoxydable se déroulent différemment pour les deux composites. Par ailleurs, on observe aussi que le démarrage du flux s'opère à respectivement :

- Composite n°1 : 20 ms
- Composite n°2 : 22 ms

Ces valeurs sont identiques à celle obtenues à l'aide du modèle numérique. Dans la suite, cela indique que le modèle de lame d'air équivalente pour simuler le décollement du pli est pertinent.

Comme précédemment, le flux transmis en face arrière pour le pli mis en forme sous presse à 350°C est représenté. Il apparaît que le maximum du flux atteint est plus de deux fois supérieur à celui du même pli, avant passage sous presse (Tableau 5.3). Cette accélération du transfert thermique est induite, d'une part, par la diminution de la taille du pli, et d'autre part, par la diminution de la rugosité de surface et donc la RTC. Enfin, l'énergie surfacique transmise calculée est légèrement supérieure à celle obtenue pour les deux plis. L'amplitude du signal étant plus importante, le ratio signal / bruit et les pertes diminuent. On peut noter toutefois que dans le procédé réel, le temps de contact sous le rouleau est très nettement inférieur aux 30s testées ici. Le cas compressé présenté majore largement ce transfert interfacial par rapport au procédé réel. En pratique, le transfert entre le pli déposé et le rouleau sera très proche des courbes sans compression, ainsi que le transfert entre le pli déposé et le substrat également proche de ce comportement. De plus, la mesure du flux thermique est très sensible à l'état de surface et donc au degré de contact intime, ce qui en permettra l'étude ultérieure.

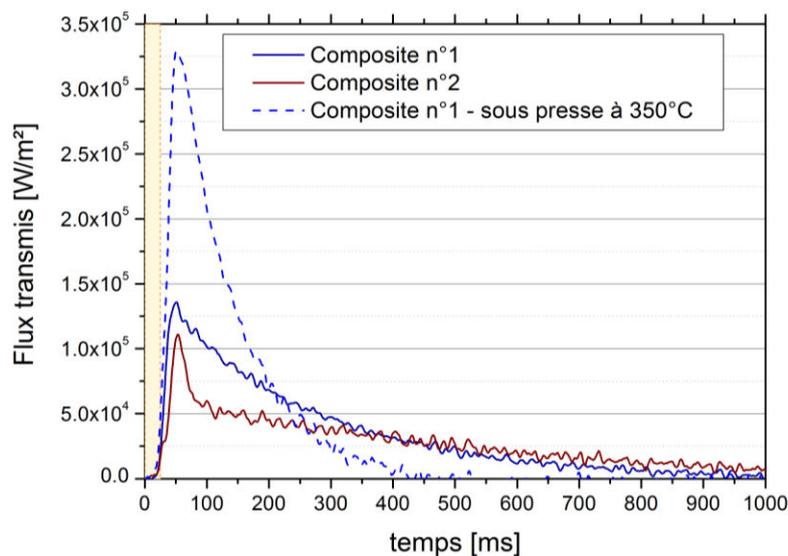


Figure 5.20 : Comparaison des flux transmis pour les deux plis n°1 et n°2, et le pli n°1 mis en forme sous presse à 350°C.

Tableau 5.3 : Analyse de la dispersion sur le maximum du flux transmis

Matériau	Maximum du flux [W.m ⁻²]	Ecart type [W.m ⁻²]	Energie surfacique [J.m ⁻²]
Composite n°1	1,29.10 ⁵	2,7.10 ⁴	31088
Composite n°2	1,1.10 ⁵	2,6.10 ⁴	35111
Composite n°1 sous presse à 350°C	3.25. 10 ⁵	/	38300

3.4 Comparaison au modèle thermique préliminaire

3.4.1 Analyse de l'étape de chauffage et début de refroidissement [0 – τ₀]

Pour chaque matériau, les élévations de température de surface mesurées avec la caméra thermique, toujours moyennées sur la zone de 5x5 mm², sont comparées aux résultats obtenus à l'aide du modèle présenté dans la section précédente (§ 2.). Bien que l'on ne s'intéresse qu'aux premiers instants de l'expérience, le modèle numérique est résolu sur 1 seconde avec, en face arrière, la condition à la limite présentée en 2.1.7.

Dans un premier temps, il apparait nettement que dans les deux cas, la température de surface à la fin du chauffage, calculée avec une conductivité thermique égale à 0.43 W.m⁻¹.K⁻¹, est surestimée par le modèle thermique (Figure 5.21). Puis, après l'arrêt de la source laser, la vitesse de refroidissement est également surestimée par le modèle numérique. Pour les deux matériaux, les chutes de températures sont plus faibles que celles prédites par le modèle. Une première approche consiste à chercher une valeur de conductivité thermique permettant d'approcher le calcul numérique de la courbe expérimentale. Ainsi, les valeurs permettant de minimiser l'écart sont de 0.6 W.m⁻¹.K⁻¹ et 0.49 W.m⁻¹.K⁻¹ pour respectivement le matériau n°1 (Figure 5.21a) et le matériau n°2 (Figure 5.21b). Pour ce dernier, la valeur de conductivité thermique est cohérente avec celle de la mesure.

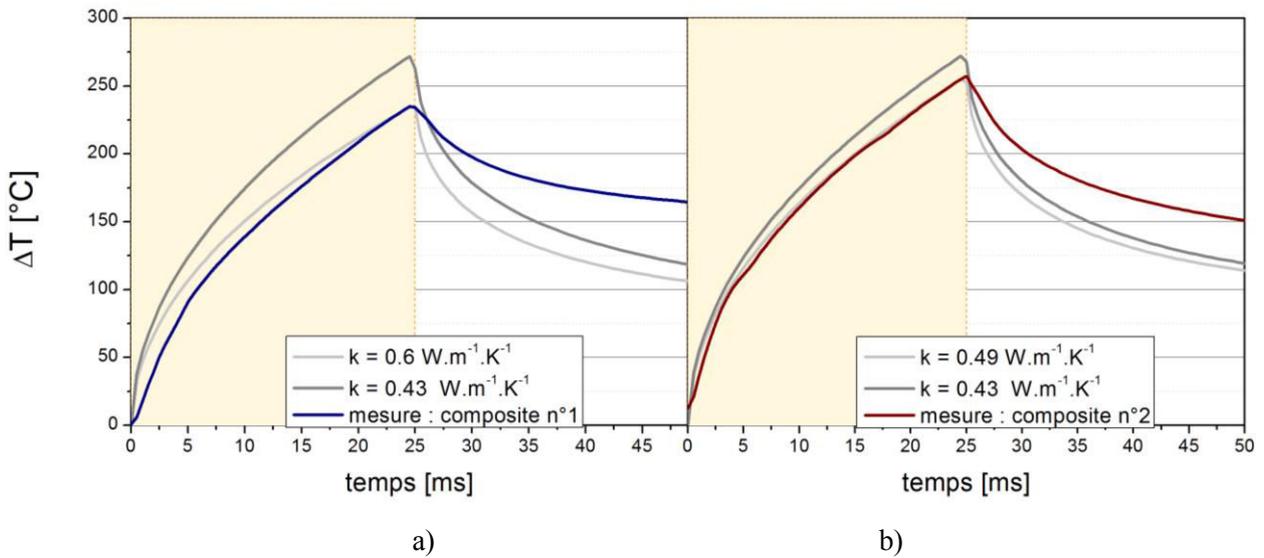


Figure 5.21: Comparaison des élévations de température en avant entre les instantes 0 et 50 ms obtenues par thermographie IR et avec le modèle 1D préliminaire. a) pli n°1 ; b) pli n°2.

Bien que l’ajustement de la conductivité thermique permette d’obtenir une valeur identique d’élévation de la température à la fin du chauffage, **la vitesse de refroidissement est toujours surestimée**. Afin de s’affranchir de l’erreur de la mesure de conductivité thermique, les températures de surface normalisées par rapport à la température maximale, atteinte en fin de chauffage, sont comparées sur la Figure 5.22.

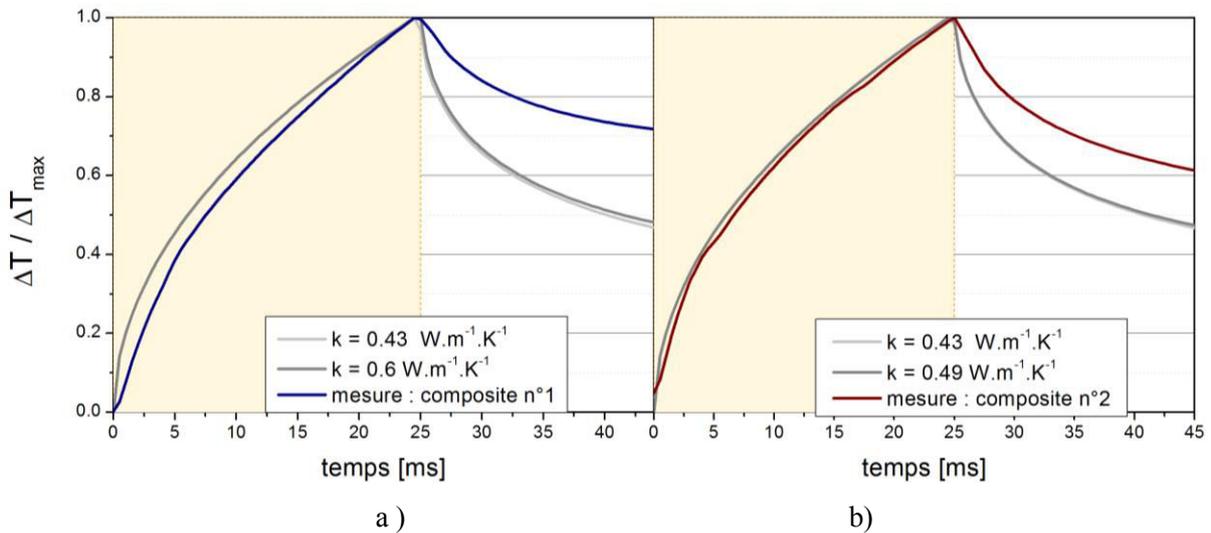


Figure 5.22 : Comparaison des températures normalisées par rapport à la température maximale.

Sur ce graphique, il apparaît nettement que la vitesse de refroidissement n’est pas correctement prédite par le modèle thermique préliminaire. Ces résultats suggèrent la présence d’un effet capacitif, qui d’une part conduirait à un échauffement moindre et maintiendrait plus longtemps la chaleur en surface après l’arrêt de la source de chauffage, entraînant un ralentissement du refroidissement observé par la caméra infrarouge.

Du fait de la différence de comportement entre les deux plis, on peut attribuer ce régime capacitif aux microstructures de chaque pli. On note en effet que l'écart entre les mesures et les températures obtenues numériquement est moindre pour le matériau n°2 que pour le matériau n°1. Etant donné l'arrangement homogène des fibres dans la matrice pour le premier (voir Figure 5.8), il est cohérent que les hypothèses du modèle thermique conviennent mieux à ce matériau. Pour le matériau n°1 en revanche, l'épaisseur e_{PEEK} de matrice polymère identifiée sur la micrographie, ainsi que la dispersion des fibres, agissent comme une couche capacitive en surface ou légèrement sous la surface.

Dans la suite, on se concentrera sur la modélisation cet effet capacitif en surface en fonction de la microstructure. La température de surface étant indépendante du transfert en face arrière entre 0 et τ_0 , l'identification d'un modèle de la zone d'absorption pour le composite sera réalisée dans cet intervalle de temps.

3.4.2 Analyse du refroidissement en face avant [$\tau_0 - 1000$ ms]

Calcul de la résistance thermique de contact

A partir du modèle préliminaire, on a cherché à modéliser les transferts thermiques à l'interface pli / bâti à l'aide d'une résistance thermique de contact. Pour cela, on utilise la formulation générale :

$$RTC = \frac{T_{z=e,+} - T_{z=e,-}}{\varphi_{out}} \quad (5.16)$$

Dans ce cas, il est nécessaire d'estimer la température d'interface, côté pli, $T_{z=e,+}$. Cette donnée n'étant pas accessible expérimentalement avec le dispositif actuel, il est nécessaire de l'estimer numériquement. Ce faisant, le modèle préliminaire (2.1) est résolu en posant pour conditions aux limites :

- En surface, la température provenant de la caméra thermique

$$T(z = 0, t) = \Delta T_{surface,exp}(t) \quad (5.17)$$

- En face arrière, le flux mesuré par le capteur de flux.

Le deuxième terme de température, $T_{z=e,-}$ est obtenu par méthode inverse et par continuité des propriétés du métal. L'estimation de la résistance thermique de contact est donc possible selon le modèle classique décrit ci-avant.

Du fait du décollement, les résistances thermiques de contact calculées ne sont représentées dans le temps qu'à partir de l'instant $\tau_{contact}$ (Figure 5.23)

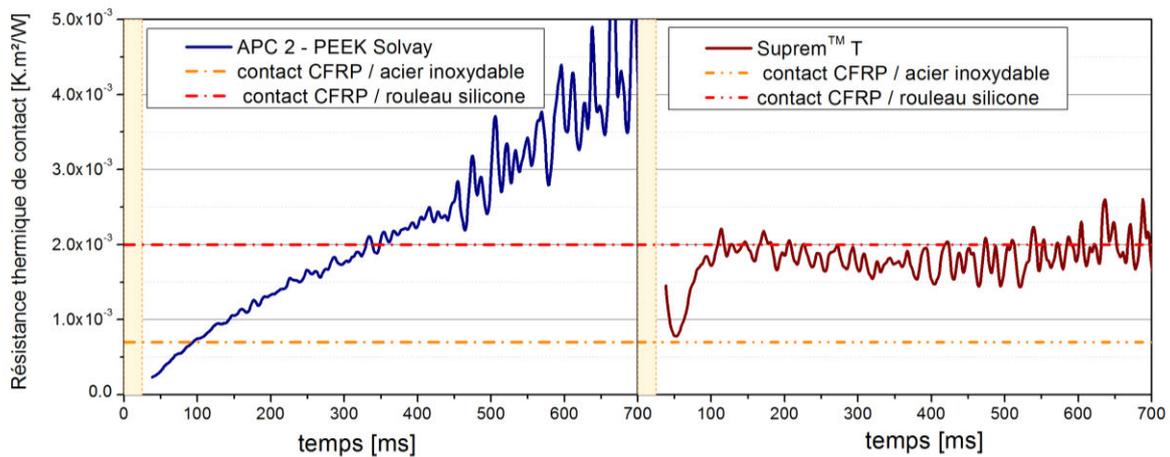


Figure 5.23 : Résistance thermique de contact estimée à partir du modèle thermique unidimensionnel continu, valeurs moyennes sur 5 échantillons.

Par cette approche, on estime une résistance thermique de contact établie à partir de 100 ms pour le pli composite n°2 égale à $1,8 \cdot 10^{-3} \text{ K.m}^2.\text{W}^{-1}$. Cette valeur est cohérente avec les ordres de grandeurs rapportées dans la littérature⁴. Pour le pli composite n°1, en revanche, la valeur de RTC évolue dans le temps.

La température en face avant étant strictement en-dessous de la température de fusion, aucun changement de phase n'a lieu dans le pli. Par ailleurs, d'après la mesure de déplacement, aucun mouvement macroscopique additionnel n'est observé après le retour du contact. De ce fait, le nombre de points de contact ne varie pas, et le coefficient RTC tel qu'il est défini devrait être constant, selon sa définition usuelle. L'évolution temporelle observée découle du fait que certaines hypothèses nécessaires à l'emploi de cette définition ne sont pas vérifiées :

- Les transferts thermiques sont stationnaires et établis
- La zone de contact doit être suffisamment fine pour être approchée par un plan.

3.4.3 Comparaison sur l'intervalle temporel entier

Pour évaluer la pertinence des valeurs de RTC calculées, les grandeurs mesurées sont réintégrées dans le modèle numérique et comparées aux mesures expérimentales. Pour cela, le modèle thermique 2.1 est résolu avec comme condition à la limite en face arrière :

- De 0 à τ_{contact} : la résistance thermique équivalente $R_{th,air}$ de la lame d'air (§ 2.1.7.2)
- De τ_{contact} à 1 s : la mesure de résistance thermique de contact (Figure 5.23).

Sur la Figure 5.24, on observe que les diminutions de température et de flux sont correctement approchées pour le matériau n°2 de 200 ms à 1s. En revanche, dans cet intervalle de temps, les vitesses de refroidissement sont surestimées pour le matériau n°1.

Bien que facile d'utilisation, l'emploi de cette formulation classique dans un modèle thermique ne permet pas de prédire correctement le flux transmis en face arrière pour le matériau de référence, ni par conséquent les températures. A l'instar des observations réalisées sur la zone de chauffage, un effet résistif accru est observé sur l'interface pli / bâti pour le matériau n°1 ralentissant la transmission du flux thermique. Un nouveau modèle permettant de traduire plus précisément les échanges à l'interface pli / bâti doit donc être mis en place, ce qui fera l'objet d'une étude décrite dans la suite.

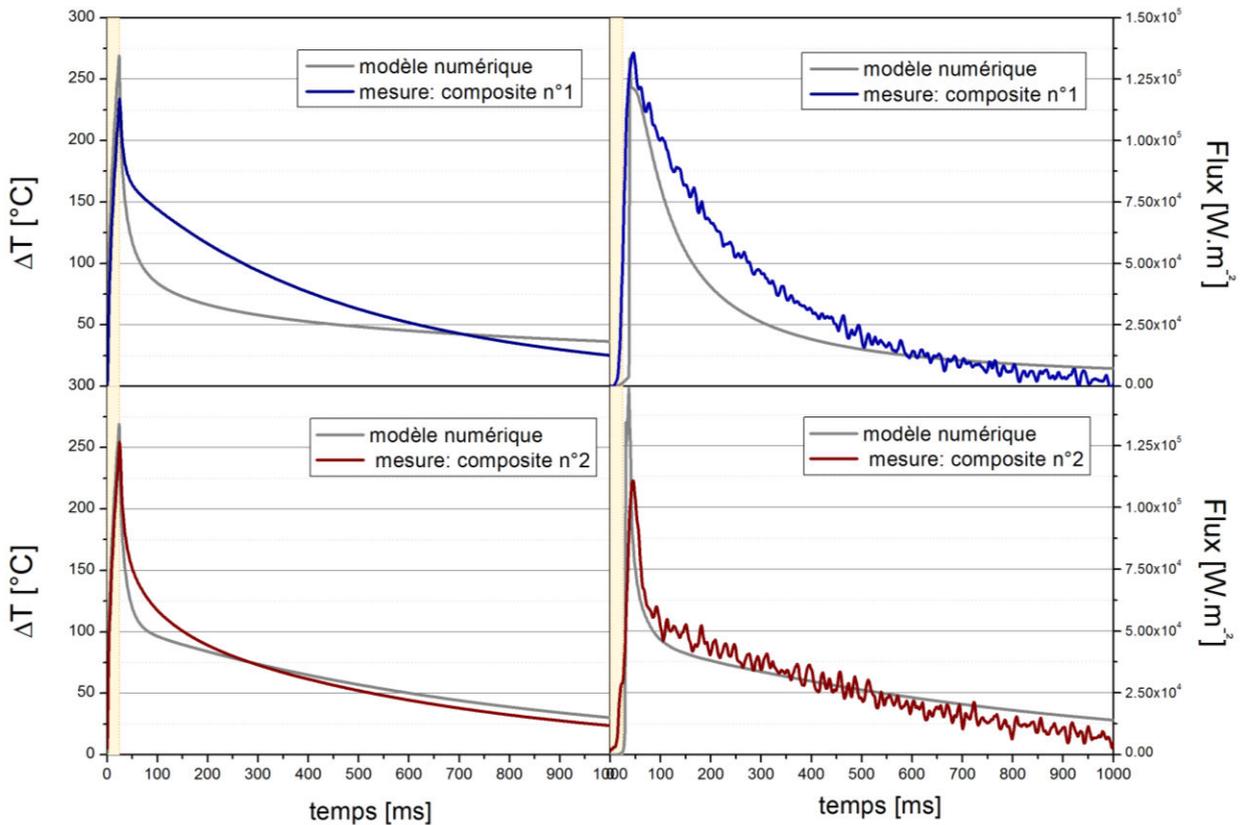


Figure 5.24 : Comparaison des mesures expérimentales aux résultats provenant de la simulation numérique

4. Modélisation de la source de chauffage

L'étude des profils de température en surface a mis en avant la divergence entre le modèle de surface homogène et continue et les mesures par thermographie infrarouge, pendant le chauffage et les premiers instants de la phase de refroidissement. L'origine de cet écart incite à investiguer les mécanismes d'absorption du flux laser en surface et à la microstructure des plis. Il convient également de s'interroger sur la signification de la température mesurée par la caméra thermique. En effet, en pratique, la matrice polymère présente à la surface et nécessaire à l'adhésion des plis est transparente dans la gamme spectrale du laser et de la caméra infrarouge.

4.1 Mécanismes d'absorption en surface

Lors du chauffage, les rayons incidents sont absorbés par les premières rangées de fibres, proches de la surface, et la matrice environnante sera chauffée par conduction comme l'illustre la Figure 5.25a). En fonction de la densité de fibres sous la source laser, la profondeur de pénétration des rayons avant l'absorption par le carbone varie. Dans le modèle préliminaire en revanche, l'hypothèse d'un flux sur une surface homogène est employée (Figure 5.25b).

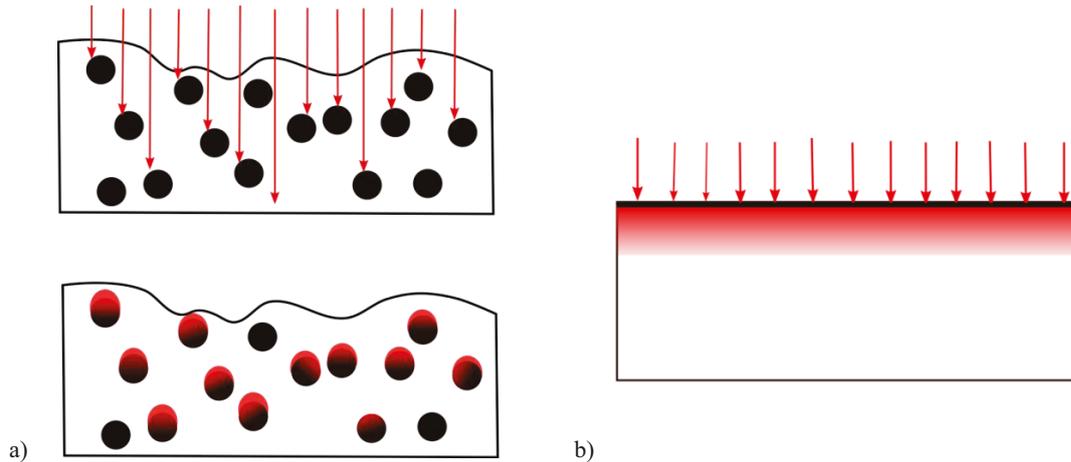


Figure 5.25 : a) Représentation schématique des mécanismes d'absorption et de conduction de la chaleur à la surface du pli composite; b) hypothèse de flux homogène.

Le volume thermiquement impacté lors du chauffage est donc compris entre la première et la dernière fibre irradiée. Le flux thermique radiatif noté φ_{tot} capté par la caméra, c'est-à-dire celui émergeant de la surface du matériau, est donc celui émis par la **zone chauffée en sub-surface** et transmis à travers la couche superficielle de matrice ; cette dernière ayant elle-même son émission thermique propre. En considérant que l'émissivité moyenne du volume chauffé est celle du composite et en prenant simplement en compte une couche homogène de PEEK en surface, il vient :

$$\varphi_{tot} = \tau_{PEEK} \varepsilon_{composite} T_{v,composite}^4 + \varepsilon_{PEEK} T_{v,PEEK}^4 \quad (5.18)$$

où $\varepsilon_{composite}$ et ε_{PEEK} respectivement l'émissivité du volume chauffé et de la matrice PEEK, τ_{PEEK} la transmittivité de la matrice PEEK, et $T_{v,composite}$ et $T_{v,PEEK}$ sont les températures aux frontières supérieures des milieux respectifs.

Comme évoqué au chapitre n°4, la faible épaisseur de polymère PEEK en surface est transparente dans la gamme spectrale de la caméra thermique (1.5 à 5.1 μm), particulièrement pour une épaisseur aussi faible. On peut donc considérer que :

$$\varphi_{tot} = T_{PEEK} \varepsilon_{composite} T^4_{v,composite} \quad (5.19)$$

La caméra thermique mesure donc le flux moyen émis par le volume et pas spécialement la température de surface. Elle mesure ainsi plutôt la température moyenne de la zone de sub-surface impactée par le rayonnement.

A l'instar de l'hypothèse du modèle préliminaire, dans la modélisation du procédé AFP, cette source volumique proche de la surface est généralement considérée suffisamment fine par rapport à l'épaisseur du matériau pour être réduite à une source surfacique à la surface d'un matériau homogène (Figure 5.25b). Or, comme il ressort de la comparaison modèle / expérience précédente, cette approche échoue à restituer à la fois la cinétique du chauffage et du refroidissement. En ajustant la conductivité thermique par rapport au maximum de température atteint, la vitesse de refroidissement après l'arrêt de la source laser est surestimée.

4.2 Modélisation de la zone d'absorption

4.2.1 Présentation du modèle

On propose donc ici de modéliser ce phénomène par une **source volumique uniforme** étendue sur une distance e_{SOURCE} et située sous une couche de matrice d'épaisseur e_{PEEK} en surface (Figure 5.26). Les propriétés thermiques de la couche PEEK sont résumées dans le Tableau 5.4.

Tableau 5.4 : Propriétés thermiques du PEEK

Propriétés thermiques	Valeur
Densité [kg.m ⁻³]	1300
Capacité thermique [J.kg ⁻¹ .K ⁻¹]	953.4+3.103*T[°C]
Conductivité thermique [W.m ⁻¹ .K ⁻¹]	0.29

L'équation de la chaleur s'écrit donc :

$$\left\{ \begin{array}{l} \rho_{PEEK} C_{p,PEEK} \frac{\partial T}{\partial t} = -k_{t,PEEK} \frac{\partial^2 T}{\partial z^2} \text{ pour } z \in [0, z_{PEEK}] \\ \rho_{composite} C_{p,composite} \frac{\partial T}{\partial t} = -k_{t,composite} \frac{\partial^2 T}{\partial z^2} + Q \text{ pour } z \in [z_{PEEK}, z_{source}] \\ \rho_{composite} C_{p,composite} \frac{\partial T}{\partial t} = -k_{t,composite} \frac{\partial^2 T}{\partial z^2} \text{ pour } z \in [z_{source}, z_e] \\ \rho_a C_{p,a} \frac{\partial T}{\partial t} = -k_a \frac{\partial^2 T}{\partial z^2} \text{ pour } z \in [z_e, H] \end{array} \right. \quad (5.20)$$

Avec la source de chaleur volumique :

$$Q = \frac{\alpha_\lambda \phi_{in}}{e_{source}} \quad (5.21)$$

Les transferts thermiques entre la couche de matrice, la source de chauffage et le composite sont supposés continus, soit :

$$k_{t,composite} \frac{\partial T}{\partial z} \Big|_{z=e_{PEEK}} = k_{PEEK} \frac{\partial T}{\partial z} \Big|_{z=e_{PEEK}} = k_{t,composite} \frac{\partial T}{\partial z} \Big|_{z=e_{source}} \quad (5.22)$$

En face arrière, les calculs sont menés avec les conditions (5.11) et (5.12) où la RTC en face arrière est imposée à $5 \cdot 10^{-4} \text{ K} \cdot \text{m}^2 \cdot \text{W}^{-1}$.

Enfin, le modèle est résolu sur un intervalle de temps d'une seconde. Néanmoins, on ne s'intéresse ensuite à la température de surface au point d'abscisse $z = z_{PEEK}$, sur la plage $[0, \tau_0]$ uniquement. Conformément à l'hypothèse formulée, la température de ce point est supposée représentative de ce que mesure la caméra IR.

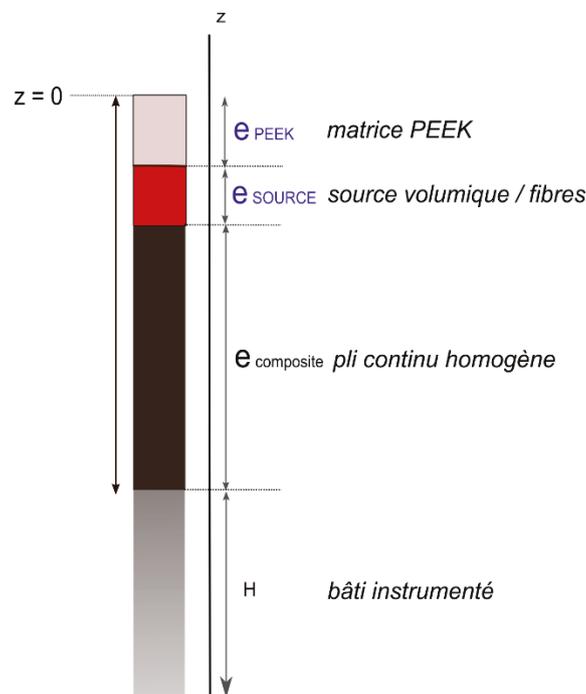


Figure 5.26 : Modélisation de la partie supérieure du pli composite.

Sur la Figure 5.27a), on présente l'évolution de la température $T(z = z_{PEEK})$ sous une épaisseur de matrice de $5 \mu\text{m}$ avec une source volumique de subsurface ($e_{SOURCE} = 10 \mu\text{m}$) ou seulement surfacique ($e_{SOURCE} = 0 \mu\text{m}$). Les résultats sont comparés au modèle avec une source surfacique en surface du pli ($e_{PEEK} = e_{SOURCE} = 0 \mu\text{m}$). La valeur de température maximale atteinte en surface du pli décroît lorsque la source volumique sub-surface est prise en compte. Sur la Figure 5.27b), les températures normalisées par rapport au maximum atteint sont présentées. On observe qu'en insérant une source volumique éloignée de la surface, on parvient à représenter l'effet capacitif observé expérimentalement sur la vitesse de refroidissement. Dans la suite, on cherchera à identifier les paramètres e_{PEEK} et e_{SOURCE} représentatifs associés aux données expérimentales.

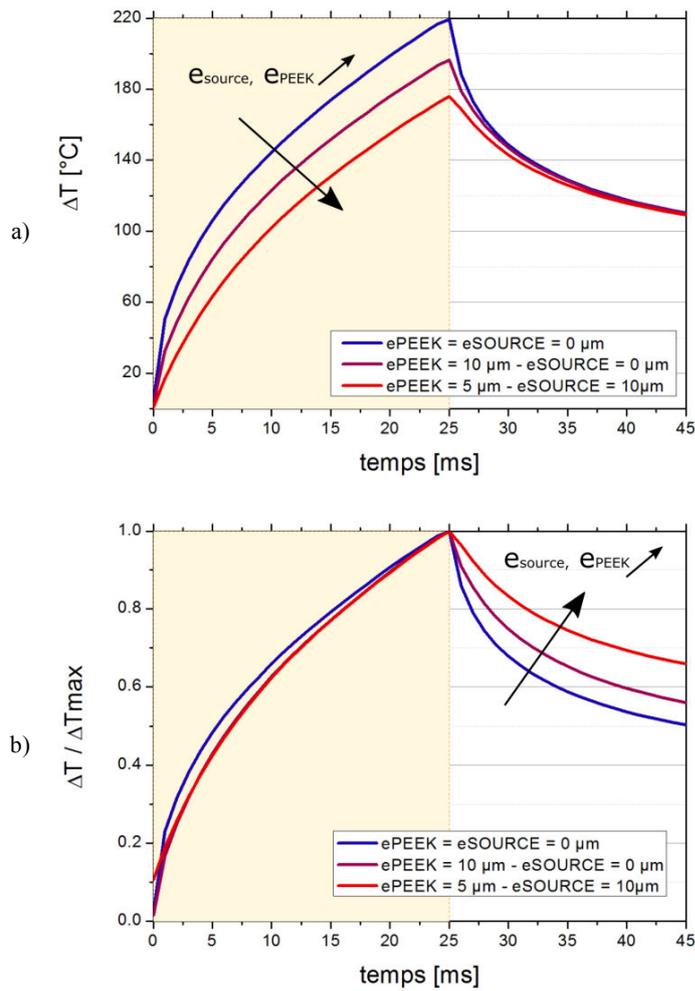


Figure 5.27 : Effet d'une zone d'absorption volumique sub-surface sur l'élévation normalisée de la température.

4.2.2 Etude de sensibilité

A partir de la mesure de la température de surface sur l'intervalle de temps $[0, \tau]$, deux paramètres doivent être identifiés : e_{SOURCE} , et e_{PEEK}

Dans un premier temps on représente les sensibilités de la température de surface en T2 à chaque paramètre (Figure 5.28). Il apparait clairement que les sensibilités sont liées : Les amplitudes et les allures de $K_{e_{PEEK}}$ et $K_{e_{SOURCE}}$ sont assez similaires dans le temps. Les paramètres : e_{SOURCE} , et e_{PEEK} sont corrélés et il sera difficile de les identifier indépendamment à partir de la seule température de surface. Dans la suite, on cherche donc à trouver une relation entre les paramètres afin de réduire leur analyse à une seule variable.

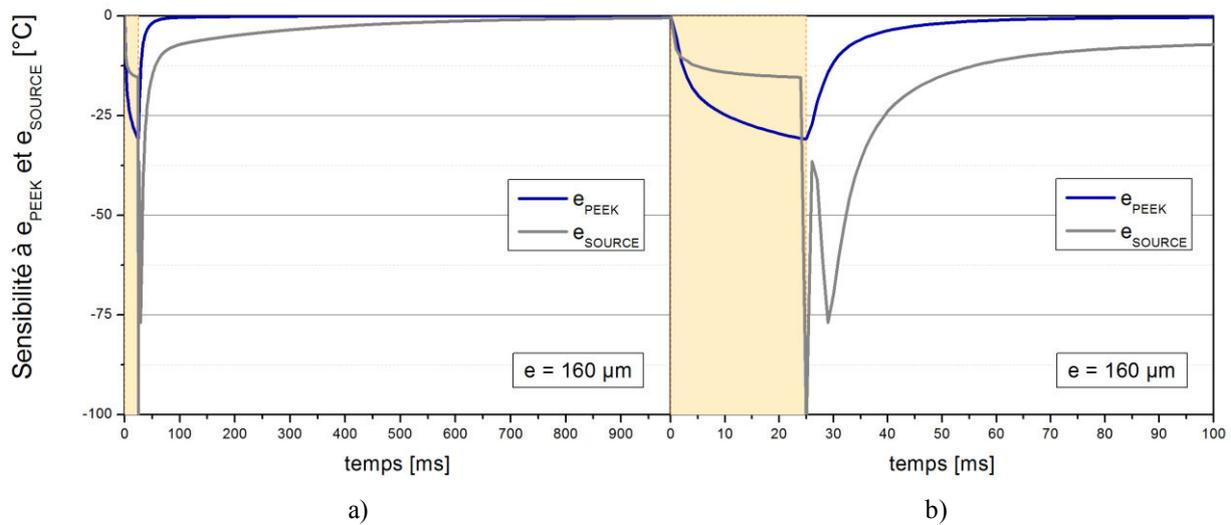


Figure 5.28 : Sensibilité réduite à e_{SOURCE} et e_{PEEK} de 0 à 1s (a) et de 0 à 100 ms (b).

4.2.3 Modèle simplifié à un paramètre

A partir de micrographies de coupe des deux matériaux (Figure 5.10), on observe que lorsque les fibres sont resserrées, elles sont également proches de la surface. A l'inverse, des fibres dispersées en sont plus éloignées. On propose alors la relation :

$$e_{PEEK} = \delta e_{SOURCE} \text{ avec } \delta < 1 \quad (5.23)$$

Dans un premier temps, on choisit $\delta = 0.5$.

Une étude paramétrique sur e_{SOURCE} , pour des valeurs de 5 à 20 μm , est présentée sur la Figure 5.29. On suit alors l'évolution de la température indiquée par la position T_{couche} $T(z = z_{PEEK})$ sur la Figure 5.26. Lorsque la valeur de e_{SOURCE} augmente, le volume de polymère en surface à chauffer est plus important, et donc pour une énergie fournie constante, la température maximale en face avant atteint un niveau plus faible (Figure 5.29.a). Après l'arrêt de la source laser, la dissipation de chaleur concerne également un volume plus grand. La température au point $z = z_{PEEK}$ diminue donc moins rapidement (Figure 5.29.b).

Dans le procédé AFP, la température maximale atteinte par la surface du pli est un paramètre majeur pour la réussite de l'adhésion à l'interface. La détermination du paramètre e_{SOURCE} pour les deux types de plis est donc conditionnée par la bonne prédiction de la température de surface en fin de chauffage. Dans la suite, différents paramètres sont testés pour minimiser l'écart entre les températures de surface expérimentale et numérique.

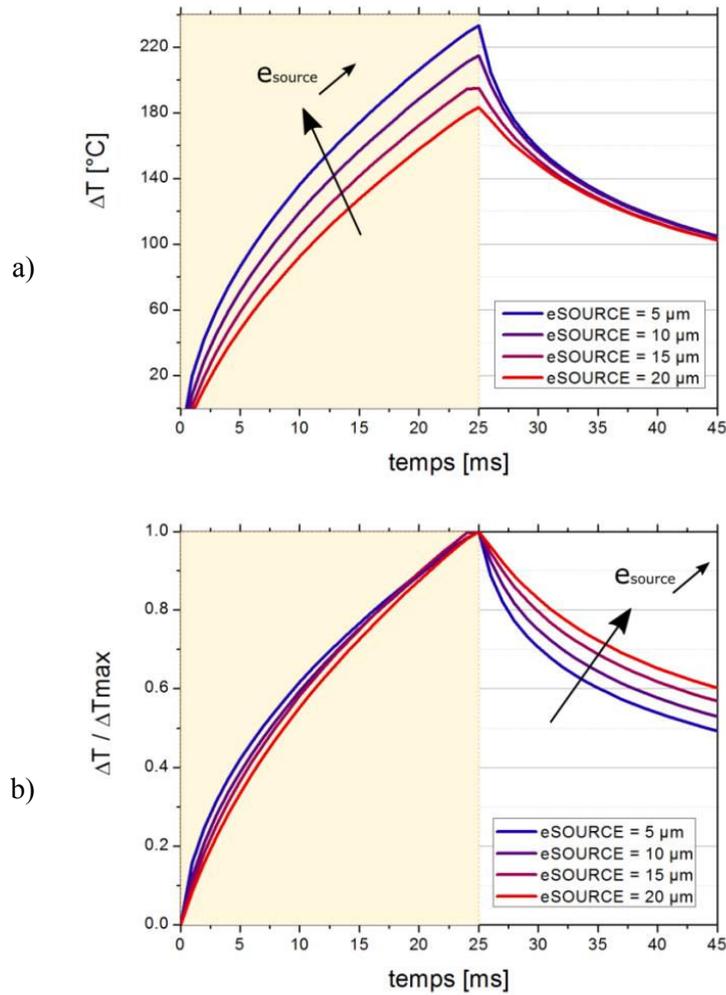


Figure 5.29 : Influence du paramètre e_{source} sur les élévations de températures absolues (a) et normalisées (b) calculées au point T_{couche} à partir du modèle réduit à un paramètre avec $\delta = 0.5$.

4.2.4 Résultats

Par ajustement manuel des valeurs de e_{SOURCE} , on trouve :

- Composite n°1 (référence) : $e_{SOURCE} = 12 \mu\text{m}$.
- Composite n°2 : $e_{SOURCE} = 7 \mu\text{m}$.

Les évolutions de températures absolues et normalisées correspondantes sont représentées sur les Figure 5.30 et la Figure 5.31 respectivement. Le modèle améliore donc la prédiction de la température de surface finale et du refroidissement, notamment pour le matériau n°1 (Figure 5.30a et Figure 5.31a). L'écart sur la vitesse de refroidissement sont encore importants pour le matériau n°2 (Figure 5.31b). Ce dernier peut être attribué à la corrélation choisie entre e_{PEEK} et e_{source} . Une étude numérique ne faisant pas d'hypothèse sur ces deux paramètres permettra d'améliorer ses résultats.

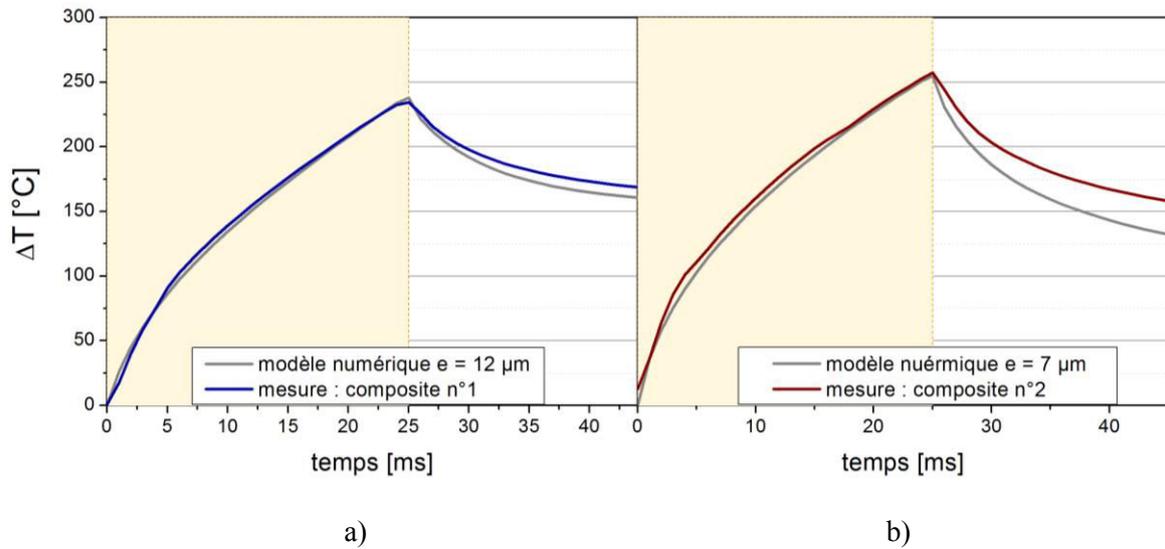


Figure 5.30 : Elévation de températures en surface pour les matériaux composites n°1 (a) et n°2 (b) en considérant une source de chauffage volumique d'épaisseur e_{SOURCE} située à une profondeur $e_{\text{SOURCE}}/2$

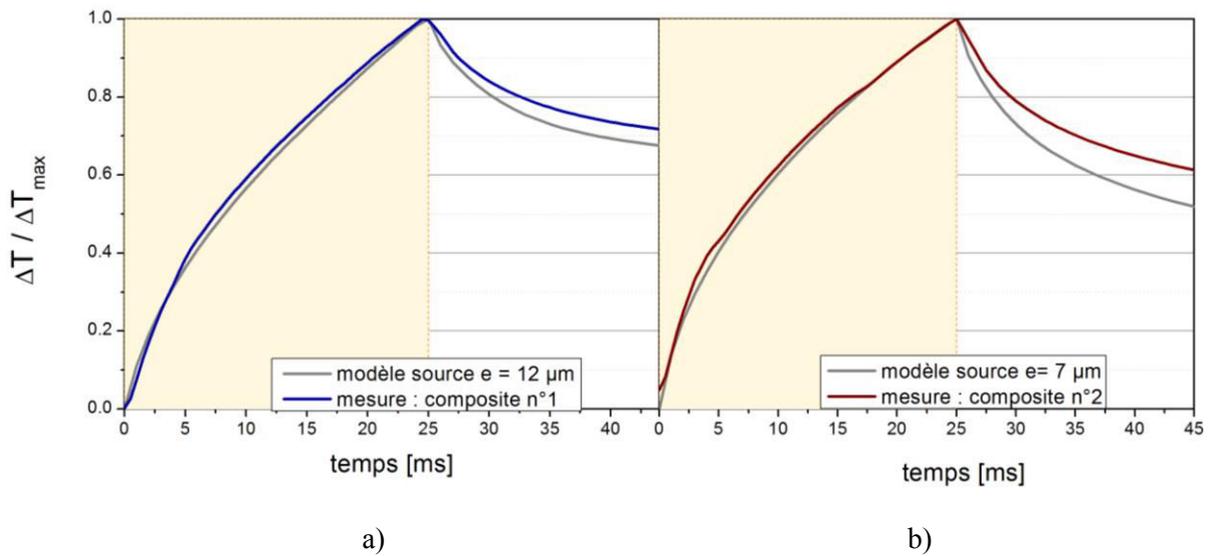


Figure 5.31 : Températures normalisées pour les matériaux composites n°1 (a) et n°2 (b) en considérant une source de chauffage volumique d'épaisseur e_{SOURCE} .

En conclusion, l'approche de la modélisation de la zone d'absorption par une source volumique sub-surface est pertinente au vu des premiers résultats obtenus sur les deux types de plis. Une optimisation plus poussée de la forme de source optimale permettrait d'affiner encore le résultat, mais nous nous arrêtons à cette conclusion, laissant cette tâche à des travaux numériques futurs. Notons aussi que des caractérisations notamment sur la mesure des conductivités thermiques des plis, seraient les bienvenues pour affiner cette méthode.

5. Modélisation des transferts thermiques à l'interface pli / bâti

Il a été vu précédemment que, pour le matériau n°1, la représentation des transferts thermiques à l'interface entre le pli et le bâti à travers le modèle de résistance thermique de contact ne permet pas de prédire le refroidissement en face avant, aux temps longs. La comparaison avec le matériau n°2 permet d'attribuer cet écart à la microstructure du pli et sa topographie de surface.

5.1 Mécanismes de transfert thermique en face arrière du pli

En pratique, du fait de la rugosité de surface et selon le nombre de points de contact effectifs, le flux emprunte des chemins préférentiels hors de l'axe unidimensionnel (Figure 5.32). Cet effet est renforcé par la nature du matériau au bord du pli et donc, pour un composite, par la distribution des fibres. Ainsi, les lignes de flux convergeront vers les zones de contact riches en fibres. En conséquence, il existe une zone perturbée d'épaisseur non négligeable, dépendant de la microstructure du pli et de sa rugosité, qui entraîne un retard dans l'établissement des transferts thermiques avec le bâti. A partir des coupes micrographiques, il est clair que, pour le matériau n°1, la distribution des fibres au bord du pli est inhomogène et que le nombre de points de contact possibles avec une surface plane est limité. Par ailleurs, sous l'effet de la température, des réarrangements locaux de fibres peuvent également se produire. Enfin, entre les différents points de contact, l'air piégé peut changer de volume sous l'effet de la température et provoquer des décollements locaux du pli, ralentissant d'autant plus le passage du flux.

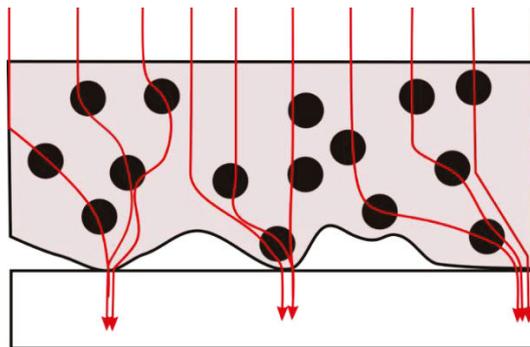


Figure 5.32 : Représentation schématique de la transmission du flux à l'interface pli / bâti.

5.2 Modélisation des transferts thermiques

5.2.1 Présentation du modèle

Pour représenter la zone de perturbation des lignes de flux, on ajoute en face arrière du modèle raffiné en surface (§4.2), une épaisseur résistive équivalente e_{res} , avec des propriétés thermiques k_{res} , $C_{p,res}$, ρ_{res} , sur le pli d'épaisseur constante e (Figure 5.33).

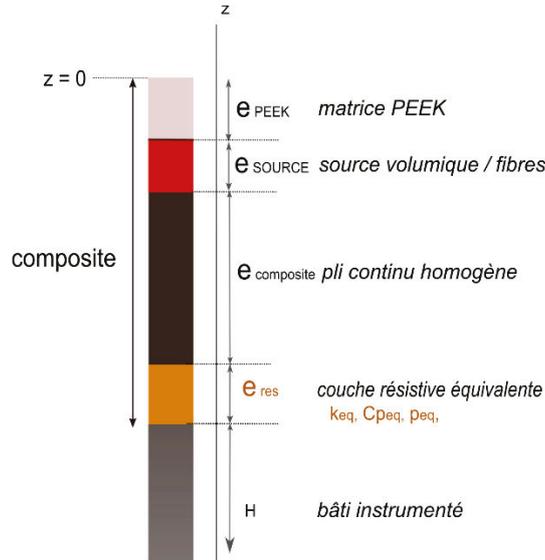


Figure 5.33 : Représentation schématique du modèle complet pour le pli composite n°1.

Dans ce modèle, l'équation de la chaleur s'écrit alors :

$$\left\{ \begin{array}{l} \rho_{PEEK} C_{p,PEEK}(T) \frac{\partial T}{\partial t} = -k_{t,PEEK} \frac{\partial^2 T}{\partial z^2} \text{ pour } x \in [0, z_{PEEK}] \\ \rho_{composite} C_{p,composite}(T) \frac{\partial T}{\partial t} = -k_{t,composite} \frac{\partial^2 T}{\partial z^2} + Q \text{ pour } x \in [z_{PEEK}, z_{source}] \\ \rho_{composite} C_{p,composite}(T) \frac{\partial T}{\partial t} = -k_{t,composite} \frac{\partial^2 T}{\partial z^2} \text{ pour } x \in [z_{source}, z_{composite}] \\ \rho_{res} C_{p,res} \frac{\partial T}{\partial t} = -k_{t,res} \frac{\partial^2 T}{\partial z^2} \text{ pour } x \in [z_{APC2}, z_e] \\ \rho_a C_{p,a} \frac{\partial T}{\partial t} = -k_a \frac{\partial^2 T}{\partial z^2} \text{ pour } x \in [z_e, z_H] \end{array} \right. \quad (5.24)$$

La zone d'absorption estimée au § 4.2.4 est conservée ($e_{SOURCE} = 2e_{PEEK} = 12 \mu\text{m}$). On focalise ici uniquement sur les plis n°1 de référence, car le modèle à RTC constante semble donner satisfaction pour le matériau n°2.

L'influence de l'épaisseur, de la conductivité thermique, et l'inertie thermique de la zone perturbée est analysée à travers une étude paramétrique (Figure 5.34a, b, et c) et une étude de sensibilités à partir du cas de référence :

- $e_{res} = 50 \mu\text{m}$,
- $k_{res} = 0.05 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$,

- $C_{p,res}, \rho_{res} = 2.10^6 \text{ J.m}^{-3}.\text{K}^{-1}$.

Lorsque e_{res} augmente, l'épaisseur effective de matériau composite $e_{composite}$ diminue (Figure 5.33) et la perturbation des lignes de flux se déroule sur un volume élevé. Il en résulte que la température de face avant est impactée plus tôt par les transferts thermiques en face arrière et refroidit plus lentement. Comme on peut le voir sur la Figure 5.34 a), l'accroissement de e_{res} entraîne une diminution de la vitesse de refroidissement dès l'arrêt de la source laser.

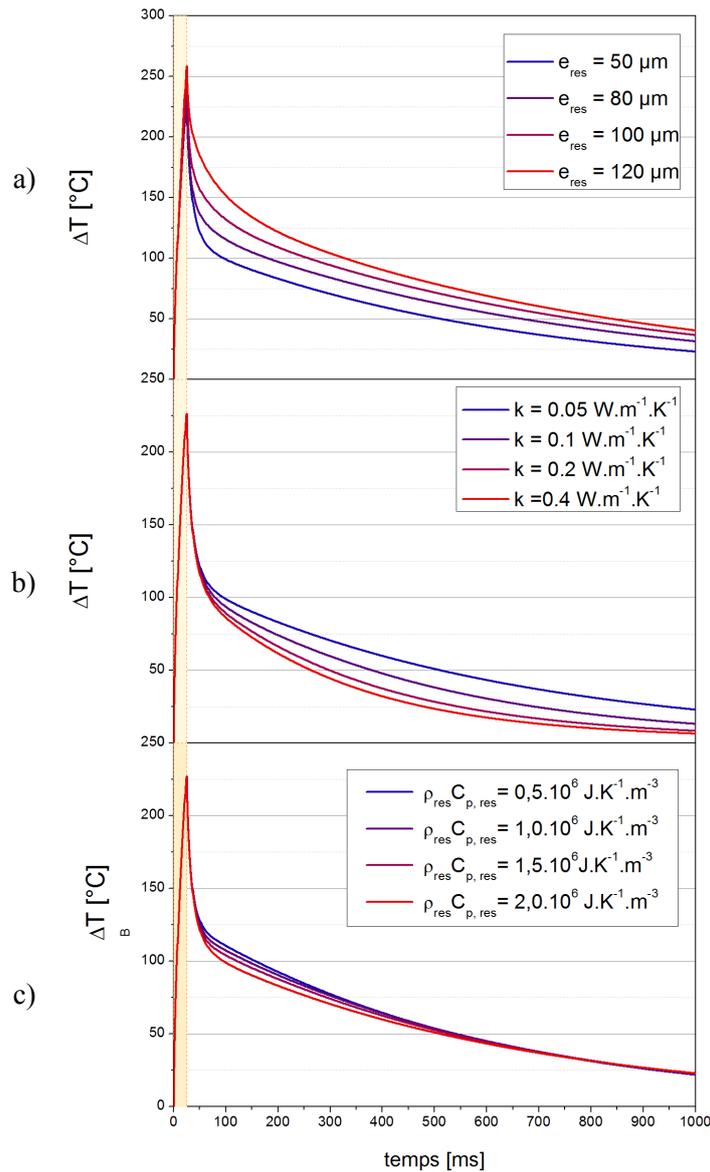


Figure 5.34 : Etude paramétrique de l'évolution de la température de surface en fonction de l'épaisseur e_{res} ($k_{res} = 0.05 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$, $\rho_{res}C_{p,res} = 2.10^6 \text{ J.K}^{-1}.\text{m}^{-3}$) (a), de la conductivité thermique ($e_{res} = 100 \text{ }\mu\text{m}$, $\rho_{res}C_{p,res} = 2.10^6 \text{ J.K}^{-1}.\text{m}^{-3}$) (b) et de $\rho_{res}C_{p,res}$ ($e_{res} = 100 \text{ }\mu\text{m}$, $k_{res} = 0.05 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$).

Sur la Figure 5.34b) et c), on observe que pour une épaisseur donnée, la modification de la conductivité thermique ou du produit $\rho_{res}C_{p,res}$ n'a d'impact qu'après le changement de régime de la température de surface

à τ_0 . Cela signifie que l'instant τ_0 est indépendant des propriétés de la couche et que la valeur de e_{res} peut être déduite de celle de τ_0 . Ceci est cohérent avec les remarques du chapitre 4 sur l'impact de la face arrière sur la température de surface.

Après τ_0 , la diminution de la conductivité thermique de la couche entraîne celle de la vitesse de refroidissement en face avant (Figure 5.34b). En effet, en augmentant la conductivité, le transfert par conduction est favorisé et, la résistance thermique équivalente de la zone perturbée diminue.

Enfin, l'influence du produit $\rho_{res}C_{p,res}$ est visible lors du changement de pentes uniquement (Figure 5.34c). En augmentant sa valeur, celle-ci se rapproche de $\rho_{composite}C_{p,composite}$ et la discontinuité entre les deux zones diminue. Sur la température de surface, cet effet retarde le changement de pente.

5.2.2 Etude de sensibilité

La Figure 5.35 présente la sensibilité de la température de surface pour les trois paramètres définissant la zone perturbée.

Deux zones peuvent être identifiées, séparées par l'instant $t_1 = 110$ ms. De 0 à t_1 , l'influence du produit $\rho_{res}C_{p,res}$ ne peut être distinguée de celle de la conductivité thermique. A l'inverse, la température de surface est très sensible à l'épaisseur de la zone perturbée. Il est donc possible d'identifier sa valeur indépendamment des propriétés thermiques. Pour les instants supérieurs à t_1 , l'amplitude de $K_{\rho_{res}C_{p,res}}$ est faible devant $K_{k,res}$ et $K_{e,res}$, et diminue rapidement. De plus, $K_{k,res}$ et $K_{e,res}$ ont des amplitudes très proches. Ainsi la conductivité thermique et l'épaisseur ont des influences du même ordre de grandeur. Il est donc nécessaire d'identifier l'épaisseur, puis les propriétés thermiques.

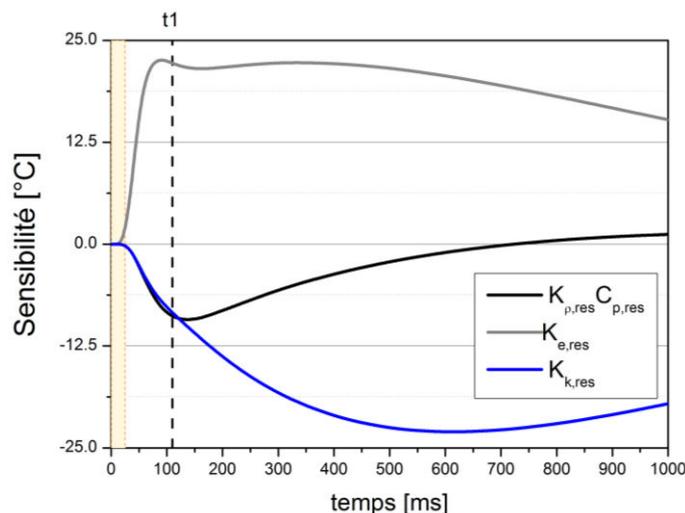


Figure 5.35 : Sensibilité de la température de surface aux paramètres e_{res} , k_{res} , et $\rho_{res}C_{p,res}$.

5.2.3 Identification des propriétés thermiques de la zone perturbée

Pour le pli n°1, l'épaisseur équivalente de la zone perturbée est ajustée progressivement en comparant l'instant de changement de pente sur la température de surface calculée à partir du modèle de référence ($k_{res} = 0.05 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$, $C_{p,res}$, $\rho_{res} = 2.10^6 \text{ J.m}^{-3}.\text{K}^{-1}$) et de la valeur expérimentale.

Après ajustement manuel, l'épaisseur de la couche perturbée est estimée à $80 \mu\text{m}$. Cette valeur représente 40 % de l'épaisseur du pli de $180 \mu\text{m}$. De plus, en retirant la zone d'absorption en surface pendant la phase de chauffage, l'épaisseur effective de composite équivalent est de $82 \mu\text{m}$. Il semble donc que la séparation des échelles soit très faible dans le cas de ce matériau. On récupère dans le comportement observé une part très importante liée aux effets de bords. L'utilisation du modèle homogénéisé intuitif et simple adopté ici pour représenter les transferts thermiques montre donc ici ces limites. Aller plus loin dans cette voie impliquerait une analyse numérique à micro-échelle en dehors des objectifs de ce travail.

Malgré tout, la démarche entreprise est poursuivie dans la suite, en conscience que des études supplémentaires sont nécessaires pour attribuer une signification physique à la zone perturbée équivalente. De ce fait, on intègre au modèle du pli d'épaisseur $180 \mu\text{m}$ la zone perturbée de $80 \mu\text{m}$.

La conductivité thermique k_{res} , dont on a vu que l'influence sur le profil de température est plus importante, est ajustée en premier pour reproduire la vitesse de refroidissement. Dans un deuxième temps, le produit $\rho_{res}C_{p,res}$ de la zone perturbée équivalente seront déterminés par comparaison avec les mesures de flux et de température. Après identification manuelle, avec ce second modèle, deux combinaisons de propriétés thermiques de la couche équivalente minimisent l'écart avec les mesures expérimentales :

- $k_{res} = 0.045 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$ et $\rho_{res}C_{p,res} = 1.10^4 \text{ J.m}^{-3}.\text{K}^{-1}$
- $k_{res} = 0.05 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$ et $\rho_{res}C_{p,res} = 1.10^5 \text{ J.m}^{-3}.\text{K}^{-1}$

La résistance thermique équivalente de cette couche est comprise entre $1.3.10^{-3}$ et $1.6.10^{-3} \text{ W.m}^2/\text{K}$, ce qui est pertinent avec l'ordre de grandeur de la résistance thermique de contact estimée avec le modèle classique.

Sur la Figure 5.36, l'élévation de température en surface (a et b) et le flux transmis en face arrière (c) obtenus avec les deux types de modèles sont comparés avec les mesures. Il apparaît que la prédiction de la température de surface lors du refroidissement est améliorée. Avec la zone perturbée équivalente la vitesse de refroidissement est correctement prédite. En revanche, le flux en face arrière est sous-estimé par rapport au modèle de RTC. Les résultats sont aussi comparés avec la température de surface et le flux transmis calculés avec le modèle présenté au § 4.2.1. Dans ce dernier, la RTC est ajusté afin d'avoir la meilleure correspondance possible. On voit qu'en imposant une condition de RTC établie en face arrière, il n'est pas possible de prédire à la fois la température de surface et le flux transmis.

La première raison de l'écart observé sur le flux est liée à la différence d'échelle de mesure entre le flux transmis et la température de surface. En effet, l'élévation de température est la mesure moyenne d'une aire de $5 \text{ mm} \times 5 \text{ mm}$ sur cinq échantillons. Si on tient compte de la prise de moyenne effectuée, l'élévation de température de surface correspond en fait au comportement moyen d'une surface de 25 mm^2 . A l'inverse le flux transmis n'est enregistré que localement en 5 points, avec donc une surface de mesure cumulée de l'ordre de 0.35 mm^2 . Or, il a été vu au dans la section 3. que la variabilité de la microstructure du pli n°1 entraine une variabilité importante à l'échelle locale. A l'inverse, l'analyse surfacique de température permet de tendre vers un comportement moyen représentatif. La connaissance du flux transmis en face arrière en chaque point est donc requise pour poursuivre l'étude.

Les résultats sont donc qualitativement et quantitativement satisfaisants, même si la dispersion sur la microstructure complexifie l'établissement d'un comportement moyen représentatif. Pour améliorer la connaissance du flux surfacique moyen en face arrière, une approche expérimentale peut être envisagée : on peut réaliser plusieurs mesures sur un même échantillon, tout en parcourant la surface de manière incrémentale. D'autre part, pour estimer la relation entre le flux moyen traversant la zone totale éclairée en face arrière et le flux ponctuel au centre, une étude numérique d'un modèle thermique en trois dimensions sur une microstructure réelle sera nécessaire.

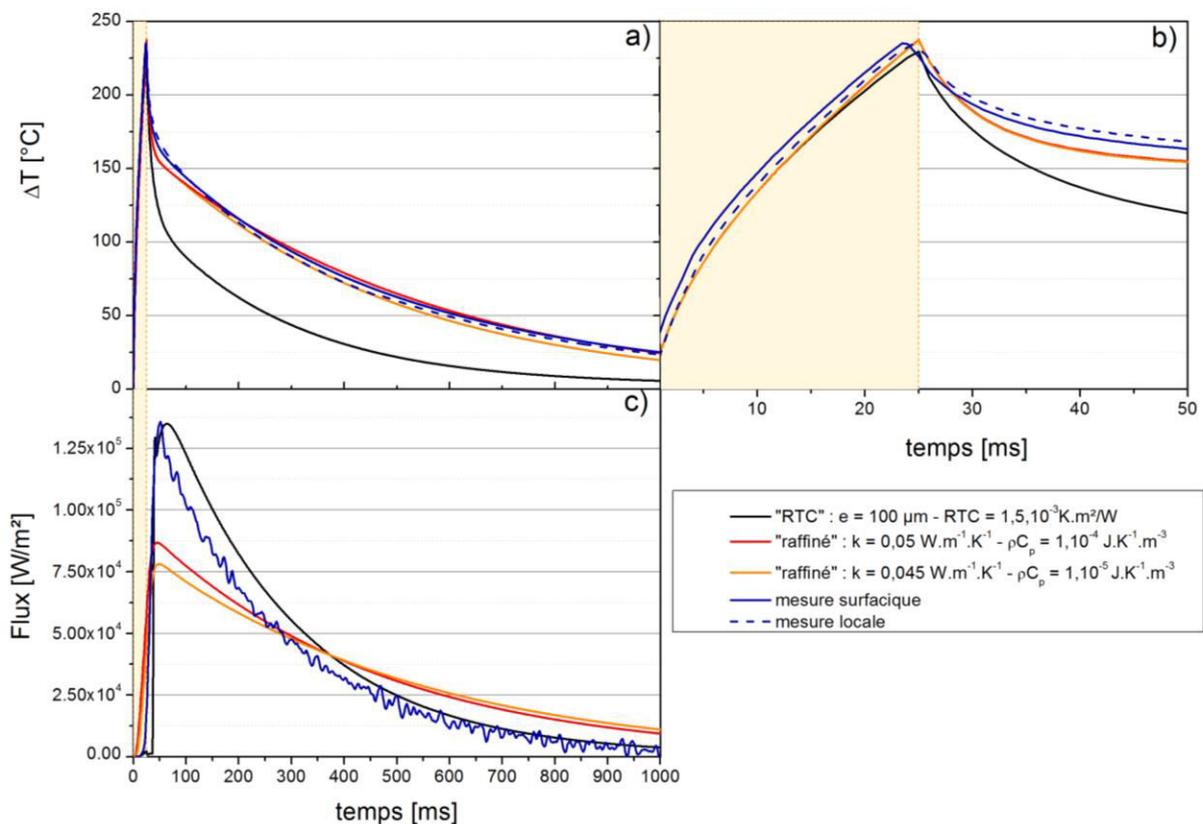


Figure 5.36 : Comparaison des mesures expérimentales de température entre 0 et 1000 ms (a) et 0 et 50 ms (b), et du flux thermique transmis (c) avec le modèle numérique raffiné.

6. Conclusion partielle

L'objectif de cette étude est tout d'abord de mieux cerner les mécanismes impactant les transferts thermiques lors du chauffage d'un pli composite par une diode laser. A l'aide d'un banc de caractérisation expérimentale, l'élévation de la température en surface du matériau, ainsi que le flux transmis en face arrière du pli ont été mesurés dans des conditions de chauffage spécifiques. La première observation est la divergence des comportements entre deux matériaux ayant pourtant la même composition et les mêmes propriétés optiques, donc absorbant a priori de manière identique le flux laser. Un modèle thermique unidimensionnel a été développé afin de mieux comprendre les mécanismes à l'origine de ces divergences et de déterminer les paramètres impactant la courbe de chauffage. Dans ce modèle préliminaire, on a fait l'hypothèse que le flux imposé sur un matériau homogène équivalent est surfacique.

L'étude numérique a permis d'identifier un instant seuil τ_0 à partir duquel la température de surface est impactée par les transferts thermiques en face arrière. Pour étudier les transferts thermiques en surface, on se place alors dans l'intervalle $[0, \tau_0]$ pour les transferts en face arrière, et dans $[t > \tau_0]$.

Transferts thermiques en face avant / $[0, \tau_0]$

Dans cet intervalle, on observe une surestimation de la température de surface puis de la vitesse de refroidissement après l'arrêt de la source laser pour les deux types de matériaux testés.

Il apparaît tout d'abord que la conductivité thermique joue un rôle majeur sur l'allure de la température de surface. Une mesure de cette propriété a été effectuée sur le matériau N°1 mais les incertitudes sur la mesure sont grandes. Par ailleurs, même en ajustant la conductivité thermique, aucun paramètre ne permet de prédire à la fois le chauffage et le refroidissement pour ce matériau.

Les hypothèses classiquement employées dans la littérature pour décrire les conditions à la limite, au niveau de la surface chauffée ne sont pas représentatives des mesures. Certains effets microstructuraux, comme la présence d'une couche de matrice polymère en surface agissant comme un milieu capacitif, doivent être considéré.

De plus, du fait de leur dispersion, plusieurs rangées de fibres peuvent être impactées par le rayonnement laser. La zone d'absorption du flux est alors volumique et la source de chauffage possède une épaisseur non négligeable.

L'hypothèse d'une condition de flux surfacique mène à une surestimation de la température de surface en fin de chauffage ainsi que de la vitesse de refroidissement après l'arrêt de chauffage.

Une source de chauffage sub-surface est alors ajoutée au modèle thermique 1D du matériau homogène. Une épaisseur équivalente de matrice et de source volumique sont identifiées pour les deux matériaux. Ce modèle permet d'améliorer de la prédiction de la température, au cours du chauffage et du refroidissement (après l'arrêt de la source laser). Des analyses supplémentaires dans lesquelles les deux épaisseurs d'intérêt seraient modifiées indépendamment permettront par la suite d'affiner d'avantage les résultats obtenus.

Transferts thermiques en face arrière [$t > \tau_0$]

Le modèle classique de résistance thermique de contact appliqué au matériau n°2 prédit que les transferts thermiques à l'interface pli / bâti sont établis dans le temps avec une RTC estimée à $1.8.10^{-3} \text{ K.m}^2.\text{W}^{-1}$. Pour le matériau n°1 en revanche, ce modèle ne convient pas pour décrire l'allongement des lignes de flux dans une zone qui n'est pas infiniment mince, mais possédant une épaisseur non négligeable devant celle du pli. Ce volume est découlé de la **microstructure hétérogène** du matériau près de la surface du pli, ainsi que par sa **forte rugosité** résultant en un nombre de points de contact possibles réduits.

Le modèle thermique du matériau composite n°1 est donc constitué de trois zones : le volume d'absorption en surface déjà caractérisé, le matériau composite homogène équivalent au centre et la zone thermiquement perturbée en face arrière. A partir des mesures de température de surface, on estime son épaisseur et ses propriétés thermiques. On identifie finalement une zone de résistance thermique comprise entre $1.3.10^{-3}$ et $1.6.10^{-3} \text{ K.m}^2.\text{W}^{-1}$. L'accord entre le modèle modifié et la température de surface moyenne mesurée par la caméra thermique est très satisfaisant, bien que le flux en face arrière soit sous-estimé par ce modèle, le capteur de flux n'effectuant qu'une mesure locale.

En conclusion, la mise en place d'un modèle thermique ne peut se faire sans la connaissance de la microstructure et la topologie du pli. Comme le montre la comparaison entre les deux matériaux de l'étude, si l'arrangement des fibres est non homogène et la rugosité importante, une grande dispersion dans les mesures est observée. Dans ce cas, les modèles continus employés dans des calculs thermiques pour le procédé de dépose de bandes sont inaptes à prédire les températures et les flux transmis à l'échelle du pli seul. Pour ce type de pli, on a proposé un modèle thermique équivalent comprenant une zone d'absorption volumique en surface et une zone perturbée en face arrière. L'épaisseur de chaque couche équivalente est représentative de la variabilité du pli et dépend de sa microstructure. Des valeurs ont été ici ajustées et donnent des résultats satisfaisants par rapport aux mesures expérimentales. Une validation complète de cette approche nécessiterait néanmoins d'approfondir les études expérimentales et numériques.

Références bibliographiques

1. Cogswell, F. N. *Thermoplastic Aromatic Polymer Composites*. (Butterworth-Heinemann Ltd, 1992).
2. Le Louët, V. *et al.* International Journal of Heat and Mass Transfer Directional spectral reflectivity measurements of a carbon fibre reinforced composite up to 450 ° C. *Int. J. Heat Mass Transf.* **112**, 882–890 (2017).
3. Incropera, DeWitt, Bergmann, L. in *Fundamentals of Heat and Mass transfer* 584–587 (2006).
4. Schaefer, P. M., Gierszewski, D., Kollmannsberger, A., Zaremba, S. & Drechsler, K. Composites : Part A Analysis and improved process response prediction of laser- assisted automated tape placement with PA-6 / carbon tapes using Design of Experiments and numerical simulations. *Compos. Part A* **96**, 137–146 (2017).

Conclusion générale et perspectives

La réalisation d'une pièce composite à matrice thermoplastique par dépose de bandes, avec consolidation *in situ* des plis pré-imprégnés, requiert la maîtrise de l'histoire thermique de la pièce tout au long de sa mise en forme. En particulier, la compréhension et la maîtrise des transferts thermiques à l'échelle du pli seul sont indispensables à la réussite de la dépose en une seule étape. Les travaux présentés dans ce manuscrit ont consisté en l'étude thermique fine d'un pli fibres de carbone / matrice PEEK dans la configuration du procédé utilisant une source de chauffage laser. Pour cela, des outils de caractérisation spécifiques et une métrologie adaptée ont été développés pour accéder d'une part aux propriétés radiatives du matériau, et d'autre part, à sa réponse thermique dans les conditions de procédé.

Le **premier chapitre** a permis d'introduire le procédé de dépose de bandes composites thermoplastiques et les différentes physiques impliquées. Cette technologie, historiquement développée pour la mise en forme de composites à matrice thermodurcissable, présente un intérêt industriel fort en s'inscrivant dans la démarche des procédés hors autoclave du secteur aéronautique. Sans post-consolidation, la problématique principale du procédé est de déterminer la fenêtre de paramètres permettant d'obtenir un empilement répondant aux critères aéronautiques, et ce, en une seule étape. Pour étudier les différentes physiques pilotant l'état mécanique du stratifié, l'échelle mésoscopique est la plus adaptée. La mise en forme se déroule alors en trois étapes consécutives. Le chauffage, tout d'abord, permet de faire fondre la matrice polymère présente à la surface des plis. Ensuite, la mise en contact et l'application de pression par le rouleau vise à créer une adhésion entre les plis par inter-diffusion des chaînes moléculaires du polymère. Enfin, lorsque la pression du rouleau est relâchée, l'interface en refroidissant consolide, voire cristallise, acquérant ainsi ses propriétés mécaniques finales. A partir d'une description détaillée, il ressort que l'avancement de l'ensemble des phénomènes impliqués au cours des trois étapes de mise en forme est régi par la température. Cependant, du fait de la faible épaisseur des plis, de la mobilité du rouleau, et des temps de chauffage courts, la mesure de température directement sur le procédé est délicate. En outre, la température du point de contact n'est pas accessible par le biais d'une mesure directe. La prédiction des champs de température à travers des simulations numériques a donc été au cœur de nombreux travaux. De l'état de l'art mené sur les modèles proposés, il ressort la nécessité de prendre en compte des conditions aux limites réalistes aux interfaces du pli en commençant par l'étape de

chauffage. En effet, l'utilisation croissante de diodes laser infrarouges impose d'établir le bilan optique de l'interaction entre le faisceau laser et la surface du matériau en amont du calcul thermique. Or, le comportement optique du matériau est diffusant dans cette gamme de longueur d'onde. La caractérisation expérimentale de ses propriétés radiatives, jusqu'alors peu étudiée, est donc complexe. Ce travail est pourtant indispensable pour établir un modèle optique de la surface à implémenter dans la géométrie du procédé. Par ailleurs, les conditions aux limites aux différentes interfaces où le pli rentre en contact avec un outil ou un autre pli doivent également être maîtrisées. En particulier, il a été montré que l'existence de résistances thermiques entre les plis composites au cours de la dépose entraînait des discontinuités dans les champs de températures, et donc, des prédictions erronées de la température de surface si celles-ci ne sont pas prises en compte. Or, ces grandeurs n'ont pas été, à ce jour, caractérisées dans des conditions thermiques similaires à celles du procédé AFP.

Le **deuxième chapitre** avait pour objectif d'illustrer les notions présentées dans le chapitre introductif, avec un modèle éléments finis des transferts thermiques 2D à l'échelle du rouleau. On s'est intéressé, en particulier, à l'influence des paramètres du procédé sur les profils de température en surface du substrat, du pli déposé, et au niveau du point de contact, et ce, afin de hiérarchiser leur importance. Pour connaître l'énergie absorbée en tout point au cours de la dépose, les aspects géométriques (angle d'incidence) sont indissociables des aspects énergétiques (puissance, vitesse de dépose). En particulier, le flux absorbé en surface est très sensible aux propriétés radiatives du matériau et à la configuration géométrique de la zone de chauffage. Dans ce modèle, seule l'absorption directe du flux laser par le composite a été considérée. Pour tenir compte des réflexions secondaires, il est nécessaire par la suite de caractériser le comportement en réflexion du composite. Une seconde étude paramétrique a montré la grande sensibilité des champs de température à des paramètres inhérents au matériau, et pouvant évoluer au cours du procédé : la conductivité thermique transverse de la bande, ainsi que les résistances thermiques de contact entre les plis et avec le rouleau de compaction. Les valeurs d'entrée employées sont basées sur des ordres de RTC fournies dans la littérature. Malgré la grande sensibilité des champs de températures à ce paramètre, aucune donnée expérimentale n'est disponible à ce jour sur le matériau composite. Finalement, il a été entrepris de déterminer une fenêtre de paramètres d'entrée permettant de respecter un intervalle de température compris entre le point de fusion et un critère de seuil de dégradation de la matrice. Avec les hypothèses formulées dans le modèle, aucune combinaison ne permet d'amener la matrice à l'état fondu dans la zone d'interface, sans l'avoir préalablement dégradée

thermiquement, sous l'action de la source laser. La détermination d'une fenêtre de procédé exige de ce fait de raffiner le modèle thermique, en ayant recourt à des conditions aux limites valides en surface, pour l'interaction avec le laser, et au niveau des différentes zones de contact.

Dans le **troisième chapitre**, une étude expérimentale des propriétés radiatives d'un composite carbone / PEEK a été réalisée par spectroscopie infrarouge. La caractérisation de son comportement en réflexion a été particulièrement approfondie, faisant d'ailleurs l'objet d'une publication. Dans ce travail, l'emploi d'unités de mesure bidirectionnelles a permis d'étudier l'influence de l'angle d'incidence et de l'orientation des fibres sur la forme des profils de diffusion dans le plan du faisceau incident, pour des longueurs d'onde proches de celle du laser. En outre, l'orientation des fibres joue un rôle majeur dans le comportement optique de la surface en déterminant la largeur du lobe de diffusion, mais aussi sur son amplitude. L'influence de l'angle d'incidence devient importante pour les configurations rasantes. La dominance du rôle des fibres sur la réponse optique globale du matériau a été observée aussi bien qualitativement et quantitativement. En effet, la signature de la matrice n'apparaît que pour des longueurs d'onde plus élevées, avoisinant 8 μm . Cette analyse a été renforcée par l'étude menée entre 20 et 450°C. Pour ce faire, un système chauffant original a été développé dans le but d'effectuer des mesures de réflectivité spéculaire en incidence normale en température. Il a été démontré que l'augmentation de la température et le passage du point de fusion de la matrice polymère PEEK n'a pas d'influence dans la gamme du proche infrarouge. Au final, les propriétés radiatives mesurées sont pilotées par celles des fibres de carbone. Par ailleurs, l'étude radiative a permis la mesure de l'émissivité de la matrice polymère pure et du matériau composite dans la gamme spectrale de la caméra thermique, employée dans le banc de caractérisation thermique.

Celui-ci est présenté dans le **quatrième chapitre**. L'objectif de ce banc expérimental est de mesurer la température de surface d'un pli chauffé par une diode laser infrarouge et le flux thermique transmis en face arrière. L'enjeu fut, d'une part, de développer une métrologie adaptée fonctionnant sur les temps courts du procédé (dizaine de millisecondes). Après une présentation générale du dispositif expérimental, les outils de mesure et leur étalonnage ont été décrits. Une attention particulière a été apportée au traitement de la mesure des thermocouples composant le capteur de flux. En effet, malgré les efforts pour parfaire le contact avec le bâti en acier (microsoudure, thermocouples avec soudure à la gaine en inconel,..) un temps de réponse non négligeable a été observé. Une correction à l'algorithme séquentiel de Beck a donc été apportée pour pallier à ce problème expérimental puis validée afin d'obtenir une mesure

correcte du flux de chaleur. D'autre part, un second travail de développement a porté sur la caractérisation complète du flux laser en sortie de la diode, aussi bien en termes d'amplitude que de distribution surfacique. Les paramètres de la fonction « *top hat* » décrivant la forme de la source ont été déterminés par une méthode radiométrique. Enfin, plusieurs échantillons de matériaux composites carbone / PEEK de provenance différente ont été testés dans des conditions identiques. La répétabilité de la mesure sur un même échantillon a été validée. Au final, le banc développé apparaît comme un moyen de caractérisation fiable pour mesurer les transferts thermiques sur des temps courts.

Finalement, le **chapitre 5** porte sur l'analyse fine et l'exploitation des mesures de flux de chaleur et de températures sur les deux échantillons. Dans un premier temps, un modèle thermique unidimensionnel simple du chauffage d'un pli composite par la diode laser a été établi. A partir de d'étude paramétrique et une étude de sensibilité, l'évolution des allures de températures en face avant et des flux en face arrière a été analysée selon différentes configurations. Les résultats de simulation ont été comparés aux mesures expérimentales obtenues sur les deux échantillons. Des analyses micrographiques ont également mis en lumière la grande variabilité entre leurs microstructures et topologies respectives. Ainsi, malgré des compositions élémentaires similaires, leurs réponses thermiques divergent du modèle unidimensionnel. Pour représenter les mécanismes d'absorption du flux laser en surface, la source volumique induite par la dispersion des fibres et la présence d'une couche de matrice, doit être prise en compte. En face arrière, le modèle de résistance thermique de contact classique fournit des résultats satisfaisants pour le matériau homogène aussi bien pour la prédiction de la température que du flux transmis. En revanche, pour le matériau de référence, hétérogène, la présence de la couche de matrice, la topologie de surface et la présence d'une couche de matrice favorable à l'adhésion dans le procédé, impose d'adapter le modèle thermique. Une zone perturbée équivalente doit être prise en compte pour représenter le volume dans lequel les lignes de flux ne sont plus unidimensionnelles. A partir des mesures de température, on estime que l'épaisseur équivalente de la zone perturbée est égale à 80 μm . L'épaisseur effective du composite est alors réduite à 82 μm ; le modèle homogénéisé montre donc ces limites ici. En conclusion, l'étude des transferts thermiques à l'échelle du pli a apporté des résultats préliminaires sur l'influence de la microstructure de ce dernier sur les champs de température.

Ce travail global de caractérisation des transferts thermiques dans un pli composite possède de nombreuses perspectives, afin d'aboutir au final à une modélisation à l'échelle du procédé.

A **court terme d’abord**, la mesure des propriétés radiatives doit permettre l’établissement d’un modèle optique de l’interaction de la surface du matériau avec un faisceau laser. De là, un calcul du bilan optique dans la zone de chauffage est possible. Ce travail pourra faire l’objet d’un cas applicatif de la thèse de Mohd Afeef Badri à l’IRT Jules Verne portant sur la résolution de l’équation de transfert radiatif en milieu-semi transparent. Par ailleurs, cette étude est l’étape préliminaire d’une campagne de caractérisation globale du comportement en réflexion du matériau composite. En effet, une unique direction a été étudiée ici. Un système de mesure chauffant bidirectionnel a été développé dans le cadre du projet SODA de l’IRT Jules Verne en collaboration avec le laboratoire de Thermique et Energie de Nantes. Le dispositif final, toujours en cours de caractérisation, permet d’étudier dans tout l’espace la réponse en réflexion et en transmission d’un matériau, entre 20 et 400°C.

Par ailleurs, le modèle thermique des plis initié au chapitre 5 sera affiné puis adapté au modèle thermique 2D du procédé, présenté au chapitre 2. L’extension à l’échelle 2D, voire 3D, devra être précédée d’une réflexion sur une version dégradée du modèle de pli, représentative du comportement thermique. Les fenêtres de paramètres procédé seront ainsi affinées pour un type de pli donné. Pour le pli hétérogène, on a vu que les températures atteintes en surface étaient plus faibles, de même que la vitesse de refroidissement. Cet effet est favorable sur le procédé pour atteindre la température de fusion au point de contact. Un modèle thermique affiné, adapté à chaque type de pli aura un impact direct sur les fenêtres de paramètres envisageables.

Enfin, l’exploitation du banc doit aussi permettre de caractériser le transfert thermique entre deux plis à différent degré d’adhésion. Cette étude nécessite des développements additionnels pour établir un protocole de mise en forme des empilements ainsi que sur les méthodes numériques employées.

Le second travail majeur à poursuivre concerne l’étude des transferts thermiques à l’échelle du pli et l’établissement d’un modèle thermique unidimensionnel. Pour cela, il est indispensable d’acquérir de nouveaux éléments sur la relation entre la microstructure d’un pli et les transferts thermiques dans son épaisseur. On propose en ce sens deux approches complémentaires :

- Tout d’abord, un travail de simulation thermique 2D sur les micrographies de plis pré-imprégnés présentées dans le chapitre n°5 est actuellement mené par Ketaki Mishra dans le cadre de ses travaux de thèse. Une approche optique est associée au modèle thermique de conduction afin de tenir compte des mécanismes d’absorption en surface. Des premiers résultats ont permis d’observer la zone d’absorption sub-surface lors du

chauffage par le laser. Par ailleurs, le développement du modèle porte aussi sur le traitement des conditions aux limites en face arrière du pli, avec l'ajout de points de contact avec un élément métallique. Une fois complétée sur le matériau hétérogène n°1, cette étude pourra être menée sur le matériau homogène n°2. On cherchera alors à dégager les épaisseurs caractéristiques de la zone d'absorption en surface et de la zone perturbée en face arrière, et observer leur évolution en fonction de la microstructure de chaque pli.

- La démarche expérimentale consistera à développer des matériaux modèles, faits de couches homogènes de propriétés maîtrisées pour les parties supérieure et centrale (PEEK et composite), ainsi que d'une base inférieure de rugosité contrôlée.

Enfin, en l'approche numérique sur le composite, par l'analyse expérimentale sur des matériaux hétérogènes modèles, le modèle à employer pour chaque type de pli sera déterminé en fonction de son degré d'hétérogénéité. On pourra alors conclure sur la pertinence d'un modèle unidimensionnel pour ce type de matériau. Par ailleurs, le couplage du calcul thermique à une étude de déformation thermomécanique sera également nécessaire pour écarter totalement l'effet du décollement sur les champs de températures mesurés.

Des développements à **moyen terme** sont ensuite réalisables sur une seconde configuration du banc de caractérisation. En effet, ce dernier a été conçu pour permettre de positionner en lieu et place de la caméra thermique, à un bâti mobile centré sur le bâti fixe. Ce dernier est instrumenté thermiquement de manière similaire et dispose d'un système pour maintenir une bande composite. Un vérin électropneumatique permet d'actionner la partie mobile pour l'amener au contact du bâti fixe puis de la relever. En modulant les temps de chauffage du laser, et de descente et de remonter de la tête mobile, ce dispositif permet de recréer les conditions thermiques dans le procédé AFP avec les étapes de chauffage, de mise en contact et de refroidissement. L'objectif de ce dispositif est d'assurer le suivi des transferts thermiques à l'interface entre les deux plis dans des conditions de pression et de température similaires à celles du procédé. De plus, la quantification des pertes thermiques vers l'outil présente aussi un fort intérêt. Le développement de ce dispositif est déjà à un stade avancé, l'étalonnage du système mobile et de l'instrumentation ayant déjà été réalisé. Par manque de temps, les développements expérimentaux et numériques requis pour l'étude thermique des plis n'ont pu être achevés dans ce projet. L'ensemble de ses caractéristiques et des premières calibrations effectuées est fourni dans l'annexe D. L'exploitation du banc permettra de mesurer l'influence

des différentes fenêtres procédé (temps de chauffage, puissance du laser, mais aussi orientation des plis testés) sur les champs de températures en surface et dans le volume du pli.

A **plus long terme** des modifications sur la première configuration du banc expérimental peuvent également être envisagées. Tout d'abord, il a été vu que pour des matériaux hétérogènes la mesure locale du flux ne fournit pas d'information suffisante. Deux approches peuvent être envisagées pour acquérir des informations en deux dimensions. Tout d'abord, la mesure sur un pli composite étant répétable, il est possible d'effectuer plusieurs fois un tir sur le pli en le déplaçant graduellement sur sa largeur. Cette approche, simple en théorie s'avère plus complexe à mettre en œuvre expérimentalement, l'enjeu étant de ne pas modifier le contact au cours du déplacement. Un système de maintien plus sophistiqué, avec un déplacement motorisé devrait alors être employé.

Enfin, des développements supplémentaires sont requis pour achever la simulation thermique globale à l'échelle du procédé. Le modèle développé au chapitre n°2 sera alimenté avec l'ensemble des données expérimentales récoltées dans ce travail. L'objectif final de l'étude est d'étendre le calcul thermique 2D du procédé, dans lequel est intégré le modèle thermique du pli seul, à une étude mutliphysique comprenant les cinétiques de fusion et de cristallisation du polymère. Ce modèle thermique permettra de raffiner les fenêtres procédé de l'adhésion sur des jeux de paramètres étendus, comprenant le design des plis composites.

Annexe A

Calcul du point limite de la zone d'ombre

Dans le modèle thermique du chapitre 2, on a défini une zone éclairée comprenant tous les points atteints par le faisceau du laser. Cette zone possède une limite haute x_m , proche de point de contact. Au-delà de x_m , les points ne sont plus impactés directement le laser du fait de la présence du rouleau. Seules les réflexions secondaires pourront atteindre les éléments appartenant à cette zone non éclairée, appelée « zone d'ombre ». La position de x_m est estimée comme l'intersection de l'axe des abscisses ($y = 0$) avec la tangente au pli déposé en contact avec le rouleau, de direction colinéaire à celle du laser. Pour obtenir une expression analytique de x_m , on considère que le rouleau n'est pas déformé sous l'application de pression et conserve sa forme circulaire. x_m est alors l'intersection entre deux droites tangentes à un cercle. En notant γ l'angle formé par l'intersection des tangentes, on obtient avec le théorème d'Al-Kashi :

$$b^2(1 - \cos \gamma) = R^2(1 + \cos \gamma) \quad (\text{A.1})$$

$$b = R \sqrt{\frac{1 + \cos \gamma}{1 - \cos \gamma}} = R \left| \tan \frac{\gamma}{2} \right| \quad (\text{A.2})$$

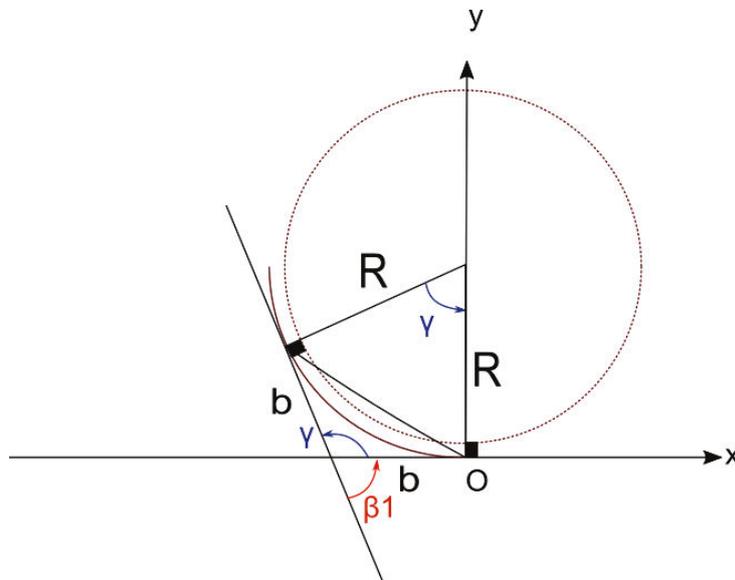


Figure A. 1 : Représentation schématique de l'intersection de deux tangentes à un cercle de rayon R.

Dans la géométrie du modèle, le rayon du cercle comprend celui du rouleau ainsi que l'épaisseur du pli déposé est :

$$R = R_2 + e \quad (\text{A.3})$$

Et l'angle formé est défini par rapport à la direction du laser :

$$\gamma = \pi - \beta_1. \quad (\text{A.4})$$

Dans le repère orthonormé direct (O,x,y), l'abscisse du point x_m est alors :

$$x_m = -(R_2 + e) * \tan \frac{\beta_1}{2} = -(R_2 + e) * \sqrt{\frac{1 - \cos \beta_1}{1 + \cos \beta_1}} \quad (\text{A.5})$$

Annexe B

Fonctionnement de la caméra thermique

L'objet étudié émet un flux φ associé à sa température T qui, après avoir atteint un pixel de la caméra, sera convertit en un signal digital U_{DL} ou *digital level*, d'unité arbitraire, proportionnel à l'énergie reçue :

$$U_{DL} = s * \varphi(T) * IT + U_0 \quad (\text{B.1})$$

Où :

- s est la sensibilité du capteur
- U_0 est un offset
- IT le temps d'intégration du signal.

Les micro-capteurs composant le détecteur de la caméra thermique possèdent une plage de fonctionnement optimal noté $[U_{DL,min}, U_{DL,max}]$. Le temps d'intégration IT de la caméra doit être adapté de telle sorte à ce que la conversion du flux émit par l'objet étudié en niveau d'énergie U_{DL} soit bien compris dans la gamme de travail des détecteurs (Figure B.1).

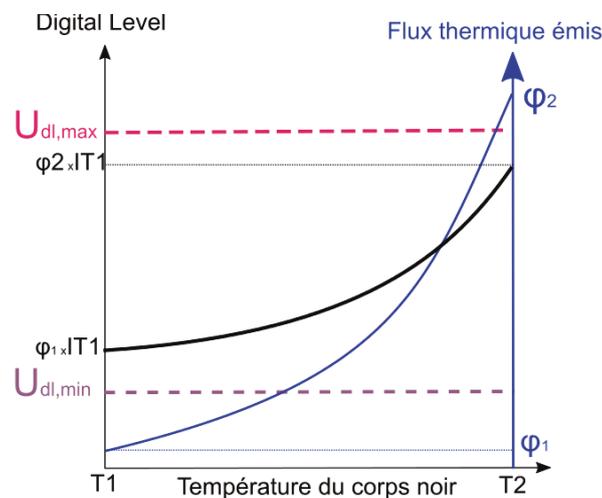


Figure B.1 : Sélection d'un temps d'intégration IT permettant de travailler dans la gamme d'énergie optimale des pixels de la caméra thermique.

Si le temps d'intégration est trop petit, l'énergie mesurée sera trop faible pour être détectée (Figure B.2 a). A l'inverse, un temps d'intégration trop long satura les capteurs (Figure B.2 b).

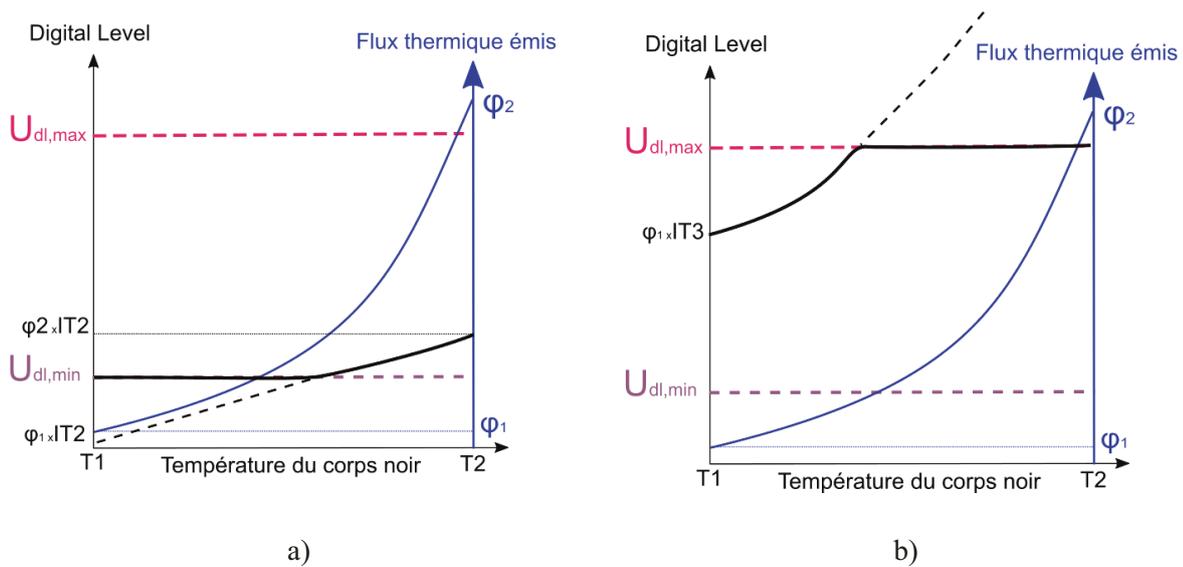


Figure B.2 : a) Temps d'intégration IT2 trop faible pour que le signal soit détecté ; b) temps d'intégration IT3 trop grand : la caméra sature.

L'étalonnage de la plage de température disponible pour un temps d'intégration donnée est présenté sur la Figure B.3. En pratique, la configuration optimale est automatiquement sélectionnée par le logiciel de pilotage de la caméra thermique.

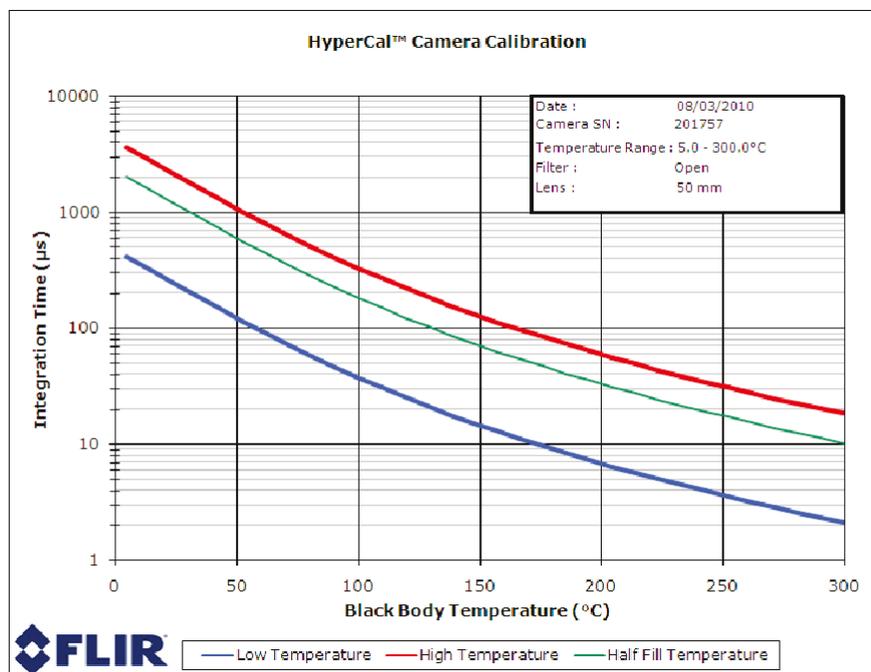


Figure B.3 : Abaque de la caméra pour la sélection du temps d'intégration.

Annexe C

Coefficient d'échange en convection naturelle¹

Dans cette section, on présente la démarche employée pour estimer la convection d'échange convectif de la surface du composite avec l'air en fonction de la température. L'air est en écoulement naturel sur la surface du pli. Les nombres de Nusselt et de Rayleigh sont alors définis par :

$$\overline{Nu}_L = \frac{\bar{h}L}{k}$$

$$Ra_L = \frac{g\beta_{air}(T - T_\infty)L^3}{\alpha_{air}(T_{air})\nu_{air}(T_{air})} \quad (C.1)$$

Où g est la constante de gravité, l la longueur caractéristique de la géométrie, k_{air} la conductivité thermique, β_{air} le coefficient d'expansion volumique de l'air, α_{air} la diffusivité thermique, et ν_{air} la viscosité dynamique de l'air. Et enfin T_{air} la température de l'air au voisinage de la surface :

$$T_{air} = \frac{T + T_\infty}{2} \quad (C.2)$$

Pour un écoulement laminaire pour une plaque plane chauffée par le bas, on fait appel aux relations empiriques suivantes selon la valeur de Ra_L :

$$\overline{Nu}_L = 0.54 Ra_L^{1/4} \quad 10^4 \lesssim Ra_L \lesssim 10^7 \quad (C.3)$$

$$\overline{Nu}_L = 0.15 Ra_L^{1/4} \quad 10^5 \lesssim Ra_L \lesssim 10^{10} \quad (C.4)$$

Pour un gaz parfait, le coefficient d'expansion volumique est inverse à sa température :

$$\beta_{air} = \frac{1}{T_{air}} \quad (C.5)$$

Les propriétés thermophysiques de l'air dans la plage de température d'intérêt est donnée dans le Tableau C.1

Tableau C.1 : Propriétés thermophysiques de l'air à pression atmosphérique.

T [K]	$\nu_{air} \cdot 10^6 [m \cdot s^{-2}]$	$\alpha_{air} \cdot 10^6 [m \cdot s^{-2}]$	$k_{air} \cdot 10^3 [W \cdot m^{-1} \cdot K^{-1}]$

250	11.44	15.9	22.3
300	15.89	22.5	26.3
350	20.92	29.9	30.0
400	26.41	38.3	33.8
450	32.39	47.2	37.3
500	38.79	56.7	40.7
550	45.57	66.7	43.9
600	52.69	76.9	76.9
650	60.21	87.3	49.7

Après calcul de Ra sur la plage de température de l'expérience [20 – 350°C], on trouve que la relation (B.4) doit être employée pour le calcul de h_{air} . L'évolution de h_{air} en fonction de la température est donnée sur la Figure C.1.

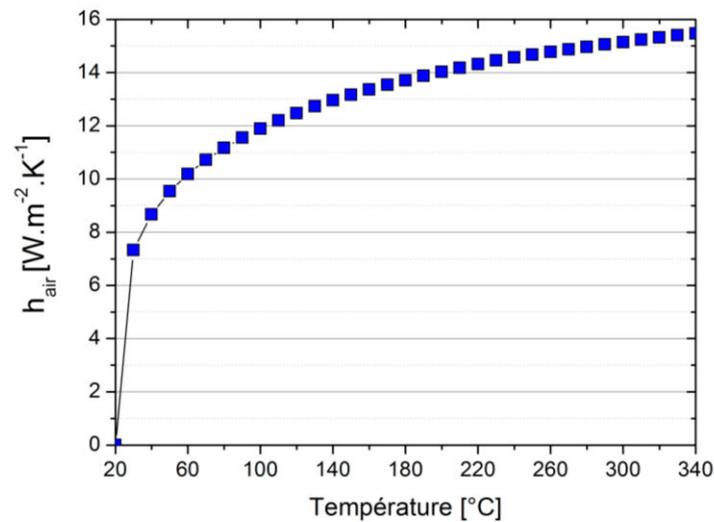


Figure C.1 : Coefficient d'échange convectif h_{air} en fonction de la température.

1. Incropera, DeWitt, Bergmann, L. in *Fundamentals of Heat and Mass transfer* 584–587 (2006).

Annexe D

Configuration n°2 du banc de caractérisation thermique

Le banc de caractérisation thermique a été conçu pour permettre deux configurations de mesures. Le développement et l'exploitation de la première configuration comprenant le bâti fixe instrumenté ont fait l'objet des chapitres 4 et 5 du manuscrit. Dans la deuxième configuration, la caméra thermique est remplacée par une tête mobile instrumentée par des thermocouples, et sur laquelle est maintenu un pli composite. La surface de ce dernier est chauffée par la diode laser puis la tête mobile est actionnée par un vérin électropneumatique l'amenant au contact avec un second pli maintenu, quant à lui, sur le bâti fixe (Figure D.1). Cette deuxième étape a pour objectif de recréer les conditions de chauffage et de pression du procédé AFP dans un environnement contrôlé. Les caractéristiques du dispositif et les premiers résultats de sa calibration sont fournis dans la suite.

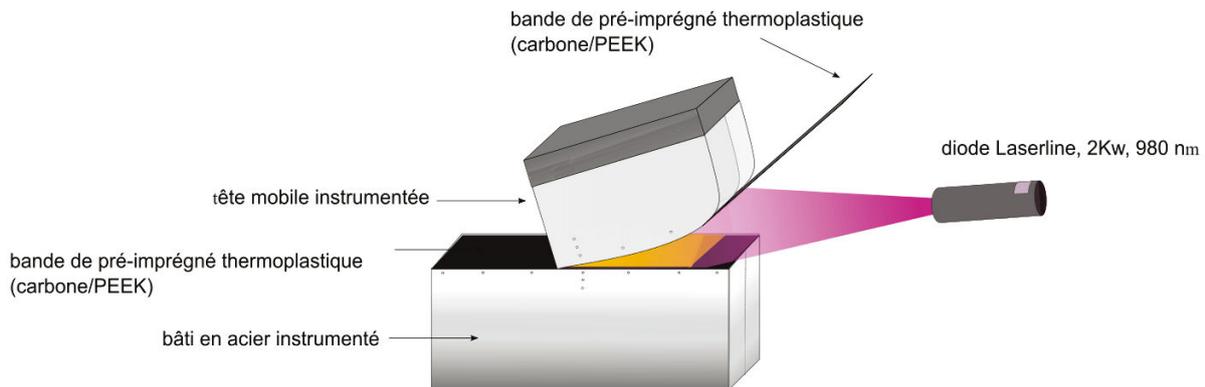


Figure D.1 : Représentation 3D du dispositif de caractérisation en configuration n°2.

1. Présentation du dispositif

La tête mobile est composée d'un bâti en acier inoxydable dont l'axe de rotation est colinéaire à l'axe central (O,x) du bâti fixe. Sur la Figure D.2 a et b), on présente les deux positions possibles du système: fermé et ouvert avec un angle β_2 . En position fermé, les surfaces supérieures et inférieures sont en contact sur une longueur de 52 mm. En position ouvert, pour un angle d'ouverture β_2 , on définit alors le repère du système à l'aide du repère $(x, y_{\beta_2}, z_{\beta_2})$ en rotation de l'angle β_2 par rapport au repère (x,y,z) du bâti fixe.

L'instrumentation de la tête est jumelle à celle du bâti fixe : 10 thermocouples sont implantés à $250 \mu\text{m}$ de la surface sur l'axe (O', y_{β}) et trois thermocouples forment un capteur de flux thermique sur l'axe (O', y_{β}) La

procédure de soudage des thermocouples est identique à celle utilisée pour le bâti inférieur et a été détaillé au chapitre 4.

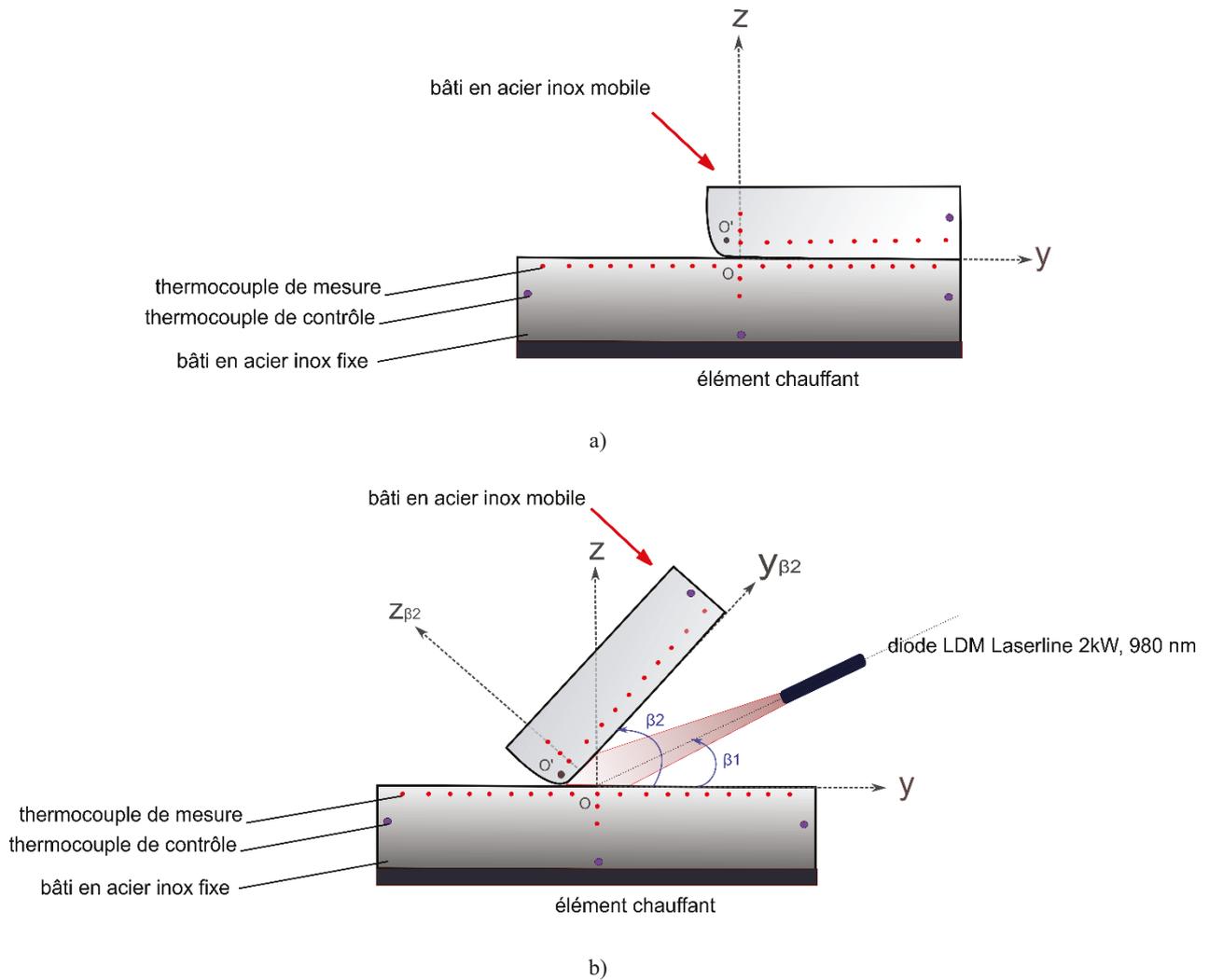


Figure D.2 : Vue dans le plan (O,y,z) du bâti, en position fermée (a) et en position ouverte (b) avec un angle β_2 .

La Figure D.3 présente des images du dispositif vue de côté (a), et vue de face (b) par rapport à l'ouverture de la tête mobile.

Le système est actionné à l'aide d'un vérin électropneumatique relié au réseau d'air comprimé, et un capteur de force mesure la force radiale exercée sur l'axe (O', z_{β}) . La consigne de descente est synchronisée au tir laser à travers l'interface Labview. Le schéma complet de l'acquisition est fourni sur la Figure D.4.

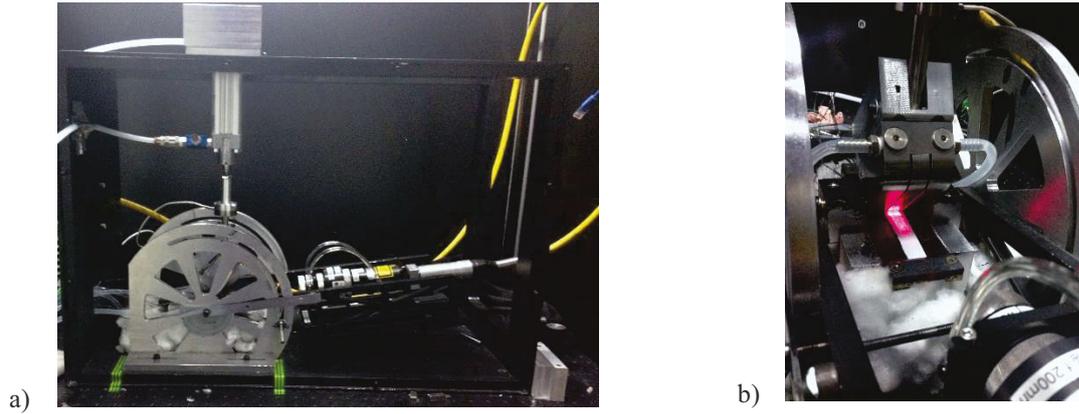


Figure D.3 : Images du bâti en configuration 2 a) vue de côté (O, x, y) b) vu de face (O, y, z, β).

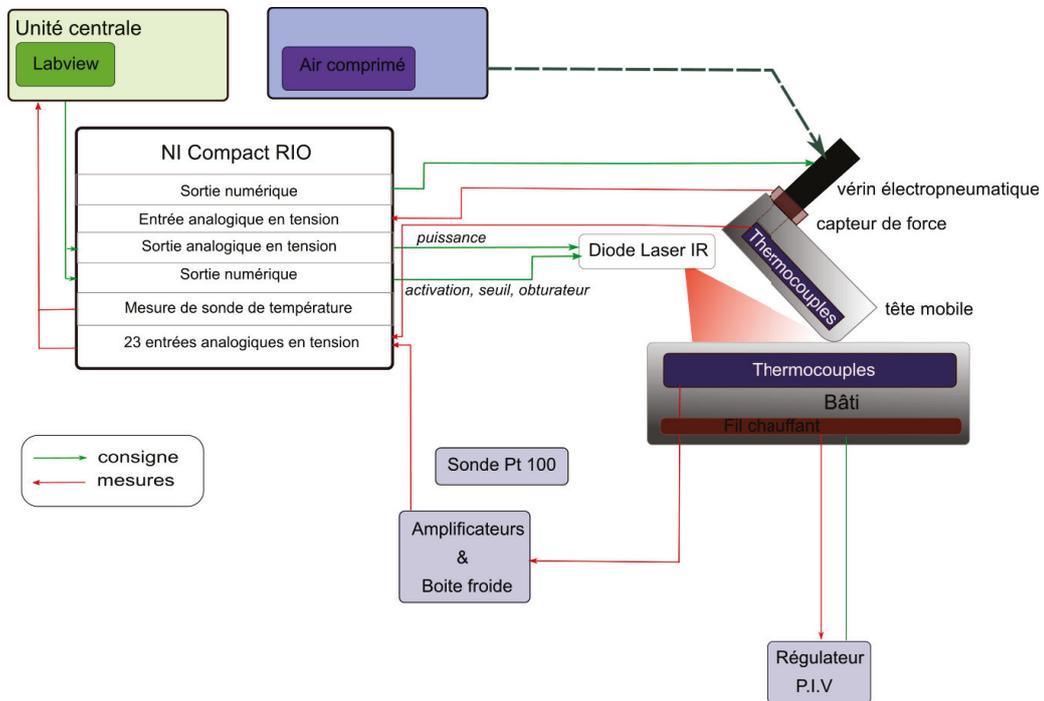


Figure D.4 : Schéma du pilotage et de la chaîne d'acquisition pour la configuration n°2.

2. Principe de la mesure

La deuxième étape consiste à chauffer les surfaces des bandes fixées sur le bâti et la tête mobile à l'aide de la diode laser, inclinée d'un angle β_1 , pendant un temps $t_{\text{chauffage}}$, à arrêter le chauffage pendant un temps t_{ombre} puis à les mettre en contact, en actionnant le vérin, pendant t_{contact} , puis à relâcher le contact. Les différentes étapes reproduisent l'histoire thermique subie par un couple de bandes composites pendant la dépose de bande. La valeur donnée aux différents temps $t_{\text{chauffage}}$, t_{ombre} et t_{contact} permet de simuler expérimentalement différentes vitesses de chauffage. L'objectif est de développer les méthodes inverses adéquates permettant de suivre l'évolution des transferts à l'interface des plis pendant leur mis en contact. Par ailleurs, l'implantation des

thermocouples sur les axes latéraux permettra de quantifier les pertes thermiques vers le bâti lors de la mise en forme de l'empilement. Enfin, en faisant varier les conditions de chauffage (temps, puissance) et de pression appliquée par la tête mobile, on pourra observer qualitativement le développement de l'adhésion à l'interface des plis mis en contact sous pression.

3. Etalonnage des vitesses de descente et de remontée

La descente et la remontée du vérin sont actionnées par l'arrivée et le retrait d'air comprimé dans le compartiment du piston. La pression de l'air comprimé est sélectionnée en amont à l'aide d'un régulateur électronique associé au vérin. Les vitesses de descente et de remontée sont conditionnées par le débit d'air dans les tuyaux. Ce dernier est réglé à l'aide d'une vis de serrage. L'étalonnage des vitesses de descente et de montée a donc été réalisé en fonction du nombre de tours de serrage des tuyaux, pour plusieurs niveaux de pression de l'air comprimé. Sur Figure D.5a) et b) on observe que les vitesses de descente et de montée augmentent pour les nombres de tours de serrage grands, correspondant en pratique à des débits d'air comprimé élevés. Les valeurs maximales atteintes sont respectivement de 100 ms pour la descente et de 250 ms pour la montée.

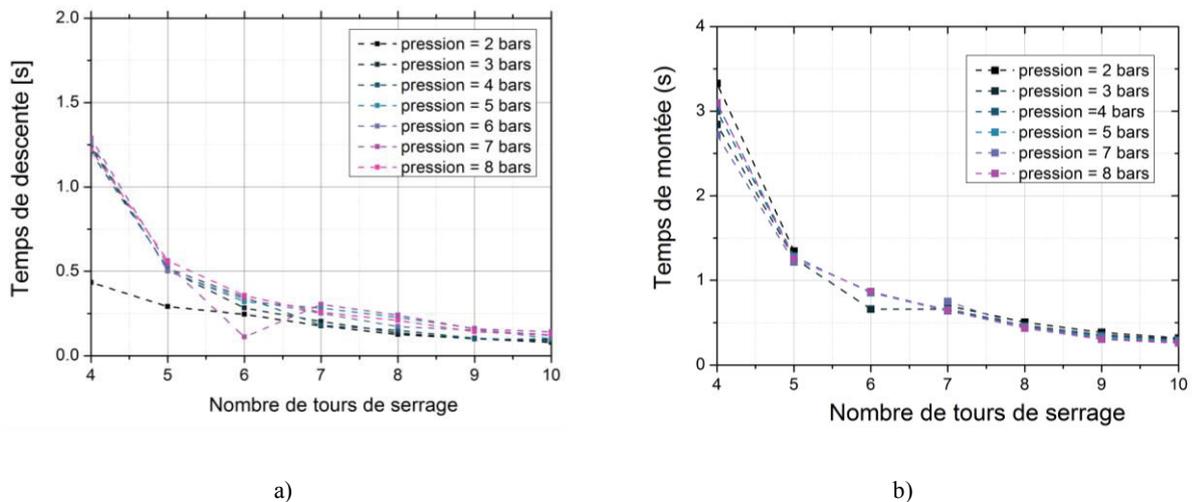


Figure D.5 Courbe d'étalonnage des vitesses de descente (a) et de montée (b) en fonction du débit d'air.

Par ailleurs, durant cet étalonnage, le retard entre l'envoi de la consigne via l'interface Labview et le début effectif du mouvement a été relevé. Les résultats sont présentés dans la Figure D.5 (a) et (b).

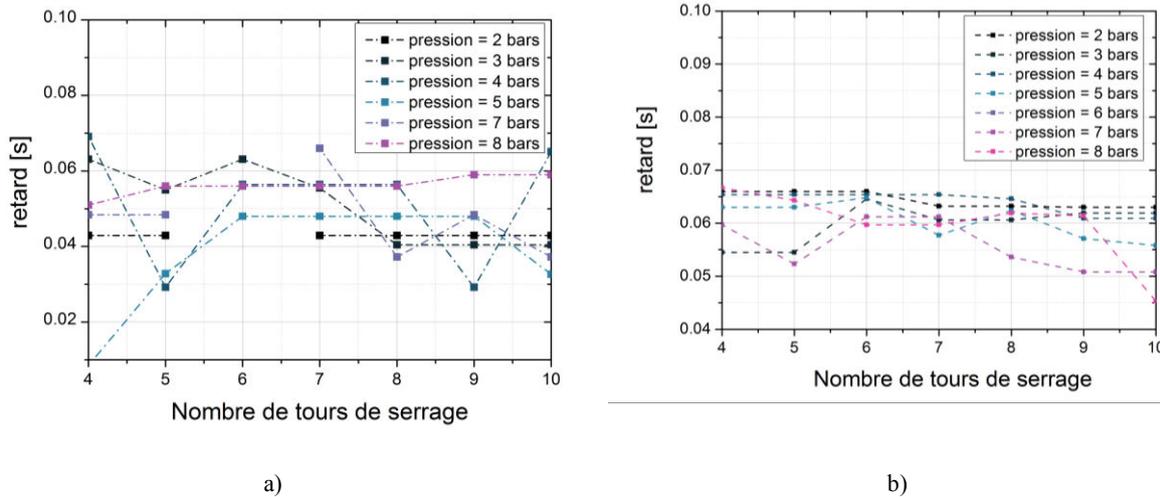


Figure D. 6: Retard entre l'envoi de la consigne et le début effectif de la descente (a) et de la remontée (b).

La prochaine étape consistera à synchroniser le chauffage du laser avec le mouvement de la tête mobile afin de recréer de profils de températures surfaciques classiquement observés dans le procédé AFP.

4. Perspectives

La poursuite du développement de ces travaux comprendra entre autre :

- La mise en place d'un système de maintien des plis sur la tête mobile permettant d'assurer un contact correcte entre les deux faces ;
- L'étalonnage des thermocouples et du capteur de flux ;
- La mise en place des méthodes inverses pour estimer les transferts thermiques à l'interface des deux plis.

A la suite de la mise en place de système complet, une campagne de mesures sera réalisée sur les composites APC2 Solvay et Suprem™. L'objectif sera de connaître le flux traversant la bande supérieure et inférieure, puis de remonter à l'évolution de la température de surface par méthode inverse. Des informations qualitatives concernant le niveau d'adhésion pourront également être obtenues. Enfin, le système permettra de produire des éprouvettes d'empilement de plis sans passer par une fabrication industrielle.

Titre : Etude du comportement thermique de bandes composites pré-imprégnées au cours du procédé de fabrication AFP avec chauffage laser

Mots clés : Matériau composite – Procédé de placement de fibres automatisé - Propriétés radiatives - Spectroscopie Infrarouge - Transferts thermiques - Caractérisation expérimentale - Métrologie thermique

Résumé La maîtrise de l'histoire thermique lors de la dépose automatisée de bandes composites à matrice thermoplastique est incontournable pour prédire la qualité des pièces produites. La mesure directe de température étant difficile dans la configuration du procédé, elle est généralement estimée par des méthodes numériques. Du fait de la faible épaisseur des plis, de leur anisotropie, mais aussi de l'utilisation croissante de diodes laser infrarouge comme source de chauffage, la définition réaliste des conditions à la limite aux différentes interfaces reste un enjeu important de la modélisation thermique. L'objectif de ce travail est de mener une étude du comportement thermique d'un pli dans les conditions de procédé. D'une part, les propriétés radiatives du matériau, nécessaires à l'établissement du bilan de l'interaction avec le laser, sont caractérisées par spectroscopie infrarouge dans la gamme de longueurs d'onde et de température du procédé.

En particulier, son comportement en réflexion est analysé en fonction de la direction des fibres et de l'angle d'incidence. D'autre part, un dispositif expérimental est développé pour caractériser les transferts thermiques lors du chauffage d'un pli par une diode laser. Une métrologie spécifique est déployée pour permettre la mesure de la température de surface et du flux transmis sur des temps courts (25 ms). On montre qu'il est nécessaire de considérer la microstructure des plis afin de rendre compte des mécanismes d'absorption du flux laser en surface et de transmission du flux thermique à l'interface avec un outil métallique. L'étalement et la position de la zone impactée dépendent alors de la dispersion des fibres.

Title : Study of heat transfers in a carbon fiber composite ply during its manufacturing by Laser –Assisted Automated Fiber Placement

Keywords : Composite material – Automated Fiber Placement – Radiative properties – Infrared spectroscopy – Heat transfer – Experimental characterization – Thermal metrology

When manufacturing a composite part by Automated Fiber Placement, a fine understanding of the laminate thermal history throughout the process is required in order to predict its final performances. Yet, direct temperature measurements on the placement head is uneasy, and the evolution of thermal fields is often obtained via numerical simulations. Due to the thinness of the ply, its anisotropy, and the lay-up motion, the various boundary conditions have to be carefully set-up when modelling heat transfer in AFP. This works aims at analyzing heat transfer occurring at a single ply scale during AFP process. On one hand, the radiative properties of the composite material are characterized with infrared spectroscopy, in the process spectral and temperature range.

A special care is given to the surface reflective behavior, and its evolution with fibers orientation and beam incident angle. On the other hand, an experimental device is developed for measuring heat transfers occurring in the ply when heated by an infrared laser diode. A specific metrology had to be implemented for measuring surface temperature and transmitted flux on short time ranges (25 ms). It was shown that the ply microstructure must be taken into account to model the flux absorption on its top surface, and the flux transmission at its interface with the stainless steel mold. Both zones thickness characterize the fiber dispersion inside the polymer matrix.