

# Caractérisation du procédé d'estampage de composites thermoplastiques à fibres longues

## *Characterization of the thermostamping process of long fibres composites laminates*

Eddie Gazo-Hanna, Pascal Casari, Annick Perronnet, Sébastien Le Loch et Arnaud Poitou

GeM - Institut de Recherche en Génie Civil et Mécanique UMR CNRS 6183  
Ecole Centrale de Nantes, Université de Nantes  
e-mail : Eddie.Gazo-Hanna@ec-nantes.fr, Pascal.Casari@univ-nantes.fr, Annick.Perronnet@univ-nantes.fr,  
Sebastien.le-Loch@univ-nantes.fr, Arnaud.Poitou@ec-nantes.fr

### Résumé

La problématique industrielle de l'estampage de composites à fibres longues s'inscrit dans la volonté de maîtriser la mise en œuvre de matériaux à hautes performances mécaniques tout en assurant un coût raisonnable de fabrication. Le procédé constitue un challenge car il tente de mettre en forme un matériau au cours de sa transformation : chauffage, transfert sous la presse, pressage et refroidissement combinés. La mise en forme de pièces complexes révèle ainsi l'apparition de défauts tels que des « froissements » de nappes de fibres à l'intérieur des rayons et des amas de matrice lorsque les nappes sont bloquées par une trop grande friction dans le moule qui oblige la matrice à s'écouler pour combler les vides. Le présent article expose les premiers essais d'estampage qui révèlent l'apparition de quelques défauts caractéristiques au sein du matériau.

### Abstract

The industrial problem of the stamp forming of composites materials with long fibres is to obtain high mechanical performance materials while insuring a low cost manufacturing. The process establishes a challenge because it tries to shape a material during its transformation: heating, transfer under the press, the pressing and the cooling. Shaping complex composite parts reveals some defects such as "wrinkles" of layers inside the curves and porosities that occurs through the thickness of the composite. In this work, the first experiments of the forming process are presented and the material health is revealed through some defects observed in the material.

**Mots Clés :** thermoplastiques, mise en forme, froissements, porosités

**Keywords:** thermoplastic, thermoforming, wrinkles, porosities

## 1. Introduction

Aujourd'hui, les thermoplastiques à fibre continue sont de plus en plus utilisés dans les secteurs aéronautiques et automobiles [1,2]. Les thermoplastiques se caractérisent par leur aptitude à conserver indéfiniment leur plasticité à chaud et leur rigidité à froid. A chaud, la feuille de thermoplastique rigide devient à un certain point malléable et caoutchouteuse à mesure que la température s'accroît. C'est à ce stade de transition qu'elle entre dans le domaine du travail en thermoformage. L'exécution de tout formage doit avoir lieu au sein de ces paramètres de températures.

Souvent, le thermoformage s'effectue avec des plaques pré-consolidées [1], la phase de pré-consolidation permet de passer d'un empilement de monoplis indépendants disposés aux orientations souhaitées à un laminé plat parfaitement consolidé c'est à dire sans la présence de vides aux interfaces [3].

Malgré tous les progrès technologiques, la mise en forme de pièces complexes révèle l'apparition de défauts tels que des « froissements » de nappes de fibres à l'intérieur des rayons et des amas de matrice lorsque les nappes sont bloquées par une trop grande friction dans le moule qui oblige la matrice à s'écouler pour combler les vides [4].

Dans ce papier nous présentons essentiellement les essais de formage menés à l'aide d'une machine universelle de traction-compression, utilisée pour ses capacités de pilotage d'effort adaptées à une observation précise du comportement du matériau lors de l'étape de formage. Les paramètres du procédé sont mesurés et analysés. Une fois les plaques mises en forme, des observations micrographiques sont effectuées et révèlent les défauts d'estampage.

## 2. Etude Expérimentale

### 2.1 Le matériau – Désignation et propriétés thermiques

Les éprouvettes utilisées pour cette étude sont fabriquées à partir d'un préimprégné unidirectionnel Celstran Ticona à renfort de fibres de verre continues et matrice polyamide 6.

Les températures caractéristiques des transformations du polyamide sont identifiées à l'aide d'un essai de calorimétrie à balayage différentiel DSC (Fig. 1) [5]. On peut en déduire notamment les températures de transition vitreuse et de fusion du polyamide 6 employé dans notre étude.

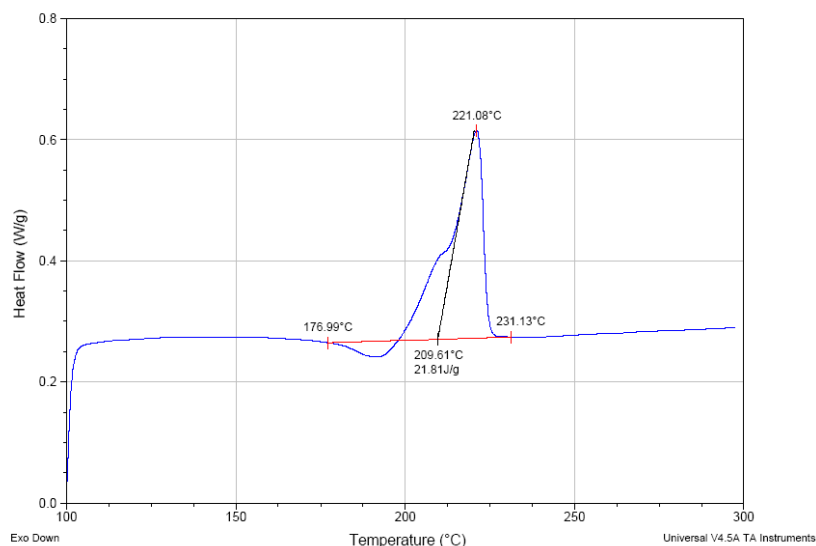


Fig. 1 Courbe de DSC pour le polyamide 6

La température de transition vitreuse  $T_g$  n'est pas révélée par un changement très marqué sur la courbe de flux de chaleur en fonction de la température. Cela rend sa détermination exacte plutôt difficile, mais nous utilisons la méthode des tangentes pour la déterminer et nous trouvons  $T_g = 177^\circ\text{C}$ .

Si nous continuons à chauffer notre polymère, nous atteindrons une autre transition thermique correspondant à la fusion et nous trouvons ainsi  $T_f = 220^\circ\text{C}$ .

Pour valider nos résultats et prédire le domaine d'utilisation en température du PA6, des essais sur un viscoanalyseur DMA sont effectués. La DMA est une technique de caractérisation simultanée des propriétés mécaniques et thermiques du matériau.

Par un simple essai de traction, nous pouvons déterminer les modules élastique et visqueux  $G'$  et  $G''$  et le coefficient d'amortissement  $\tan\delta = G''/G'$  (Fig. 2).

D'après le graphique nous pouvons constater que  $T_f$  varie entre 220 et 230°C.

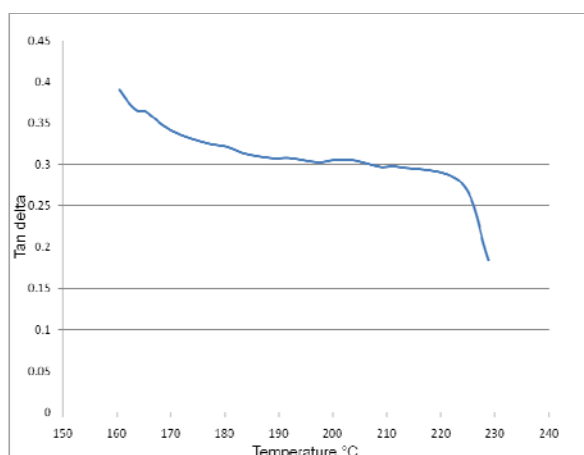


Fig. 2 variation du coefficient d'amortissement en fonction de la température

## 2.2 Les équipements

La première étape consiste à consolider une plaque plane constituée de 16 plis en les plaçant sous vide en étuve à 220°C durant environ 15 minutes. Le stratifié obtenu présente la séquence d'empilement  $[0,90]_{4S}$ .

La phase de mise en forme consiste alors à transformer cette plaque plane laminée obtenue après pré-consolidation en une structure ayant une géométrie complexe. Dans un procédé de thermoformage le transfert du matériau entre four et presse s'effectue normalement à l'aide d'un cadre coulissant sur des rails Fig. 3. Par souci de simplicité et pour se rapprocher le plus de la réalité, nous chauffons le cadre dans un four disposé à côté de la presse. Une fois la température requise est atteinte, le cadre est transporté manuellement et disposé à une hauteur fixe par rapport au moule inférieur.

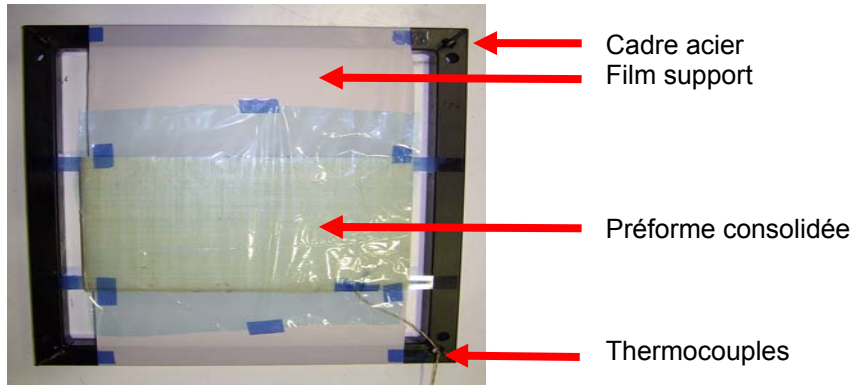


Fig. 3 Le Cadre de Transfert

Pendant ce temps, deux plateaux chauffants Fig. 4, fixés sur les mors d'une machine de traction-compression de type Zwick/Roell de 100kN de capacité, sont mis en chauffe.

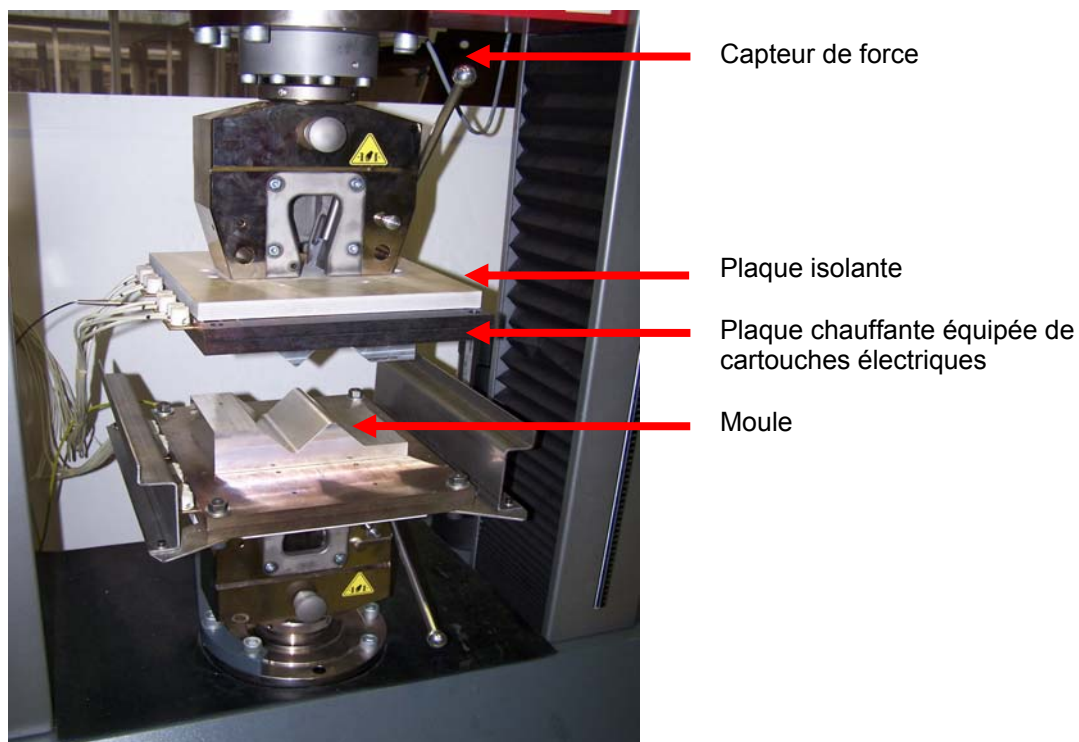


Fig. 4 Essais d'estampage monté sur une machine universelle de traction-compression

Le chauffage des plateaux est effectué à l'aide des cartouches chauffantes. La régulation de la température se fait par l'intermédiaire d'une sonde logée au milieu du plateau inférieur et relié à un coffret d'alimentation qui régule la température des cartouches selon la consigne donnée.

On utilise un moule en aluminium pour sa bonne conductibilité thermique. La Figure 4 montre également les moules en forme de S que nous avons choisis pour représenter quelques difficultés liées au procédé étudié.

### 2.3 Le procédé de thermoformage

Plusieurs techniques de mise en forme existent mais la plupart présente un cycle de mise en forme à cinq phases [6] :

1. Chauffage : le matériau est ramolli afin de permettre sa mise en forme.
2. Transfert : Le produit est alors transféré sur la presse.
3. Formage : La plaque est pressée à chaud et se trouve ainsi en contact avec le moule.
4. Refroidissement : La pièce est refroidie sous pression pour garantir sa stabilité dimensionnelle.
5. Démoulage : La pièce est enfin démoulée et poursuit son refroidissement à la température ambiante.

Pour chauffer la plupart des matériaux composites à matrice thermoplastique, on peut utiliser des fours infrarouges constitués d'émetteurs de grande longueur d'onde [7]. Ce moyen permet un chauffage très rapide compatible avec une cadence industrielle de production.

Dans cette étude, un four convectif est choisi pour chauffer les plaques de composites. Pour quantifier le gradient de température dans l'épaisseur de la plaques, nous utilisons des thermocouples de types k insérés sous le premier pli et à mi-épaisseur de la plaque [1]. Pendant les essais, le matériau est chauffé jusqu'à la température de fusion de 220°C puis transféré à l'ambiante jusqu'à la presse. Le temps nécessaire pour chauffer le matériau uniformément est de l'ordre de 20 minutes comme montré par exemple sur la Figure 6. L'étape de chauffage peut dégrader significativement le matériau (oxydation, décohésions) [8].

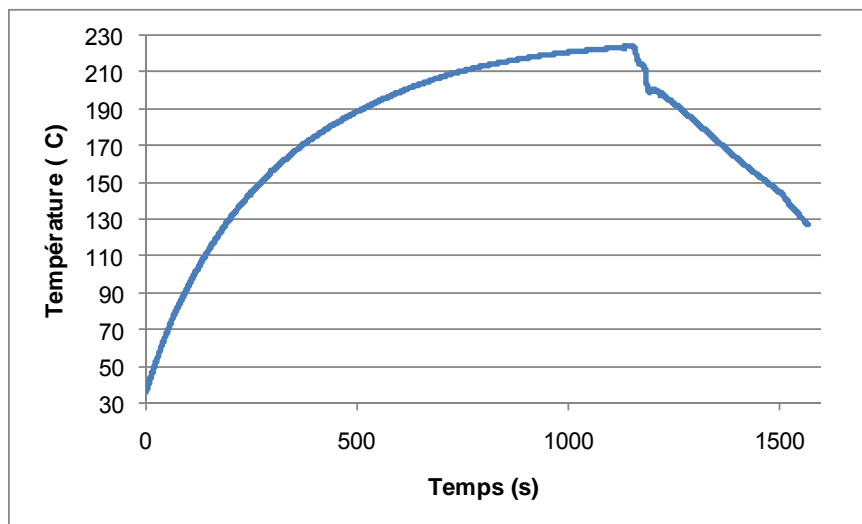


Fig. 5 : Evolution de la température à mi-épaisseur lors du chauffage, du transfert et du formage (ici la température des moules était fixée à 100°C).

Le formage constitue l'étape suivante : le moule est refermé et le matériau est comprimé sous un effort atteignant environ 80 KN correspondant à une pression, si elle était considérée comme uniforme, de 25 bar. A partir de l'enregistrement de la machine Zwick, nous pouvons analyser les courbes de la force et de la température en fonction du temps Fig. 7 :

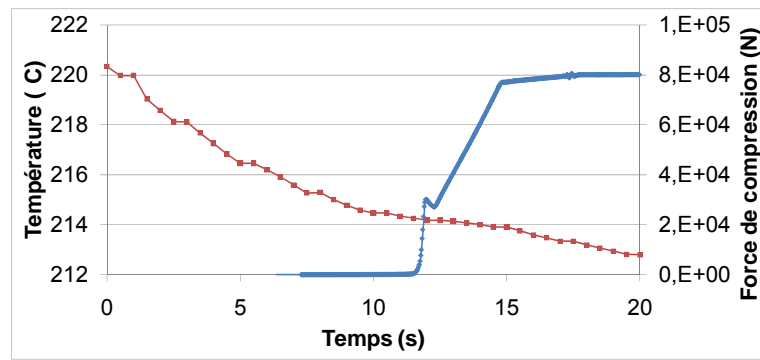


Fig. 6 Variations de la température à mi-épaisseur et de la force de compression en fonction du temps (ici la température du moule était fixée à 170°C).

La pression est établie, puis maintenue durant plusieurs minutes à 80 kN afin de suivre la déformation du matériau (Fig. 8). Ce suivi permet d'établir un critère de durée minimale de maintien basé sur la déformation due au fluage du matériau. Sur une durée d'environ 3 minutes, on remarque que l'épaisseur de la pièce varie de quelques dixièmes de millimètres, traduisant ainsi une réorganisation de la matière (fuite par les bords, migration des vides ou de la matrice).

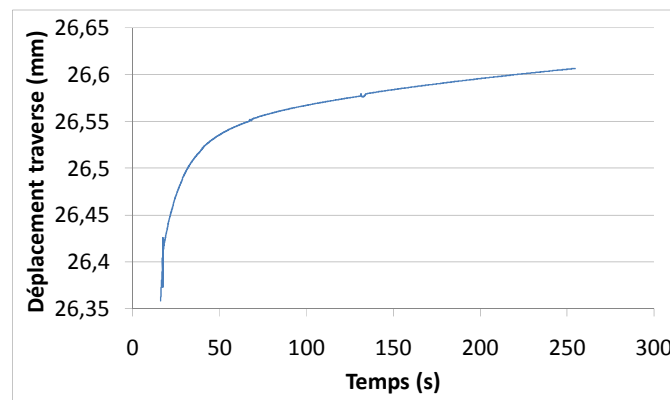


Fig. 8 Maintien du matériau sous pression après fermeture du moule, suivi du déplacement.

Ces courbes montrent que les phases de transfert et de formage du matériau se produisent alors que le matériau se trouve à une température suffisante pour être à nouveau consolidé. Le maintien sous pression dure quelques minutes afin de garantir une consolidation satisfaisante.

### 3. Observations microscopiques

Le procédé de thermoformage est réputé procurer des défauts locaux tels que des porosités, des amas de matrice ou des plissages [3]. Les défauts de mise en œuvre sont observés au microscope optique et au microscope électronique à balayage.

#### 3.1 Découpe des échantillons

Dans un premier temps, nous découpons une fine bande de 15 à 20 mm de largeur dans toute la longueur des pièces en forme de S (Fig. 9). La direction d'observation est transversale et permet de visualiser les plis sur toute l'épaisseur de la pièce thermoformée.

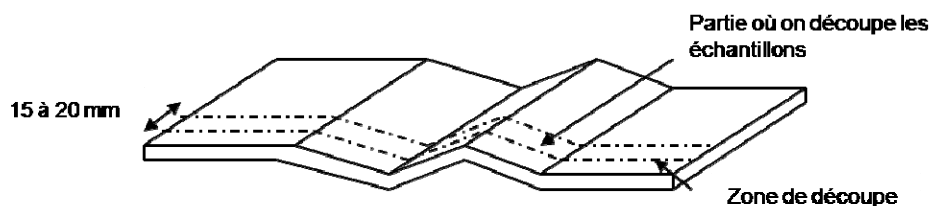


Fig. 9 : Zone de découpe des pièces après thermoformage

Nous procédons à la découpe d'une série d'échantillons selon la localisation précisée à la figure 10 :

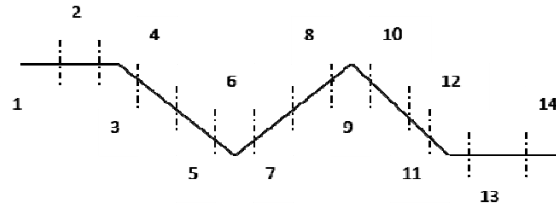


Fig. 10 : Repérage des échantillons pour les observations

### 3.2 Analyse par microscopie optique

L'influence des paramètres de l'essai sur la santé matériau est un facteur très important à analyser à travers les micrographies obtenues. Une faible pression appliquée peut contribuer à des défauts de délaminage et de grossissement de vides tandis qu'une pression trop forte peut contribuer à la percolation de la résine et à des variations importantes du taux de fibres local. Les paramètres du procédé qui ont un effet prépondérant sur la santé matière sont : la température de préchauffage, la température des moules, la pression de formage et le temps de maintien sous pression.

Deux échantillons A et B de  $300 \times 150 \times 4 \text{ mm}^3$ , formés avec les paramètres suivants (Tab. 1) sont observés :

Nom de l'échantillon	Pression (bars)	T°C de la plaque	T°C des moules	Temps de maintien (min)
A	11	220	160	0
B	23	220	190	5

Tab. 1. Paramètres de formage appliqués à deux plaques A et B.

On relève de nombreux défauts de différentes natures sur la pièce A (Fig. 11) : ruptures de fibres (A3), porosités (A7), plissages (A3 et A12). Sur la pièce B, aucun de ces défauts n'est relevé de manière évidente.

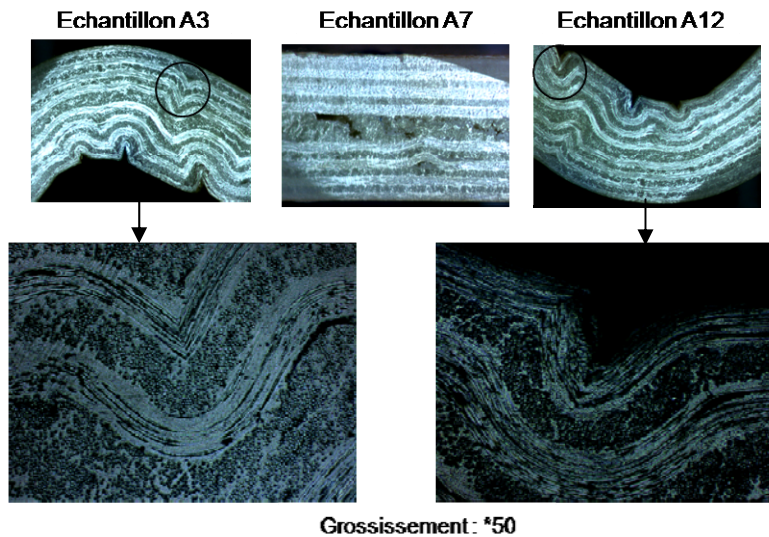


Fig. 11 : Micrographie obtenue pour l'échantillon A

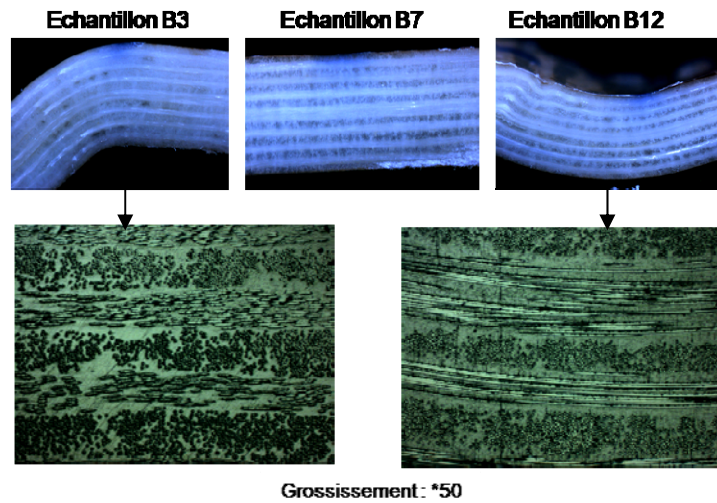


Fig. 12 Micrographie obtenue pour l'échantillon B

Ces observations montrent qu'il est possible d'obtenir une pièce sans défauts, mais sans pour autant pouvoir cerner avec certitude les paramètres du procédé responsables de l'apparition de ces défauts.

### 3.3 Observations sous MEB

Les mêmes échantillons A et B sont maintenant observés au microscope électronique à balayage (MEB). Les défauts semblaient absents sur la pièce B apparaissent ici de manière évidente. On remarque, sur les deux pièces, des ondulations et des décohésions très locales. Ici on ne remarque aucune porosité distribuée.

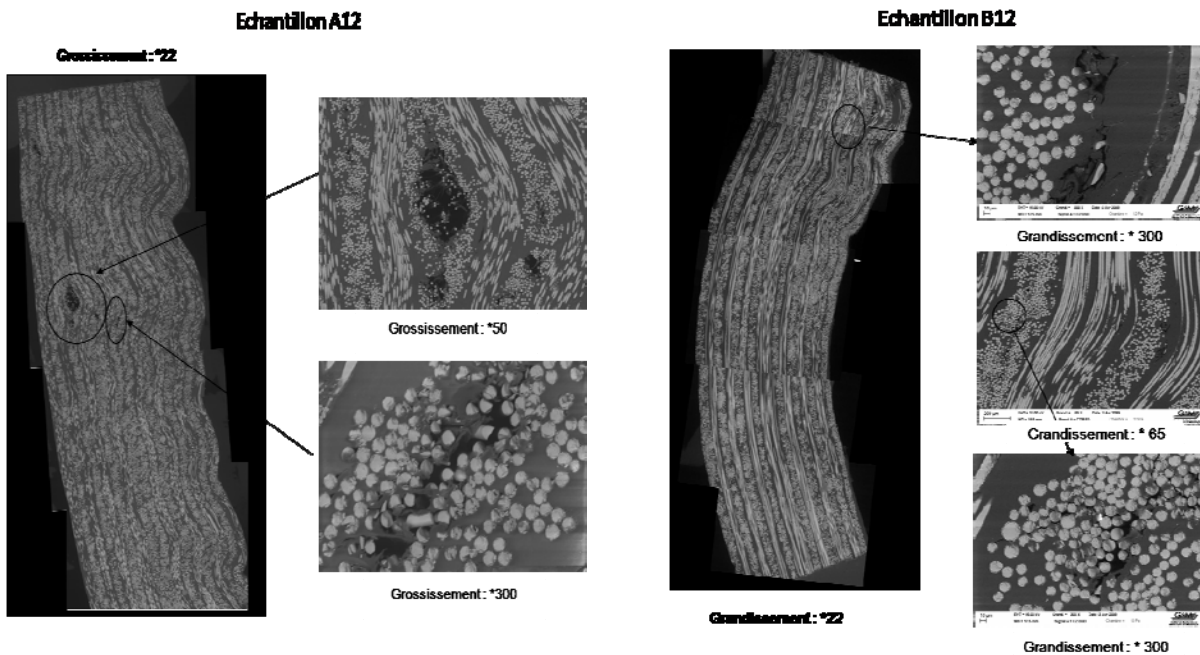


Fig. 13 : Observations des deux échantillons à l'aide du MEB

## 4. Conclusion

Cette première analyse de la santé-matière d'un composite à fibres longues et à matrice thermoplastique montre que l'étape de mise en forme par estampage peut produire une pièce parfois présentant peu de défauts, et parfois montrant une morphologie particulièrement désordonnée, conduisant nécessairement à une résistance mécanique très affectée. Les moyens d'observation utilisés ont permis de caractériser des défauts aux échelles de l'épaisseur, des plis et des constituants. Les trois informations sont complémentaires, et constitueront un moyen d'analyse nécessaires dans la suite de nos développements.

En perspective, une modélisation de la mise en forme sera menée afin de tenter de définir la valeur des paramètres liés au procédé qui garantira une bonne santé matière.

## Remerciements

Ce travail a été initié et financé par le Centre Technique des Industries Mécaniques (CETIM). Les auteurs tiennent à remercier les partenaires du pôle IPC (Ingénierie des polymères et composites)

## Références

- [1] Trudel-Boucher. (2005). Experimental investigation of stamp forming of unconsolidated commingled E-glass/polypropylene fabrics. *Composites science and technology*.
- [2] M.Hou. (2006). Manufacturing Process and Mechanical Properties of Thermoplastic composite components. *Journal of Materials Processing Technology*.
- [3] A.C.Long. (2000). Experimental characterisation of the consolidation of a commingled glass/polypropylene composite. *Composite science and technology*. (2008). Hot forming instead of compression molding. *Kunststoffe*, 28-31.
- [5] Ecam. (n.d.). <http://materiaux.ecam.fr/savoirplus/dsc/dscla.html>.
- [6] Thomman. (2004). A combined impregnation and heat transfert model for stamp forming of unconsolidated commingled yarns preforms. *Composites science and technology*, 15.
- [7] Schmidt, F. (2003). Modelling of infrared heating of thermoplastic sheet used in thermoforming process. *Materials processing technology*, 7.
- [8] Chen, J. (2000). Stamping of continuous fiber thermoplastic composites. *Polymer composites*.
- [9] Geli, M. (2008). Carbostamp product range. Retrieved from Soficar-carbon: [www.soficar-carbon.com](http://www.soficar-carbon.com)