



**HAL**  
open science

# Modélisation des propriétés thermo-radiatives de composites fibres de carbone/matrice PEEK jusqu'à $T = 700$ K dans le cadre du procédé de dépose de bande automatisé

Julie Dausseins, Steven Le Corre, Benoit Rousseau

## ► To cite this version:

Julie Dausseins, Steven Le Corre, Benoit Rousseau. Modélisation des propriétés thermo-radiatives de composites fibres de carbone/matrice PEEK jusqu'à  $T = 700$  K dans le cadre du procédé de dépose de bande automatisé. Journées Nationales sur les Composites 2017, École des Ponts ParisTech (ENPC), Jun 2017, 77455 Champs-sur-Marne, France. hal-01621607

**HAL Id: hal-01621607**

**<https://hal.science/hal-01621607>**

Submitted on 23 Oct 2017

**HAL** is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

# **Modélisation des propriétés thermo-radiatives de composites fibres de carbone/matrice PEEK jusqu'à $T = 700$ K dans le cadre du procédé de dépose de bande automatisé**

## ***Numerical modeling of thermal-radiative properties of CF-PEEK composite up to 700 K in the context of ATP – laser welding process***

**Julie Dausseins<sup>1</sup>, Steven Le Corre<sup>2</sup>, Benoit Rousseau<sup>2\*</sup>**

1 : IRT Jules Verne  
Chemin du Chaffault  
44340 Bouguenais, France  
e-mail : [julie.dausseins@irt-jules-verne.fr](mailto:julie.dausseins@irt-jules-verne.fr)

2 : Laboratoire de Thermique et Énergie de Nantes (LTeN)  
UMR CNRS 6607  
44306 Nantes, France  
e-mail : [benoit.rousseau@univ-nantes.fr](mailto:benoit.rousseau@univ-nantes.fr) (\*)

### **Résumé**

Afin d'optimiser des procédés industriels automatisés de mise en forme basés sur l'usage du chauffage laser proche infrarouge, l'Institut de Recherche Technologique (IRT) Jules Verne coordonne des programmes visant à mieux connaître les propriétés thermo-radiatives de composites fibres de carbone/matrice PEEK. Dans le cadre de ces travaux, des films de pré-impregnés fibres de carbone/matrice PEEK ont été étudiés. La connaissance multi-échelle de l'interaction laser/matériau, en fonction des mécanismes d'absorption et de diffusion du rayonnement au sein des composites, est ici un enjeu crucial en vue d'optimiser ces procédés industriels. Pour ce faire, une double approche couplant caractérisation expérimentale des propriétés thermo-radiatives et simulation numérique a été déployée. En particulier, les expériences numériques s'appuient sur la compréhension fine du lien intime entre les natures chimique et texturale des composites et leurs propriétés thermo-radiatives. À ce titre, peu de travaux se sont pour l'instant penchés sur l'origine des propriétés radiatives des matériaux carbonés, ni sur celle concernant les composites à matrice PEEK. Dans ce travail, nous proposons des corrélations entre propriétés thermo-radiatives et paramètres physico-chimiques et texturaux. Les résultats montrent qu'il est possible de simuler fidèlement la réponse radiative de ces matériaux à température ambiante puis de calculer ces mêmes réponses à haute température (jusqu'à 700 K). Ces simulations montrent ainsi le rôle primordial joué par les fibres de carbone sur les propriétés radiatives de ces composites.

### **Abstract**

In order to help aeronautics manufacturers to optimize laser heating-automated tape placement process, the Jules Verne Industrial Research Institute manages projects aiming to understand the thermal-radiative properties of carbon fibers/PEEK composite. In this work, CF-PEEK pre-impregnated thin films and dry carbon fibers tapes were studied. The multi-scale knowledge of the laser/material interaction, depending on light absorption and scattering by the composite is a critical issue to optimize ATP process. We carried out a dual approach based on the experimental characterization of the thermal radiative properties and on their numerical modeling. The latter modeling is based on the understanding of the intimate link between the chemical nature and the texture of the composite and their radiative behavior. Few studies focused on the origin on composite thermal radiative properties of carbon based materials and PEEK matrix composites. In this work, we propose a correlation between the thermal radiative properties and physical/chemical/textural parameters. Our results show the possibility to accurately simulate the radiative response at ambient temperature, then calculate them at high temperature up to 700K. These modeling exhibits the main role of the carbon fibers on the radiative properties of these kinds of composites.

**Mots Clés :** composite, fibres de carbone, dépose de bande automatisée, propriétés thermo-radiatives, modélisation  
**Keywords :** composite, carbon fibers, automated tape placement, thermal radiative properties, numerical modeling

## **1. Introduction**

Les contextes économiques et écologiques actuels motivent les industriels du secteur aéronautique à trouver de nouvelles solutions afin de réduire la masse des avions et donc, la consommation de kérosène et les émissions de dioxyde de carbone associées. Les matériaux

composites sont une bonne solution à ce problème car ils possèdent une masse volumique plus faible que celles des matériaux métalliques, tout en présentant d'excellentes propriétés mécaniques.

Face à cet engouement croissant, le marché propose une grande diversité de fibres et de matrices polymères, ce qui constitue un large choix de combinaisons possibles, et ainsi un large panel de comportements mécaniques envisageables. Les fibres de carbones, sujet de cette étude, possèdent d'excellentes propriétés : légèreté, résistance aux hautes températures, rigidité et résistance en traction élevée (entre autres) ce qui en font les candidates idéales pour des applications aéronautiques et aérospatiales [1].

Outre un large choix de matières premières, les procédés de mise en forme des matériaux composites sont aussi très variés, en fonction de l'application souhaitée, des dimensions et des caractéristiques du produit final, mais aussi des contraintes industrielles. Le procédé de dépose de bandes automatisé (ATP : Automated Tape Placement), contexte de cette étude, est un procédé de plus en plus étudié [2,3]. Dans le cas de bandes pré-imprégnées de résine, l'enjeu est ici de produire directement des pièces structurales par consolidation *in-situ*. Dans le cadre de ce projet, nous nous sommes intéressés aux matrices thermoplastiques en raison de leur recyclabilité et de leur mise en forme facile, et plus particulièrement à la matrice PEEK (PolyEtherEtherKetone), polymère de haute technicité et résistance haute température [4,5]. Ainsi, dans le cas du procédé ATP, des bandes unidirectionnelles sont amenées par une tête de placement (filière) et entraînées sous un galet élastomère de compactage. Pendant cette opération, un laser proche-infrarouge ( $\lambda=0,98 \mu\text{m}$ ) est utilisé pour chauffer à la fois le substrat (bandes déjà déposées) et les bandes en cours de drapage sur le galet. Les deux surfaces (substrat et galet) sont fondues et compressées ensemble sous le rouleau de compression. Le soudage est réalisé par mécanisme d'interdiffusion des chaînes polymères à l'interface des deux surfaces compressées [6].

Ainsi, la connaissance de l'interaction laser/matière en prenant en compte les propriétés thermo-radiatives, des matériaux est un enjeu crucial en vue d'optimiser ce procédé de production industriel. En effet, il est ici question de déterminer le caractère absorbant du matériau pré-imprégné CF-PEEK, à savoir sa capacité à convertir en chaleur le rayonnement infra-rouge transmis par la source laser.

Dans ces travaux, nous montrerons comment la connaissance des paramètres physico-chimiques et texturaux d'un ruban pré-imprégné CF-PEEK, obtenus à travers une étude multi-échelles, peut être utile pour déterminer numériquement ses propriétés thermo-radiatives. Les mesures radiatives acquises expérimentalement à température ambiante seront ainsi confrontées aux résultats obtenus par un code Monte-Carlo Lancer de Rayon (C++) développé pour des composés opaques dont les maillages de surface sont connus [7]. Le code permettra alors de prédire la réponse radiative du ruban pré-imprégné CF-PEEK, à haute température (jusqu'à 700 K).

## 2. Matériaux et méthodes expérimentales

Les matériaux étudiés sont des plaques minces d'épaisseur  $e=140\pm 2\mu\text{m}$  de pré-imprégné fait de fibres de carbone unidirectionnelles de  $7 \mu\text{m}$  de diamètre dans une matrice PEEK avec un taux volumique de fibres de 60%, ci-après dénommés CF-PEEK.

La caractérisation macroscopique expérimentale des propriétés radiatives de ces matériaux composites a été réalisée grâce à un spectromètre IRTF BRUKER™ VERTEX 80v (LTeN, Nantes), pouvant couvrir une gamme spectrale de  $400$  à  $22500 \text{ cm}^{-1}$  (soit des longueurs d'ondes allant de  $0,4$  à  $25 \mu\text{m}$ ) avec un diamètre de faisceau incident variable allant de  $0,5$  à  $8 \text{ mm}$ . Le spectromètre est équipé de sphères intégrantes (A562 à revêtement or et à revêtement téflon) pour mesurer les réflectivités normales-hémisphériques  $R_{NH}$  à température ambiante et d'une platine

pour mesurer les réflectivités normales-normales  $R_{NN}$  (A510). Cette dernière est équipée d'un élément chauffant conçu à partir d'un dispositif LINKAM™ HFS600 (113- 873 K) intégré dans le compartiment échantillon du spectromètre pour les mesures en température.

Afin de reproduire numériquement les grandeurs mesurées ( $R_{NH}$ ), des données d'entrées telles que la connaissance de la topographie de surface et des indices optiques des matériaux étudiés sont ici nécessaires.

Une analyse par microscopie électronique à balayage (MEB) a été ainsi menée avec un microscope JEOL™ JSM-7600F équipé d'un canon à émission de champ de type Shottky et utilisant un détecteur d'électrons secondaires de type Everhart-Thornley avec une tension d'accélération du faisceau d'électrons de 10 kV sur échantillon préalablement métallisés au platine (Institut des Matériaux de Nantes).

Les surfaces numérisées des composites ont été ensuite acquises avec un topographe optique IFM Alicona (LTn, Nantes) pour une résolution spatiale de l'ordre de 50 nm.

À l'échelle d'une fibre ( $\varnothing = 7 \mu\text{m}$ ), les mesures en spectroscopie Raman visible dispersif ont été réalisées avec un spectromètre JOBIN-YVON™ T64000 (Institut des Matériaux de Nantes) avec une source Argon ( $\lambda=0,514 \mu\text{m}$ ), un monochromateur S1800 sans confocale, une fente 100 $\mu\text{m}$ , avec une puissance de 1,5 mW et un détecteur InGaAs. Nous verrons que la connaissance de la nanotexture des fibres de carbone permettra de déterminer au mieux le jeu d'indices optiques, typique des fibres de carbone étudié.

L'ensemble des informations chimiques et texturales accumulées (spectroscopie Raman, MEB et profilométrie) permettra ainsi de mettre en œuvre une modélisation de la réflectivité normale-hémisphérique, *via* un code de Monte Carlo Lancer de Rayon [8], tenant compte de la rugosité et des propriétés optiques intrinsèques des constituants

### 3. Résultats et discussion

#### 3.1 Caractérisation texturale

Les bandes de pré-imprégné CF-PEEK ont été analysées par microscopie électronique à balayage à grandissement  $\times 40$  et  $\times 200$  (Figure 1), révélant l'arrangement unidirectionnel des fibres de carbone de 7  $\mu\text{m}$  de diamètre. On peut aussi remarquer que la matrice PEEK recouvre uniformément les fibres de carbone mais ces dernières sont toujours distinguables et génèrent une certaine rugosité à la surface des échantillons.

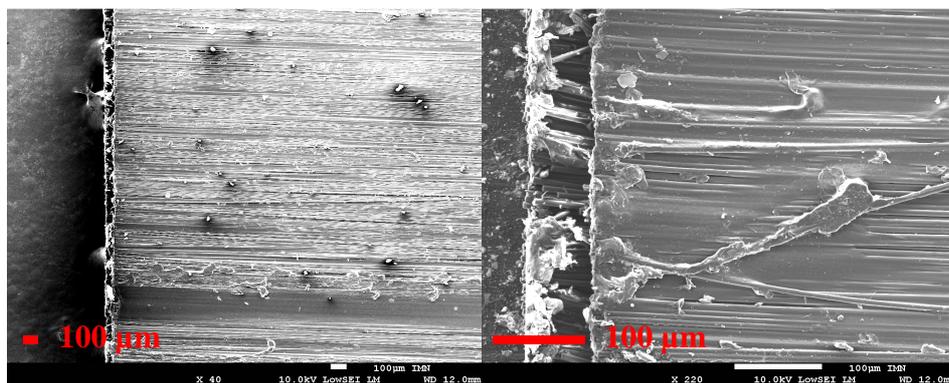


Figure 1 Clichés MEB d'une bande de pré-imprégné CF-PEEK, grossissement  $\times 40$  (à gauche) et  $\times 220$  (à droite)

Pour une appréciation plus quantitative de cette rugosité, des mesures profilométriques ont été entreprises sur des surfaces rectangulaires de 710 $\times$ 540  $\mu\text{m}^2$  pour le matériau pré-imprégné CF-PEEK (Figure 2). Des paramètres statistiques, tels que l'écart type des rugosités  $\omega_{rms}$  (moyenne quadratique de toutes les hauteurs pour une longueur de parcours de la tête optique) et la longueur

de corrélation  $\tau$  (distance à laquelle un motif se répète spatialement), ont été relevés sur des surfaces de  $11 \times 8 \mu\text{m}^2$  à  $710 \times 540 \mu\text{m}^2$  sur le pré-imprégné.

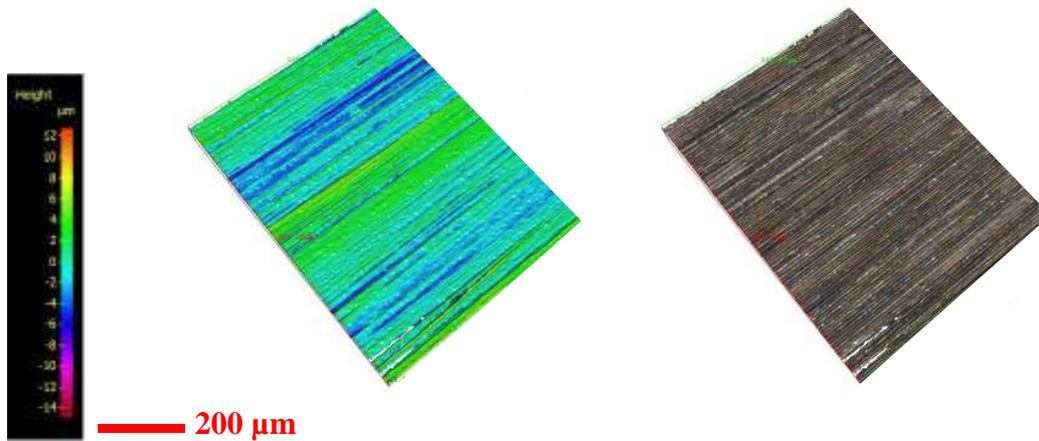


Figure 2 Profilométrie de surface d'une bande de pré-imprégné CF-PEEK, grossissement  $\times 20$

Ces paramètres statistiques relevés sur les échantillons présentés Figure 2 (Tableau 1) montrent que la bande de pré-imprégnée analysée possède une rugosité  $\omega_{rms} = 2,26 \mu\text{m}$ . Nous verrons que ces informations seront utiles pour mener les simulations finales.

Tableau 1 Paramètres statistiques issus des mesures de profilométrie sur les surfaces totales représentées Figure 2

Paramètre	Pre-imprégné
$\omega_{rms}$ ( $\mu\text{m}$ )	2,26
$\tau$ ( $\mu\text{m}$ )	48,92

### 3.2 Caractérisation structurale

La microstructure des fibres de carbone dépend de la composition chimique des précurseurs et de l'histoire thermique imposée lors de sa mise en forme [9,10]. La spectroscopie micro-Raman est ici une technique pertinente pour sonder la structure du carbone avec une profondeur de pénétration de  $0,1 \mu\text{m}$  et donne une information « moyenne » sur un volume de  $1 \mu\text{m}^3$  [11–14]. Le spectre Raman du matériau étudié est représenté en Figure 3. Les atomes de carbone ne présentent pas une structure purement graphitique, auquel cas il n'y aurait qu'une unique bande G à  $1600 \text{cm}^{-1}$ . On observe également une intense bande D1 à  $1360 \text{cm}^{-1}$  [11] et, après déconvolution du spectre, une bande D4 à  $1190 \text{cm}^{-1}$ , ainsi qu'une autre D3 à  $1520 \text{cm}^{-1}$  [15]. Les atomes de carbone sont plutôt organisés dans un état désordonné [16]. Sachant que les indices optiques dépendent de l'état structural du bulk [16,17], la connaissance, ici, de la présence d'une structuration de type carbone désordonné, permettra de s'orienter par la suite vers le choix d'un couple d'indices optiques le plus adapté [18] à la modélisation des propriétés radiatives.

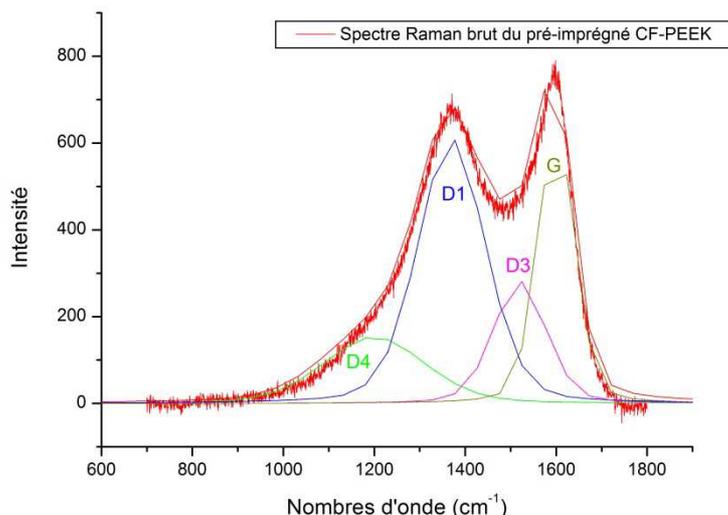


Figure 3 Déconvolution du spectre Raman d'une bande de pré-imprégné CF-PEEK à  $T = 293$  K.

### 3.3 Caractérisation radiative

Dans la Figure 4 sont présentés les spectres de réflectance normale-hémisphérique ( $R_{NH}$ ) et normale-normale ( $R_{NN}$ ) d'échantillons de bande pré-imprégnée. Ce matériau est faiblement réfléchissant et présente une forte diffusion de surface en raison de l'écart entre  $R_{NH}$  et  $R_{NN}$  à la longueur d'onde utile de  $0,98 \mu\text{m}$ . Ainsi, près de 75% de la réponse radiative du pré-imprégné est liée à la diffusion de surface.

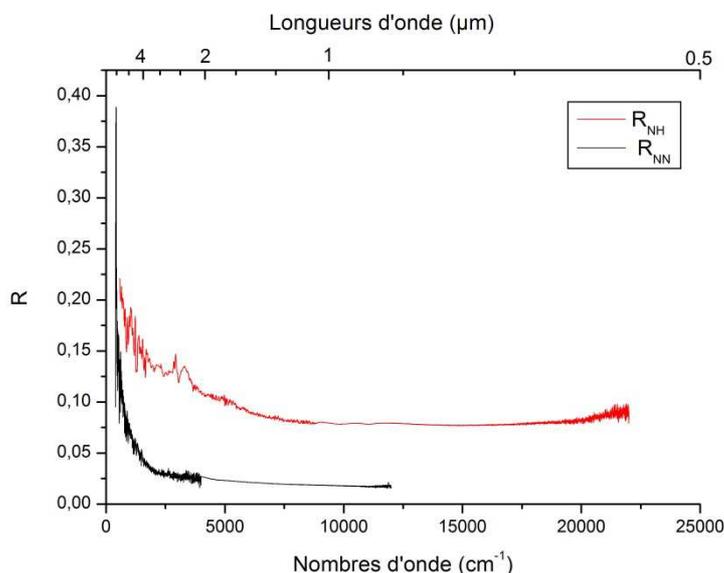


Figure 4 Spectres de réflectivité du pré-imprégné CF-PEEK à  $T=293$  K sous air. Comparaison entre la Réflectivité Normale-Hémisphérique ( $R_{NH}$ ) mesurée à partir de la platine A562 BRUKER™ (rouge) et la réflectivité Normale-Normale ( $R_{NN}$ ) mesurée à partir de la platine A513 BRUKER™ (noir)

Les mesures de  $R_{NN}$  à  $0,98 \mu\text{m}$  jusqu'à  $673$  K à l'aide du dispositif basé sur un élément chauffant LINKAM™ HFS600 [19] pour le pré-imprégné CF-PEEK sont représentées dans la Figure 5. Outre le fait que le pré-imprégné CF-PEEK est très peu réfléchissant spéculairement ( $R_{NN} < 0,03$  sur tout le domaine de température), l'effet de la température tend à augmenter très légèrement la réflectivité de manière globale. La légère diminution observée vers  $623$  K peut être

imputée à un changement de cristallinité du PEEK au voisinage de sa température de fusion [9]. Cependant, ce changement n'a pas d'effet significatif sur les propriétés thermo-radiatives macroscopiques du composite [19].

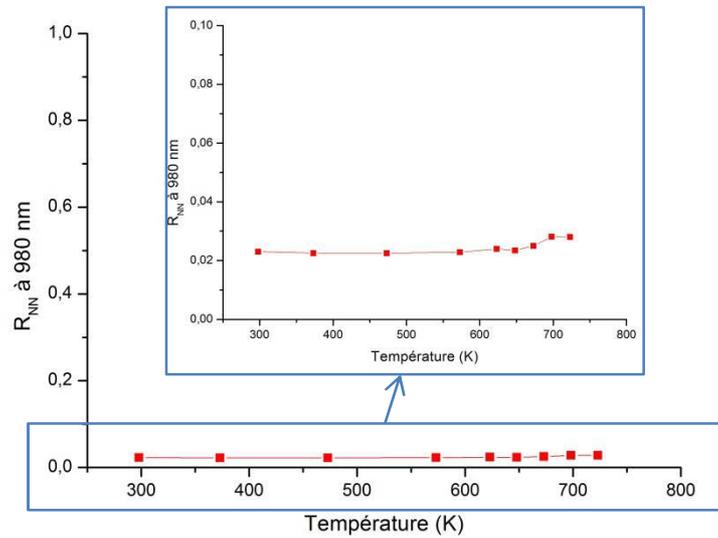


Figure 5 Réflectivité Normale-Normale à  $0,98 \mu\text{m}$  en fonction de la température pour le pré-imprégné CF-PEEK mesurée à l'aide de la platine A510 BRUKER™ et de l'élément chauffant LINKAM™HFS6000. À gauche : pleine échelle, à droite : focus 0 – 0.1.

### 3.4 Modélisations par Monte-Carlo Lancer de Rayons

Pour une meilleure appréciation du rôle joué par la rugosité de surface sur les propriétés radiatives des échantillons, des simulations Monte Carlo Lancer de Rayons (MCLR) ont été menées. Le principe de cette méthode est d'impacter une surface maillée, déterminée par exemple à partir d'une étude topographique, par un grand nombre de rayons qui sont numériquement comptés jusqu'à ce qu'ils deviennent absorbés ou rétrodiffusés. Pour chaque interaction rayon-matériau, les lois de l'optique géométrique sont appliquées pour déterminer le comportement d'un rayon donné au point d'impact. Un modèle de Lancer de Rayons, utilisant les lois de l'optique géométrique, est valable dans la mesure où il satisfait un domaine de validité imposé par la topographie de surface et le domaine spectral étudié et que le rapport  $\omega_{rms}/\tau$  obtenu via les mesures topographiques (Tableau 1) est inférieur à 4, ainsi que  $\omega_{rms} \cos \theta_i / \lambda < 0,17$  [20] où  $\theta_i$  est l'angle d'incidence du faisceau de lumière. Dans cette étude, où la gamme spectrale va de  $0,4$  à  $1 \mu\text{m}$ , les conditions imposées par le domaine de validité sont donc vérifiées.

Le modèle MCLR [7,8,21] reproduit les conditions expérimentales que permet la mesure de la réflectivité normale-hémisphérique. Ici un faisceau cylindrique (diamètre  $200 \mu\text{m}$ ) de 10 000 rayons non polarisés et parallèles est lancé perpendiculairement au centre de la surface reconstituée. Quand un rayon impacte une micro-facette triangulaire, sa nouvelle direction est déterminée par la loi de Fresnel appliquée à la normale de la surface élémentaire et par la connaissance de ses indices de réfraction  $n(\lambda, T)$  et d'absorption  $k(\lambda, T)$ . À chaque point d'impact, l'intensité  $I_{i+1}$  du rayon est donnée par :

$$I_{i+1} = \rho_i(\lambda, \theta_i, T) I_i \quad (1)$$

avec  $\rho_i(\lambda, \theta_i, T)$  la réflectivité locale pour,  $\theta_i$ , l'angle d'incidence,  $\lambda$ , la longueur d'onde et  $T$ , la température donnée.

Ce processus est répété jusqu'à ce que (i) l'intensité du rayon atteigne une valeur critique d'absorption (0.01), le rayon est alors considéré comme absorbé ou que (ii) le rayon quitte la surface par rétrodiffusion. Dans ce cas, un nouveau rayon est lancé.

Ainsi, le code compte le nombre de rayons diffusés dans l'hémisphère avant,  $N_d$ , et le nombre de rayons absorbés  $N_a$  par le matériau afin de calculer la réflectivité normale-hémisphérique, donnée par le rapport du nombre de rayons diffusés sur le nombre total,  $N$ , de rayons lancés pour chaque longueur d'onde, à la température considérée :

$$R_{NH}(\lambda, T) = \frac{N_d(\lambda, T)}{N(\lambda, T)} \quad (2)$$

Les données d'entrée de nos simulations sont les suivantes : la surface reconstituée du pré-imprégné et les indices optiques de la phase solide. La surface numérique ( $710 \times 540 \mu\text{m}^2$ ), a été obtenue par profilométrie et ses paramètres statistiques sont recensés dans le Tableau 1. Le nombre de rayons impactant,  $N$ , est de 10 000, ces derniers étant contenus dans un faisceau de  $200 \mu\text{m}$  de diamètre. Le choix de  $N$  garantit l'obtention de résultats avec de faibles fluctuations statistiques (moins de 0,5%). Différents couples d'indices optiques, correspondant à trois grandes structures de matériaux carbonés, ainsi que ceux du PEEK, ont été tirés de la littérature [18,22] et sont présentés dans le Tableau 2.

Tableau 2 Indices optiques à  $T=293\text{K}$  de matériaux carbonés [18]

$\lambda$ ( $\mu\text{m}$ )	Carbone pyrolytique		Carbone amorphe		Carbone suie	
	n	k	n	k	n	k
0,400	2,377	1,656	2,175	1,206	1,396	0,403
0,433	2,529	1,528	2,258	1,102	1,434	0,376
0,467	2,637	1,422	2,323	1,025	1,462	0,36
0,500	2,641	1,386	2,321	0,991	1,484	0,347
0,533	2,648	1,383	2,331	0,981	1,496	0,352
0,567	2,649	1,395	2,337	0,977	1,536	0,374
0,600	2,656	1,394	2,343	0,982	1,522	0,355
0,633	2,684	1,399	2,356	0,986	1,527	0,376
0,667	2,717	1,433	2,371	1,019	1,544	0,357
0,700	2,767	1,438	2,434	1,005	1,55	0,367
1,000*	3,019*	1,6*	2,589*	1,05*	1,732*	0,36*

\* valeurs extrapolées pour  $\lambda=1 \mu\text{m}$

Les indices optiques utilisés pour la simulation MCLR du pré-imprégné ont été calculés via une loi des mélanges :

$$n_{CF-PEEK} = n_C \times V_{fibres} + n_{PEEK} \times V_{matrice} \quad (3) \quad \text{et} \quad k_{CF-PEEK} = k_C \times V_{fibres} + k_{PEEK} \times V_{matrice} \quad (4)$$

avec  $V_{fibres} = 59\%$  volumique et  $V_{matrice} = 41\%$  volumique. La Figure 6 montre les résultats de simulations MCLR de la réflectivité normale hémisphérique pour trois matériaux carbonés de structures différentes ainsi que pour un mélange carbone suie-PEEK. Ces données sont comparées à celles obtenues expérimentalement à température ambiante. Les simulations ont été réalisées avec les indices optiques du Tableau 2 pour le cas d'un graphite pyrolytique, d'un carbone amorphe et d'une pastille de suie [18]. Ici, les simulations donnant le meilleur accord sont celles réalisées en prenant les indices optiques du carbone de type suie. Pour rappel, les spectres Raman des fibres de carbone ont montré que le carbone était à l'état désordonné. La comparaison avec les spectres Raman issus de la littérature pour les suies [23] présente des similitudes avec nos spectres (voir

Figure 3). Ce résultat montre que les indices optiques les plus adaptés à notre simulation sont ceux de la pastille de suie dont la nanostructure désordonnée est la plus proche de celle observée sur le pré-imprégné de CF-PEEK. On peut noter également la faible contribution des indices optiques du PEEK sur le calcul de la réflectivité normale-hémisphérique globale (voir dans la Figure 6 la courbe portée par les carrés rouges pleins et celle portée par les carrés rouges vides).

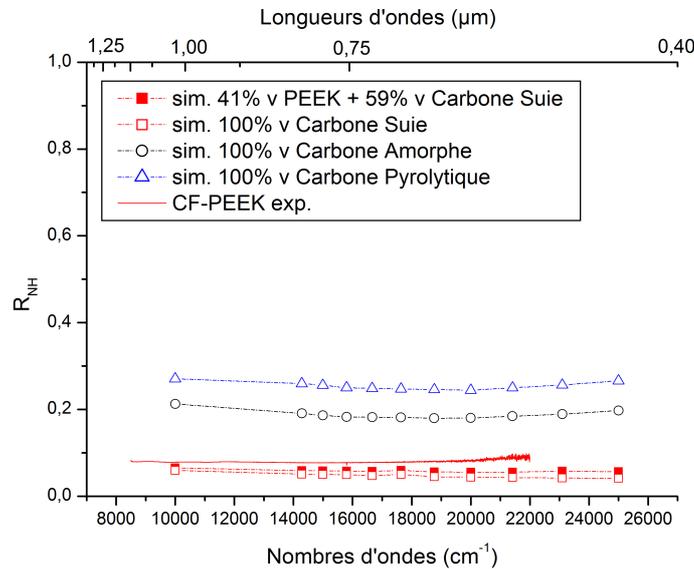


Figure 6 Réflectivité Normale-Hémisphérique simulée à partir du code MCRT à  $T = 293K$  (tirets) en prenant les indices optiques du carbone pyrolytique (triangles), du carbone amorphe (cercles), de la suie (carrés vides) et du composite carbone suie-PEEK (carrés pleins) comparées aux données expérimentales pour le pré-imprégné CF-PEEK (trait continu)

Pour aller plus loin, connaissant la dépendance en température des indices optiques des phases carbonées relative à la pastille de suie à 25, 200, 300 et 400°C [18] et en faisant l’hypothèse que les indices optiques du PEEK restent constants avec l’augmentation de la température, nous avons cherché à modéliser, par extrapolation, la réflectivité normale-hémisphérique à 200, 300 et 400°C dans le cas du pré-imprégné CF-PEEK. La valeur de la réflectivité normale-hémisphérique a été relevée à la longueur d’onde de 0,98  $\mu\text{m}$  puis reportée en fonction de la température est comparée aux mesures expérimentales de la réflectivité normale-normale sur le pré-imprégné CF-PEEK (Figure 7).

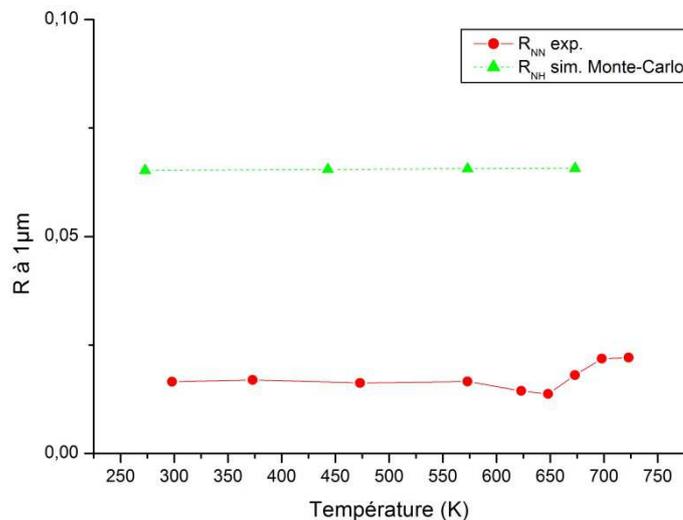


Figure 7 Réflectivité à  $\lambda = 1\mu\text{m}$  ( $10000\text{ cm}^{-1}$ ) en fonction de la température : mesures expérimentales (rouge), valeurs extrapolées calculées par Monte Carlo Lancer de Rayons (vert) pour le composite pré-imprégné CF-PEEK

Au vu de ces résultats de modélisation, on peut conclure que la température n'a que très peu d'effet sur l'évolution de la réflectivité normale-hémisphérique,  $R_{NH}$ , comme cela est déjà le cas pour la réflectivité normale-normale,  $R_{NN}$ , du pré-imprégné CF-PEEK (cf Figure 5).

#### 4. Conclusions

Dans ces travaux, des caractérisations structurales et texturales de composites fibres de carbone/matrice thermoplastique (CF-PEEK) ont été menées dans le contexte de dépose de bandes automatisée couplée à un chauffage laser proche infrarouge. Pour une meilleure compréhension du comportement radiatif de ce matériau, une étude multi-échelle a été ainsi entreprise afin de démontrer le lien intime entre la structure (Raman), la texture (MEB et profilométrie), et les propriétés radiatives macroscopiques (spectroscopie de réflexion infrarouge). La structure du carbone étudié a été identifiée comme étant celle d'un carbone désordonné : cette information a orienté le choix d'un couple d'indices optiques  $n$  et  $k$  adapté à la modélisation des propriétés radiatives du composite. Par ailleurs, la connaissance de la topographie de l'échantillon obtenue par profilométrie a permis de justifier de l'utilisation d'un code de type Lancer de Rayon pour mener à bien la modélisation des propriétés radiatives. Des calculs de type Monte-Carlo Lancer de Rayon ont été présentés afin de calculer la réflectivité normale hémisphérique à l'instar de ce qui est pratiqué en conditions réelles de mesure. Ces derniers calculs présentent un bon accord avec les résultats expérimentaux, permettant ainsi de montrer, par extrapolation, l'effet négligeable de la température (jusqu'à 700 K) sur les propriétés thermo-radiatives de l'échantillon de CF-PEEK de cette étude.

Pour résumer, ces travaux originaux montrent qu'une approche multi-échelles est nécessaire pour comprendre et prédire le comportement radiatif de matériaux légèrement rugueux et opaques tels que les composites pré-imprégnés à base de fibres de carbone. L'utilisation approfondie du code de Monte Carlo Lancer de Rayons permettrait l'identification plus fine (par méthodes inverses) de la dépendance spectrale des indices  $n$  et  $k$  des fibres de carbone constituant le pré-imprégné. D'un point de vue industriel, de telles informations sont importantes afin d'optimiser le procédé de dépose de bande automatisée.

#### Remerciements

*Cette étude est réalisée dans le cadre du projet SODA piloté par l'IRT Jules Verne (Centre de recherche technologique mutualisé dédié au manufacturing), avec le soutien des partenaires industriels et académiques suivants : AIRBUS GROUP INNOVATIONS, DASSAULT AVIATION, SAFRAN COMPOSITES, GeM (Institut de Recherche en Génie Civil et Mécanique) et LTEN (Laboratoire de Thermique et Énergie de Nantes). Les auteurs souhaitent aussi remercier l'Institut des Matériaux Jean Rouxel de Nantes pour la mise à disposition d'équipements scientifiques.*

#### Références

- [1] Vieille B, Albouy W, Taleb L. Influence of stamping on the compressive behavior and the damage mechanisms of C/PEEK laminates bolted joints under severe conditions. *Compos Part B Eng* 2015;79:631–8. doi:10.1016/j.compositesb.2015.05.026.
- [2] Groupe WJB, Warnet LL, Rietman B, Akkerman R. On the weld strength of in situ tape placed reinforcements on weave reinforced structures. *Compos Part A Appl Sci Manuf* 2012;43:1530–6. doi:10.1016/j.compositesa.2012.04.010.
- [3] Groupe W. Weld strength of laser-assisted tape placed thermoplastic composites. 2012. doi:10.1017/CBO9781107415324.004.
- [4] Dandy LO, Oliveux G, Wood J, Jenkins MJ, Leeke GA. Accelerated degradation of

- Polyetheretherketone (PEEK) composite materials for recycling applications. *Polym Degrad Stab* 2015;112:52–62. doi:10.1016/j.polymdegradstab.2014.12.012.
- [5] Patel P, Hull TR, McCabe RW, Flath D, Grasmeyer J, Percy M. Mechanism of thermal decomposition of poly(ether ether ketone) (PEEK) from a review of decomposition studies. *Polym Degrad Stab* 2010;95:709–18. doi:10.1016/j.polymdegradstab.2010.01.024.
- [6] Regnier G, Le Corre S. Modeling of Thermoplastic Welding. *Heat Transf. Polym. Compos. Mater.*, 2016, p. 235–68.
- [7] Rousseau B, Gomart H, Meneses D. Modelling of the radiative properties of an opaque porous ceramic layer. *J* 2011.
- [8] Rousseau B, Gomart H, Zanghi D. Synchrotron x-ray  $\mu$ -tomography to model the thermal radiative properties of an opaque ceramic coating at T= 1000 K. *J Mater* 2010.
- [9] Oberlin A. Carbonization and graphitization. *Carbon* N Y 1984.
- [10] Guigon M, Oberlin A, Desarmot G. Microtexture and structure of some high tensile strength, PAN-base carbon fibres. *Fibre Sci Technol* 1984.
- [11] Ishida H, Fukuda H, Katagiri G, Ishitani A. An Application of Surface-Enhanced Raman Scattering to the Surface Characterization of Carbon Materials. *Appl Spectrosc Vol 40, Issue 3, Pp 322-330* 1986;40:322–30.
- [12] Cuesta A, Dhamelincourt P, Laureyns J. Effect of various treatments on carbon fiber surfaces studied by Raman microprobe spectrometry. *Applied* 1998.
- [13] Cuesta A, Dhamelincourt P, Laureyns J. Raman microprobe studies on carbon materials. *Carbon* N Y 1994.
- [14] Tadayyoni M, Dando N. Normal and surface-enhanced Raman investigations of carbon materials. *Appl Spectrosc* 1991.
- [15] Wu S, Liu Y, Ge Y, Ran L, Peng K, Yi M. Composites : Part A Surface structures of PAN-based carbon fibers and their influences on the interface formation and mechanical properties of carbon-carbon composites. *Compos Part A* 2016;90:480–8. doi:10.1016/j.compositesa.2016.08.023.
- [16] Rouzaud J, Oberlin A, Beny-Bassez C. Carbon films: structure and microtexture (optical and electron microscopy, Raman spectroscopy). *Thin Solid Films* 1983.
- [17] Dombrovsky L, Baillis D. Thermal radiation in disperse systems: an engineering approach 2010.
- [18] Stagg BJ, Charalampopoulos TT. Refractive indices of pyrolytic graphite, amorphous carbon, and flame soot in the temperature range 25° to 600°C. *Combust Flame* 1993;94:381–96.
- [19] Le Louët V, Rousseau B, Le Corre S, Boyard N, Delmas J, Delaunay D. Directional spectral reflectivity measurements of a carbon fibre reinforced composite up to 450°C. *Int J Heat Mass Transf* 2017;submitted.
- [20] Tang K, Buckius R. A statistical model of wave scattering from random rough surfaces. *Int J Heat Mass Transf* 2001.
- [21] Rousseau B, Gomart H. Material parameters influencing the radiative properties of heterogeneous optically thick oxide ceramics. *ASME* 2009 2009.
- [22] Stokes-Griffin CM, Compston P. Optical characterisation and modelling for oblique near-infrared laser heating of carbon fibre reinforced thermoplastic composites. *Opt Lasers Eng* 2015;72:1–11. doi:10.1016/j.optlaseng.2015.03.016.
- [23] Patel M, Leonor C, Ricardo A, Scardi P, Aswath PB. Morphology , structure and chemistry of extracted diesel soot — Part I: Transmission electron microscopy , Raman spectroscopy , X-ray photoelectron spectroscopy and synchrotron X-ray diffraction study. *Tribology Int* 2012;52:29–39. doi:10.1016/j.triboint.2012.03.004.