



THÈSE

Pour l'obtention du titre de :

Docteur de l'Université de Lille

Spécialité : Mécanique des solides, des matériaux, des structures et des surfaces

Ecole graduée : Sciences de l'Ingénierie et des Systèmes - ENGSYS

**REGENERATION ET ELABORATION DE RENFORTS A BASE
DE FIBRES DE CARBONE RECYCLEES, OPTIMISATION DES
PARAMETRES PAR METHODES NUMERIQUES**

Thèse soutenue par :

Jean IVARS

Le 07 Octobre 2025, devant le jury composé de :

Rapporteur	Pr. Patrick IENNY, IMT Mines Alès
Rapporteur	Pr. Christophe BALEY, Université Bretagne Sud
Président du jury	Pr. Abdessamad KOBİ, Université d'Angers
Examineur	Pr. Mylène LAGARDERE, IMT Nord Europe
Directeur de thèse	Pr. Damien SOULAT, Univ. Lille
Co-directeur de thèse	MCF, HDR Ahmad Rashed LABANIEH, Univ. Lille
Invité	MCF, HDR Kim-Phuc TRAN, Univ. Lille

Remerciements

Je tiens à exprimer ma reconnaissance à mes directeurs de thèse, Damien SOULAT et Ahmad Rashed LABANIEH, pour m'avoir offert l'opportunité de réaliser cette thèse, ainsi que pour leur encadrement rigoureux, leur disponibilité et leur soutien constant, tout au long de ces années, et même avant. Leur expertise scientifique et leurs conseils m'ont permis d'avancer dans ce travail avec méthode. Merci à vous.

Je remercie également Kim Phuc TRAN pour ses apports techniques et les échanges constructifs qui ont été précieux pour la partie modélisation statistique.

Je remercie sincèrement les membres du jury, Patrick IENNY et Christophe BALEY, pour avoir accepté d'être rapporteurs de ce travail et pour le temps consacré à sa lecture. Je remercie également Abdessamad KOBİ et Mylène LAGARDERE pour l'intérêt qu'ils ont porté à cette thèse en acceptant d'y contribuer en tant qu'examineurs.

Je souhaite également remercier les techniciens, en particulier Frédéric LIRA et Johann PRUM, pour leur aide dans la mise en œuvre expérimentale, la gestion du matériel et leur disponibilité. Leur soutien a été important pour l'avancement des travaux.

Merci à Aida HARBAOUI pour son stage de fin d'étude sur les débuts de ce projet, à Abdellahi LOULY pour son travail lors de son stage, en particulier sur la conception du banc d'étirage, ainsi qu'aux différents étudiants des groupes SPRINT qui ont contribué à ces travaux sous divers aspects.

Je remercie chaleureusement Marion et Dorothée pour leur aide sur la partie administrative du projet.

Merci à Mirella et Céline pour les échanges, les rires et les moments partagés au fil de ces années.

Je tiens également à remercier mes amis pour leur présence et leurs encouragements. Merci à tous les membres de la MDS, en particulier à mon fillou Antoine, avec qui nous avons fait revivre l'association « En Avant Doctorants » afin de contribuer à un meilleur environnement pour les étudiants.

Un merci particulier à Julie et Quentin pour votre amitié, pour les sorties, les fous rires, les apitoiements bien sentis... et les élans d'optimisme qui allaient avec, même s'ils étaient plus rares. Merci à Bénédicte, présente depuis notre semestre en Chine en 2019, puis pendant mon stage d'ingénieur, et qui a eu la bonne idée d'être dans mon bureau ces trois dernières années. Si ces années sont passées si vite, c'est en grande partie grâce à toi. Et à la Quoicouteam, merci.

Merci à Laurent, Yanis et Mathieu pour les rires depuis la prépa. Merci à Alyson et Salomé pour ceux qui durent depuis la maternelle. Merci à Tanguy, mon frère d'une autre mère, pour sa présence sans faille. Merci à Jeanne pour tout ce qu'elle est et tout ce qu'elle fait. A Yann.

Remerciements

Enfin, merci à mon père, pour tout ce qu'il m'a transmis, simplement. Merci à ma mère pour son humour et cette étincelle de vie qu'elle transmet sans même y penser. Merci à ma grande sœur, qui me connaît mieux que personne. Merci à mon petit frère, pour ce qu'il est aujourd'hui et ce qu'il deviendra. Merci à mon pépé, pour sa sagesse et ses conseils. Merci à ma mémé pour ce qu'elle nous a donné, même si elle n'est plus là pour en voir les fruits. Je vous aime.

Table des matières

INTRODUCTION GENERALE.....	8
1. REGENERATION DES FIBRES DE CARBONE RECYCLEES PAR VOIE	
CARDEE	12
1.1. Production et propriétés des fibres de carbone	13
1.2. Généralités sur les matériaux composites	15
1.2.1. Constituants du composite.....	16
1.2.2. Paramètres structuraux du renfort	16
1.2.3. Procédés de mise en œuvre.....	17
1.2.4. Comportement mécanique des composites.....	18
1.2.5. Application des composites renforcés de fibres de carbone	19
1.3. Recyclage des composites renforcés de fibres de carbone	21
1.3.1. Recyclage thermique des composites.....	23
1.3.2. Recyclage chimique des composites.....	24
1.3.3. Recyclage thermochimique par vapo-thermolyse des composites.....	24
1.3.4. Recyclage par fragmentation à haute tension des composites.....	24
1.4. Régénération textile des fibres de carbone recyclées.....	25
1.4.1. Procédés textiles conventionnels : non-tissés.....	26
1.4.2. Procédés textiles conventionnels : filature.....	29
1.4.3. Procédés de réalignement des fibres innovants.....	30
1.4.4. Propriétés des composites thermoplastiques renforcés de structures en fibres de carbone recyclées.....	32
1.5. De la fibre au ruban : ouvrison, cardage, étirage	33
1.5.1. Ouvraison des fibres avant cardage	33
1.5.2. Principe et mécanismes du procédé de cardage.....	34
1.5.3. Principe et développement d'un banc d'étirage	40
1.5.4. Synthèse des paramètres à l'étude et plan de production des voiles cardés	43
1.6. Caractérisation morphologique des non-tissés en fibres de carbone recyclées.....	44

1.6.1. Mesure de l'orientation des fibres dans les structures « non-tissé » et composites.....	44
1.6.2. Mesures de la longueur des fibres pour structures « non-tissé » et composites	50
1.6.3. Caractérisation de la masse surfacique et de l'homogénéité des non-tissés	56
1.7. Conclusion.....	58
2. MATERIAUX ET REVUE DES METHODES DE CARACTERISATION APPLIQUEES AUX FIBRES ET AUX VOILES	60
2.1. Matériaux et procédés	60
2.1.1. Fibres.....	60
2.1.2. Mise en œuvre des voiles par cardage	61
2.2. Techniques de caractérisation morphologique	62
2.2.1. Mesure du diamètre des fibres	62
2.2.2. Mesure de la longueur des fibres.....	63
2.2.3. Mesure de l'orientation des fibres dans les voiles	65
2.2.4. Masse du voile après cardage et homogénéité massique	66
2.3. Techniques de caractérisation mécanique.....	68
2.3.1. Essais de traction statique sur fibre unitaire.....	68
2.3.2. Essais de traction cyclique sur fibre unitaire.....	69
2.4. Positionnement et comparaison des propriétés mécaniques des fibres recyclées avant cardage.....	70
2.5. Conclusion.....	71
3. INFLUENCE DU PROCEDE DE CARDAGE SUR LES PROPRIETES MORPHOLOGIQUES ET MECANIQUES DES FIBRES DE CARBONE RECYCLEES	72
3.1. Plan d'expérience pour la production de voiles en fibre de carbone recyclées.....	72

3.2. Propriétés morphologiques des fibres et voiles en fibres de carbone recyclées.....	74
3.2.1. Masse et homogénéité des voiles produits	75
3.2.2. Longueurs des fibres de carbone avant et après cardage.....	79
3.2.3. Diamètre des fibres avant et après cardage	82
3.2.4. Orientation des fibres dans les voiles cardés avant et après étirage.....	83
3.3. Propriétés mécaniques des fibres de carbone recyclées cardées	86
3.3.1. Sources d'incertitudes sur les essais de traction sur fibres unitaires	86
3.3.2. Étude de la complaisance machine et de son échantillonnage sur des fibres de carbone recyclées et vierges	87
3.3.3. Effets des paramètres de cardage sur les propriétés mécaniques des fibres ...	93
3.3.4. Essais de traction cyclique sur les fibres de carbone recyclées.....	98
3.4. Conclusion.....	103
4. MODELISATION STATISTIQUE DES PROPRIETES MECANIQUES DES FIBRES DE CARBONE RECYCLEES AVANT ET APRES CARDAGE	105
4.1. Introduction	105
4.2. Méthodologie de l'analyse statistique.....	107
4.2.1. Distributions de probabilité	107
4.2.2. Ajustement des modèles sur les données expérimentales.....	111
4.2.3. Critères de performance de l'ajustement statistique.....	113
4.3. Comparaison de l'ajustement des lois de distributions sur un lot de fibres de carbone recyclées avant et après cardage	116
4.3.1. Performance de l'ajustement des données d'allongement à rupture	116
4.3.2. Performance de l'ajustement des données de contrainte à rupture	119
4.3.3. Performance de l'ajustement des données de module de traction	121
4.4. Discussion et choix du modèle pour la suite de l'analyse.....	124
4.5. Analyse des évolutions des paramètres m et σ_0 de la loi de Weibull à deux paramètres selon les conditions de cardage	125
4.5.1. Distributions des contraintes à rupture selon les paramètres de cardage	127
4.5.2. Distributions des allongements à rupture selon les paramètres de cardage	129

4.5.3. Distributions des modules de traction selon les paramètres de cardage	131
4.6. Conclusion.....	133
CONCLUSIONS ET PERSPECTIVES.....	135
LISTES DES PUBLICATIONS ET PRESENTATIONS ORALES	139
LISTE DES FIGURES	141
LISTE DES TABLEAUX	145
BIBLIOGRAPHIE.....	146

Introduction générale

Les fibres de carbone sont des fibres synthétiques qui se caractérisent par un module et une résistance spécifiques élevés, ce qui les rend particulièrement intéressantes en tant que renforts dans les structures où la réduction de masse est recherchée comparativement à d'autres fibres techniques. Elles sont couramment utilisées dans les matériaux composites à matrice polymère, où elles sont associées à une matrice organique pour former un matériau dont les propriétés mécaniques dépassent celles des constituants pris séparément. Les composites renforcés de fibres de carbone (CFRP) sont utilisés dans des applications structurelles, en raison de leur bon compromis entre résistance mécanique et légèreté. Les CFRP sont largement employés dans des secteurs comme l'aéronautique, l'automobile, l'énergie ou les équipements sportifs. Leur fabrication mobilise des ressources à forte valeur ajoutée, notamment en ce qui concerne les fibres de carbone, dont le coût et la consommation d'énergie à la production sont élevés.

L'utilisation croissante de ces matériaux s'accompagne d'une augmentation des volumes de déchets, tant lors de leur production qu'en fin de vie. Pourtant, ces composites en fin de vie sont encore aujourd'hui majoritairement incinérés ou enfouis, faute de filières de valorisation adaptées et rentables, et en l'absence de réglementation à l'échelle internationale. Dans le secteur aéronautique, les projections indiquent que les déchets de CFRP pourraient dépasser 34 000 tonnes par an à l'échelle mondiale d'ici 2050 [1]. En France, l'ADEME estime que les déchets composites atteignent déjà entre 30 000 et 35 000 tonnes par an [2], tous secteurs confondus. Cette situation souligne l'enjeu économique et environnemental que représente le développement de filières capables de revaloriser ces matériaux, en particulier les fibres de renfort.

Pour répondre à cette problématique, plusieurs technologies de recyclage ont été développées ces dernières années, visant à séparer la matrice et les fibres de carbone des déchets de CFRP. Certaines d'entre elles, comme la pyrolyse, la solvolysse ou la vapo-thermolyse, permettent d'éliminer la matrice sans dégrader de manière critique les propriétés mécaniques des fibres. Les fibres récupérées conservent une partie significative de leur résistance et de leur module de traction initiaux, mais elles sont discontinues, de longueur variable, généralement sans ensimage et ne se présentent plus sous forme d'étoffe. Cette forme discontinue rend leur réintégration dans les procédés de mise en œuvre complexe, et nécessite la mise en place de solutions permettant de restructurer ces fibres afin de tirer à nouveau parti de leurs propriétés mécaniques.

Plusieurs approches ont été développées pour régénérer ces fibres discontinues issues du recyclage sous forme de structures continues [3]. Certaines reposent sur des procédés textiles, comme la voie « non-tissé » ou la filature conventionnelle qui permettent de redonner une cohésion et une continuité à des fibres discontinues, parfois en les associant à des fibres thermoplastiques. D'autres procédés plus récents, comme la technologie HiPerDiF [4] ou le projet MANIFICA [5], utilisent d'autres techniques pour réaligner les fibres et recréer une structure continue. Ces solutions varient en termes de complexité, de maturité industrielle et de performance mécanique obtenue sur le matériau régénéré. Parmi les

méthodes de régénération des fibres de carbone recyclées, les procédés textiles restent les plus éprouvés pour structurer des fibres discontinues.

La filature est développée de façon industrielle depuis la fin du XVIII^{ème} siècle et a comme objectif de transformer des fibres discontinues en fils. Elle comprend une succession d'opérations et de machines qui ont pour but de réintroduire une orientation et une cohésion dans des matériaux fibreux. Parmi ces opérations, le cardage est l'une des premières étapes de structuration de la matière. Il permet d'ouvrir les fibres, de les individualiser et de leur donner un léger alignement dans le sens de production, avant leur regroupement sous forme de voile de fibres enchevêtrées, ou de ruban, c'est-à-dire un voile condensé en largeur. Les machines de cardage sont conçues à l'origine pour le traitement de fibres naturelles, qui sont moins rigides et moins sensibles au cisaillement que les fibres de carbone. Cette sensibilité est accentuée lorsqu'elles proviennent du recyclage, car elles ne possèdent plus d'ensimage. Or, cet ensimage joue un rôle protecteur, il facilite notamment leur glissement et limite les frottements lors des étapes de transformation textile quand les fibres, sous forme de multifilaments, sont tissées par exemple. Le passage dans la carde peut ainsi entraîner des casses de fibres ou être moins efficace sur ce type de matière. Il est alors nécessaire de mener une analyse de l'impact du cardage lorsqu'il est appliqué à des fibres de carbone recyclées.

Ces travaux de thèse s'inscrivent dans cette problématique en étudiant l'impact de différents paramètres de cardage sur les propriétés morphologiques et en traction des fibres de carbone recyclées par vapo-thermolyse. Ils ont consisté à produire des voiles sur une carde à l'échelle laboratoire, dont les cylindres sont garnis d'un revêtement compatible au traitement des fibres de carbone, obtenues en faisant varier différents paramètres machine et matière.

Il existe plusieurs études portant sur les effets du cardage sur des voiles en fibres de carbone recyclées, mais elles se concentrent principalement sur les propriétés du voile. Certains de ces travaux analysent la longueur des fibres après passage dans la carde [6,7], mais peu s'intéressent aux propriétés des fibres elles-mêmes à l'échelle unitaire. En particulier, les effets du cardage sur les propriétés en traction des fibres unitaires restent un domaine assez peu exploré. De plus, les méthodes de caractérisation de la morphologie sur les voiles, en particulier concernant l'orientation des fibres, sont le plus souvent limitées à des approches macroscopiques, ou bien effectuées une fois le matériau transformé en composite, et non sur l'étoffe sèche elle-même [8]. Or, la connaissance des propriétés morphologiques et mécaniques à l'échelle de la fibre individuelle, et du voile, sont nécessaires pour identifier les paramètres de procédé qui favorisent une bonne restructuration, l'alignement et une conservation suffisante de la longueur des fibres. En effet, ces paramètres morphologiques, en particulier la longueur et l'orientation des fibres, influencent les propriétés mécaniques des composites à fibres discontinues [9,10]. Les résultats des essais de traction sur fibre unitaire peuvent également être utilisés pour alimenter des modèles de comportement à partir de distributions statistiques des propriétés mécaniques.

Le travail réalisé au cours de cette thèse s'articule autour de deux volets principaux. Le premier concerne la caractérisation morphologique des fibres extraites des voiles après cardage, avec des mesures de longueur, d'orientation, afin d'évaluer l'effet des paramètres de cardage sur la structuration

de la matière mais aussi d'homogénéité et de conservation de la matière sur le voile en sortie de carde. Le second volet porte sur les propriétés mécaniques des fibres, analysées sous deux angles. Premièrement, une évaluation des propriétés en traction statique et cyclique, et une autre analyse par modélisation statistique, permettant d'identifier des effets notamment dans les distributions des valeurs de traction ainsi que leur dispersion qui ne sont pas accessibles par les moyennes et écarts-types seuls. Cette démarche permet d'identifier les paramètres les plus influents sur la conservation ou le changement des propriétés mécaniques et morphologiques aux différentes échelles, de mieux comprendre les mécanismes de transformation des fibres, et d'obtenir des données utiles pour la conception et la modélisation de renforts composites à partir de fibres recyclées.

La mise en œuvre de ce travail a nécessité en parallèle le développement de plusieurs outils expérimentaux. Un banc d'étirage à l'échelle laboratoire a été conçu pour permettre l'étirage des voiles cardés en fibres de carbone, qui est une étape en aval du cardage. En parallèle, une méthode de mesure de l'orientation des fibres à l'échelle microscopique a été développée à l'aide d'une caméra polarisée, afin de quantifier les effets du cardage et de l'étirage sur l'alignement des fibres.

Cette thèse s'est effectuée au laboratoire GEMTEX (ULR-2461, ENSAIT-Université de Lille) et a bénéficié d'un co-financement de la Région Hauts-de-France (Convention ALRC2.0-000895), complété par des fonds propres de l'ENSAIT. Ces travaux de thèse ont été co-dirigés par Damien SOULAT, Professeur des Universités et Ahmad Rashed LABANIEH, Maître de Conférences-HDR et co-encadrés par Kim Phuc TRAN, Maître de Conférences-HDR.

Le manuscrit est divisé en quatre chapitres. Le chapitre 1 présente les enjeux du recyclage des composites, les procédés de récupération et de restructuration des fibres de carbone en particulier le procédé de cardage. Il présente également l'état de l'art sur les propriétés des matériaux composés de fibres de carbone recyclées ainsi que les méthodes de caractérisation sur cette famille de matériaux. Le chapitre 2 décrit les matériaux utilisés, la méthode de production des voiles cardés et les protocoles de caractérisation morphologique et mécanique. Le chapitre 3 présente les paramètres de cardage étudiés dans le plan d'expérience et les résultats expérimentaux sur les propriétés morphologiques et mécaniques des fibres. Le chapitre 4 complète cette analyse en s'appuyant sur des modèles statistiques appliqués aux données de traction, notamment le modèle de Weibull, afin de modéliser les propriétés en traction des fibres et de mettre en évidence des différences dans les distributions en fonction des paramètres de cardage. Enfin, une conclusion générale reprend les principaux résultats obtenus et les perspectives de ces travaux.

Termes ou acronymes	Définition
Cardage	Opération d'individualisation et de mélange de fibres discontinues en un voile ou un ruban.
CFRP	Composites renforcés de fibres de carbone (Carbon Fiber Reinforced Plastic)
Crochet	Courbure formée à l'extrémité d'une fibre lors de leur transfert sur les organes de la cardé.
Doublage	Juxtaposition de plusieurs rubans pour homogénéiser la masse linéique et améliorer la régularité avant étirage.
Étirage	Opération consistant à faire passer un ruban entre deux paires de cylindres tournant à des vitesses différentes pour réaligner les fibres et réduire la densité linéique.
FCr	Fibres de carbone recyclées
Fibre flottante	Fibre non maintenue par les cylindres d'entrée ou de sortie pendant l'étirage, entraînée uniquement par frottement inter-fibres.
Filature	Ensemble des opérations permettant de transformer des fibres discontinues en une structure continue.
Masse linéique	Masse de fibres rapportée à une unité de longueur, exprimée en Tex (g/km). Utilisée pour caractériser les rubans, mèches ou fils.
Ouvraison	Étape préalable au cardage visant à ouvrir les faisceaux de fibres pour favoriser leur dispersion.
Peigneur	Cylindre final de la cardé, chargé de prélever les fibres du grand tambour pour former le voile.
PP	Polypropylène
Rapport d'aspect (échelle fibre)	Ratio Longueur/Diamètre
Ruban	Structure fibreuse obtenue par condensation du voile en sortie de cardé.
Travailleur / dépouilleur	Cylindres intermédiaires de la cardé assurant l'extraction (travailleur) puis la restitution des fibres au tambour (dépouilleur). Organe cardant principal
Voile	Nappe de fibres discontinues liées par friction, non condensée, obtenue en sortie de cardé.

1. Régénération des fibres de carbone recyclées par voie cardée

Ce premier chapitre décrit la chaîne de transformation conduisant de la fibre recyclée de longueur discrète à une structure régénérée et continue. L'objectif est de présenter les différentes étapes mises en œuvre, ainsi que leurs paramètres associés, pour obtenir un voile ou un ruban à partir de fibres recyclées discontinues et issues du recyclage de composites, et de caractériser les fibres et les structures obtenues. Dans un premier temps, un rappel est fait sur la nature et les propriétés des fibres de carbone, ainsi que sur leur rôle en tant que renfort dans les matériaux composites à matrice organique. Sélectionnées pour leur module et résistance spécifiques élevées, ces fibres sont largement utilisées dans de nombreuses applications structurelles, notamment dans les secteurs de l'aéronautique, automobile et de l'énergie. Leur intégration dans des composites permet d'atteindre des performances mécaniques élevées, tout en réduisant la masse des structures. Cette généralisation de l'usage des fibres de carbone dans les composites s'accompagne toutefois d'une augmentation progressive des volumes des matériaux en fin de vie, posant la question de leur valorisation.

Dans ce contexte, les principales approches de recyclage et de récupération des fibres sont présentées, en précisant leurs spécificités et leurs impacts sur les propriétés finales des fibres. Une attention particulière est portée au procédé de vapo-thermolyse, dont les fibres utilisées dans cette étude sont issues, afin d'en décrire les principes et les caractéristiques des fibres obtenues.

Un état de l'art est ensuite consacré aux techniques de régénération permettant de réorganiser les fibres de carbone recyclées discontinues en structures continues. L'étape de cardage est plus particulièrement décrite, en détaillant les mécanismes qui régissent le transfert des fibres à travers les différents organes de la machine. Cette analyse permet d'identifier les paramètres susceptibles de modifier l'orientation et la distribution des fibres, ainsi que ceux influant sur leurs propriétés mécaniques après cardage. La préparation de la matière en amont du cardage, notamment les opérations d'ouvraison, est également présentée pour préciser son rôle dans la qualité du mélange initial.

L'étirage réalisé sur le voile en sortie de carde est ensuite décrit. Les exigences fonctionnelles de la machine développée tout au long du projet au laboratoire sont détaillées, en lien avec les objectifs des travaux sur la carde et les fibres. Une présentation des principales étapes de conception et de montage est également proposée, afin de motiver les choix techniques retenus.

A partir des paramètres identifiés dans la littérature, un plan de production expérimental des voiles par cardage est défini afin d'étudier les effets des conditions opératoires sur les caractéristiques des fibres individuelles et sur la structure du voile. Pour cela, un état de l'art est mené sur les méthodes de caractérisation disponibles permettant de mesurer l'orientation et la longueur des fibres mais également l'homogénéité des non-tissés afin de justifier les choix méthodologiques retenus.

1.1. Production et propriétés des fibres de carbone

Les fibres de carbone sont constituées de plus de 90 % d'atomes de carbone organisés selon une structure graphitique, résultant d'un empilement de plans aromatiques orientés le long de l'axe de la fibre. Elles sont obtenues par pyrolyse de précurseurs organiques, c'est-à-dire des fibres polymères transformées thermiquement sous atmosphère inerte afin d'éliminer le plus d'éléments non carbonés. Trois types de précurseurs sont principalement utilisés : la rayonne, le brai et le polyacrylonitrile (PAN) [11].

L'un des premiers matériaux employés pour produire des fibres de carbone est la rayonne, une fibre cellulosique. Chauffée à haute température (jusqu'à 2 500 °C), elle permet d'obtenir des fibres de carbone avec des propriétés mécaniques limitées et un rendement très faible (environ 20 %). Le brai est un résidu issu du pétrole qui peut également être utilisé pour produire des fibres de carbone. Lorsqu'il est carbonisé, il forme une structure appelée mésophase qui permet d'atteindre des modules de traction très élevés, au-delà de 800 *GPa*. Cependant, c'est le PAN qui domine aujourd'hui la production industrielle, représentant plus de 90 % du marché. Précurseur obtenu par filage en voie solvant, il permet d'obtenir des fibres à hautes performances grâce à un procédé de transformation comprenant une stabilisation à 200–300 °C, une étape de carbonisation jusqu'à 1500-2000 °C, et une graphitisation, facultative, au-delà de 2 000 °C (Figure 1.1).

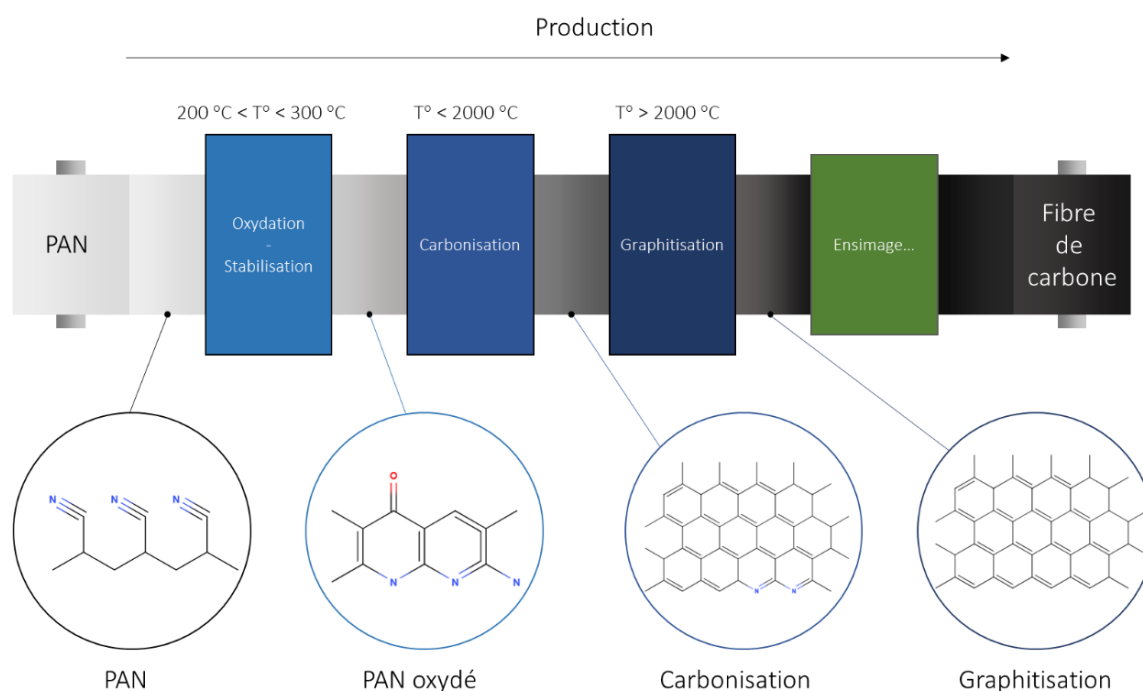


Figure 1.1 : Etapes de production de fibres de carbone à partir de PAN, reproduit de [12]

Cette dernière étape permet de modifier les propriétés des fibres carbonisées augmentant ainsi le module de traction [13]. Enfin, les fibres de carbone sont soumises à un traitement de surface et à un

ensimage avant leur mise en œuvre dans un composite. Le traitement de surface vise à introduire des groupements polaires en surface afin d'améliorer l'adhésion fibre/matrice. L'ensimage constitue l'étape finale de la fabrication des fibres. Il consiste en l'application d'une couche organique, par électrodéposition, électro-polymérisation ou trempage, et joue un rôle double. D'une part, il assure la protection des fibres contre les dégradations mécaniques lors des étapes de manipulation ou de transformation textile, en particulier lors des opérations de bobinage ou de tissage [14]. D'autre part, il favorise l'adhésion des fibres à la matrice au sein du composite final, en facilitant le transfert de charge à l'interface renfort/matrice lors des sollicitations mécaniques [15].

Les fibres de carbone sont principalement utilisées comme renfort dans les composites à haute performance, capables de concurrencer les métaux grâce à leur rigidité et résistance spécifiques. Elles sont classées selon leurs propriétés en traction en cinq catégories, notamment par le module de traction E , mesurées sur mèche imprégnée : module faible ($E < 200$ GPa), haute résistance ($E \in [200; 250]$ GPa), module intermédiaire ($E \in [250; 350]$ GPa), haut module ($E \in [350; 600]$ GPa) et très haut module ($E > 600$ GPa). La Figure 1.2 illustre les différents types de fibres de carbone en fonction de leurs propriétés mécaniques.

Le diamètre des fibres de carbone varie de 5 à 10 μm selon le type de précurseur et le traitement thermique, pour une masse volumique autour de 1,8 g/cm^3 . Les fibres sont regroupées en mèches, qui sont des assemblages parallèles de plusieurs milliers de filaments, généralement liés par un ensimage, une faible torsion, ou les deux. Ces mèches sont caractérisées par leur titre, exprimé en milliers de filaments (ex. : 3K pour 3000 monofilaments, 12K pour 12000 monofilaments...). Plus le nombre de filaments est élevé, plus la mèche est large.

Utilisées comme renforts dans les composites, ces mèches font l'objet de tests de traction sur mèches imprégnées afin d'évaluer leurs performances mécaniques. Les propriétés mécaniques sont toutefois sensibles à la morphologie de la mèche et à l'ensimage [16]. À faibles déformations, le module d'élasticité apparent n'est pas constant mais augmente progressivement avec la contrainte, en lien avec la réorganisation des filaments et l'adhésion à l'interface fibre/matrice.

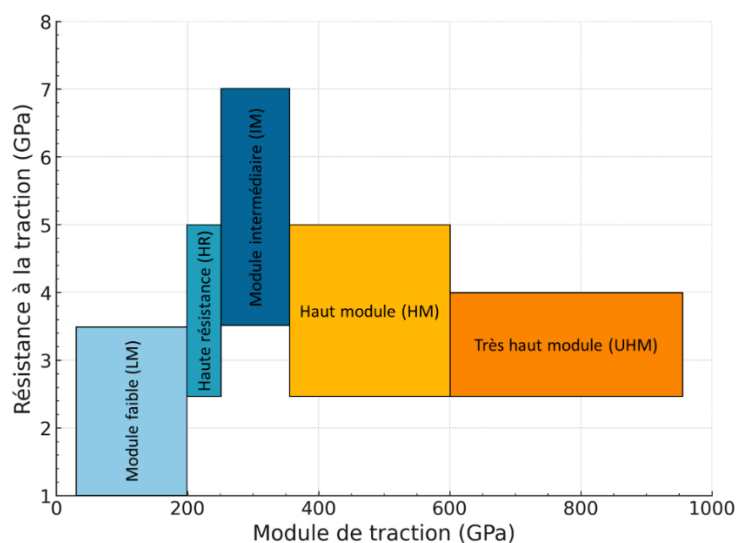


Figure 1.2 : Différents types de fibres de carbone, classées selon le module de traction et la résistance à la traction

La Figure 1.3 illustre ce phénomène, en présentant l'évolution du module de traction initial pour différentes morphologies de mèches de fibres de carbone imprégnées : mèches plates, mèches rondes et mèches désensimées. Plus la cohésion est faible, plus l'augmentation du module avec la déformation est marquée.

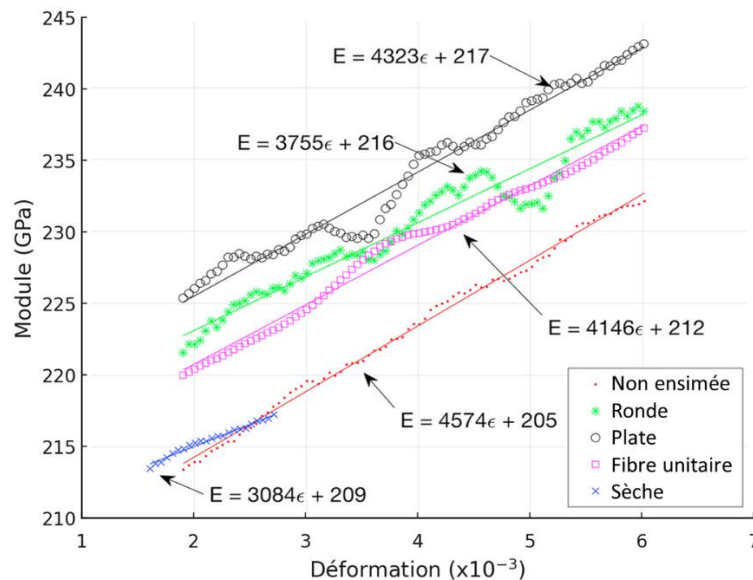


Figure 1.3 : Évolution du module initial en fonction de la déformation pour différentes morphologies de mèches de fibres de carbone, reproduit de [16].

Toutefois, malgré leurs performances élevées, les fibres de carbone issues de précurseurs conventionnels comme le PAN posent des questions économiques et environnementales. Le coût du PAN représente à lui seul près de 50 % du coût total de fabrication [17]. Parallèlement, la nécessité de développer des matériaux plus durables a conduit à l'exploration de filières alternatives reposant sur des ressources renouvelables. Des précurseurs biosourcés tels que la lignine [18,19] sont ainsi à l'étude pour produire des fibres de carbone à plus faible impact environnemental. Si ces voies offrent des perspectives intéressantes, notamment en valorisant des co-produits industriels, les propriétés mécaniques obtenues restent encore inférieures aux standards actuels avec les fibres de PAN.

1.2. Généralités sur les matériaux composites

Un composite est un assemblage de matériaux non miscibles et de natures différentes. Il se compose d'un renfort fibreux, généralement sélectionné pour ses propriétés mécaniques, et d'une matrice aux propriétés mécaniques plus faibles. La matrice assure le maintien de l'arrangement des fibres et le transfert des sollicitations mécaniques. Le matériau composite obtenu présente des propriétés intermédiaires entre celles du renfort et celles de la matrice [20].

1.2.1. Constituants du composite

Dans le cas des fibres de carbone, deux grandes familles de matrices organiques sont principalement utilisées. Les matrices thermodurcissables, comme les résines époxydes, dominent les applications à haute performance, en particulier dans l'aéronautique, en raison de leurs propriétés après réticulation. Les matrices thermoplastiques, comme le polyamide ou le polypropylène, sont principalement mises en œuvre pour les pièces composites destinées à l'industrie automobile. Certains polymères thermoplastiques hautes performance comme le polyétheréthercétone (PEEK) trouvent également des applications dans l'aéronautique, notamment pour des composants soumis à des exigences élevées en matière de tenue au feu, de stabilité thermique et de résistance chimique. Leur caractère non réticulé offre également un potentiel de recyclage par reformage ou réutilisation, contrairement aux matrices thermodurcissables dont la structure limite les possibilités de valorisation en fin de vie [1].

Une troisième catégorie de polymères, les vitrimères, est apparue plus récemment. Ils présentent une structure réticulée comparable à celle des thermodurcissables, tout en étant capables de se réorganiser sous l'effet de la chaleur. Cette propriété leur confère une aptitude au reformage et à la réparation, tout en conservant une bonne stabilité thermique et chimique. Ce champ de recherche en développement pour les composites à fibre de carbone [21] pourrait apporter une réponse aux difficultés liées au recyclage des matrices thermodurcissables.

La mise en forme des fibres de carbone dans le composite dépend du niveau de performance attendu et peut prendre différentes configurations : sous forme de charges ; des fibres de longueur discrète disposées aléatoirement ou non, obtenues par des procédés textiles comme le cardage... ; structures tissées en 2D ou 3D ; tresses ; renforts unidirectionnels ; non-crimp fabrics (NCF)... Chaque configuration est associée à des procédés de mise en œuvre spécifiques.

1.2.2. Paramètres structuraux du renfort

Les performances d'un composite ne dépendent pas uniquement des propriétés intrinsèques de ses constituants, mais également de plusieurs paramètres structuraux liés au renfort parmi lesquels : la longueur des fibres, leur orientation, leur taux volumique dans la matrice, ou encore le taux de porosité [22]... Lorsque la longueur des fibres est insuffisante, les efforts peuvent ne pas être transmis efficacement, en particulier si elle est inférieure à une longueur critique définie par l'équilibre entre la contrainte de rupture de la fibre et la résistance au cisaillement de l'interface [23]. L'orientation des fibres influe également sur le comportement mécanique du composite : un alignement dans la direction de la charge permet d'augmenter les propriétés dans ce sens, tandis qu'une orientation aléatoire conduit à un comportement plus isotrope, mais avec des propriétés généralement réduites [24]. Le taux volumique de fibres détermine la contribution du renfort au comportement global du composite, les fibres assurant principalement la rigidité et la résistance du matériau. Une augmentation du taux

volumique de fibres entraîne généralement une augmentation des propriétés mécaniques du composite, les fibres de carbone ayant des propriétés mécaniques supérieures à celle de la matrice. Dans les préformes non tissées, l'orientation des fibres peut également influencer la compaction du renfort et donc le taux volumique final obtenu après mise en œuvre en thermocompression [25].

Ces paramètres structurels doivent être considérés conjointement aux procédés de mise en œuvre, qui agissent directement sur l'arrangement des fibres et leur intégration dans la matrice.

1.2.3. Procédés de mise en œuvre

Plusieurs procédés sont utilisés pour l'élaboration des composites à fibres de carbone, en fonction des contraintes économiques, des matériaux employés, des applications visées ou des cadences de production. La plupart des structures sont réalisées par moulage, qu'il s'agisse de moulage au contact, sous vide, par compression, par injection, par transfert de résine dans un moule fermé (RTM), de projection simultanée, ou encore en autoclave. D'autres procédés, comme la pultrusion, adaptée à la fabrication de profils longitudinaux, ou la dépose automatisée de rubans (ATL), sont également utilisés pour des structures planes ou incurvées. D'autres méthodes, comme l'enroulement filamentaire ou la centrifugation, sont spécifiquement adaptées aux pièces de révolution. Certains procédés reposent aussi sur le formage de structures planes par empilement et compactage de couches imprégnées, ou sur l'estampage de préformes, notamment pour les composites thermoplastiques.

La Figure 1.4 propose une synthèse des principaux facteurs influençant la résistance à la traction des composites à base de fibres de carbone, en lien avec les aspects abordés dans les sections précédentes.

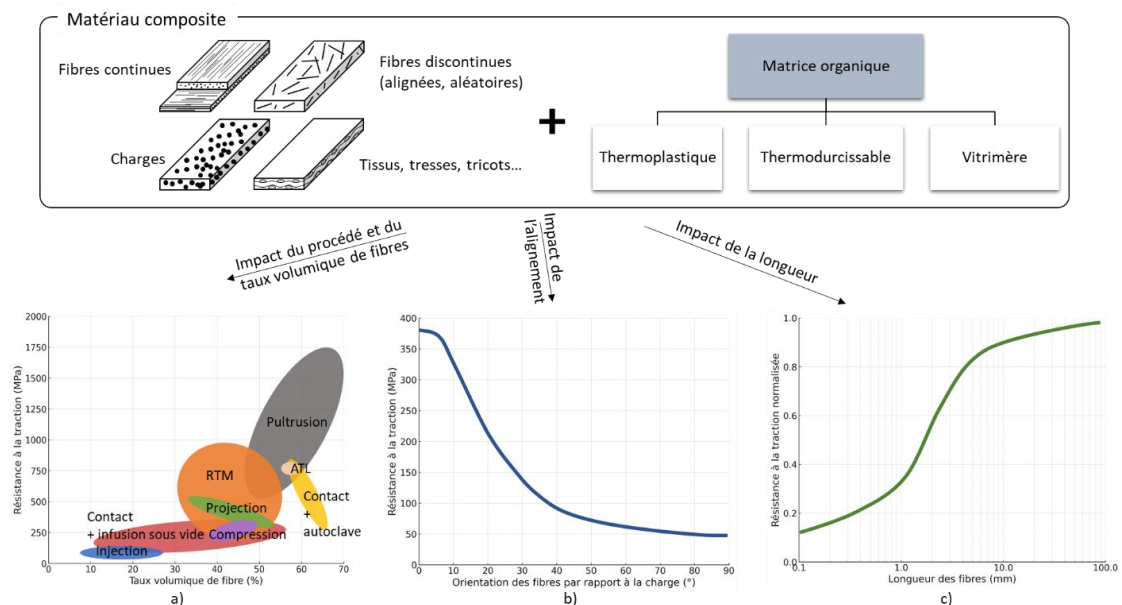


Figure 1.4 : Synthèse de l'impact des paramètres influençant les propriétés mécaniques des composites, a) Influence du taux volumique de fibre sur la résistance à la traction par type de procédé de mise en œuvre [26], b) Influence de l'orientation des

fibres dans un composite à fibres courtes sur la résistance à la traction [9], c) Influence de la longueur de fibres dans un composite à fibres discontinues sur la résistance à la traction [10]

Elle illustre l'effet du taux volumique de fibres selon le procédé de mise en œuvre, l'influence de l'orientation des fibres dans un composite à fibres courtes, ainsi que celle de la longueur des fibres dans un composite à fibres discontinues.

1.2.4. Comportement mécanique des composites

La compréhension des paramètres structurels du renfort et des procédés de mise en œuvre est nécessaire pour expliquer les performances mécaniques des composites. Ces performances sont généralement évaluées à l'échelle macroscopique par des essais mécaniques, tels que les essais de traction, de flexion ou d'impact, qui permettent de caractériser les propriétés globales du matériau. Pour relier ces propriétés aux caractéristiques des constituants et à leur organisation dans la matrice, différents modèles micromécaniques ont été développés.

Parmi ces approches, la loi des mélanges (Eq. 1) constitue une méthode [20] utilisée pour estimer la rigidité d'un composite unidirectionnel à fibres continues et montre que la performance d'un composite résulte directement de celles de la fibre, de la matrice et de leur proportion relative dans le matériau :

$$E_c = E_f v_f + v_m E_m \quad (1)$$

Avec E_c le module de traction du composite, E_f le module de traction de la fibre, E_m le module de traction de la matrice, v_f le taux volumique de fibre, v_m le taux volumique de matrice

Ce modèle ne tenant pas compte des phénomènes d'alignement et de disparités de longueur inhérents aux renforts à fibres discontinues, ce qui est le cas des renforts produits dans ces travaux, plusieurs autres modèles ont été développés, dont celui de Madsen [27] qui intègre également le volume de porosité du composite (Eq. 2) :

$$E_{i,c} = (\eta_l \eta_o v_f E_f + (1 - v_f) E_m) (1 - v_p)^n \quad (2)$$

Avec, v_p le taux volumique de vide (porosité), et n un exposant qui quantifie l'effet de la porosité sur les concentrations de contraintes dans le composite. Sa valeur usuelle est proche de 2 pour de nombreux composites à fibres naturelles, mais elle doit être déterminée expérimentalement.

Deux coefficients de correction η_l et η_o permettent respectivement de prendre en compte la longueur et l'orientation des fibres. Dans le modèle de Madsen, η_l est égal à 1 lorsque le rapport d'aspect (Longueur/Diamètre) des fibres est supérieur à 50. Pour l'orientation des fibres, η_o vaut 1 si les fibres

sont alignées majoritairement dans le sens de la charge, 0,375 dans le cas d'une distribution aléatoire [27].

En complément des lois des mélanges pour les rigidités, plusieurs modèles analytiques de la littérature ont été développés pour prédire les contraintes à la rupture des composites renforcés par des renforts à fibres discontinues. Une étude comparative de ces approches sur des composites à base de fibres de carbone recyclées discontinues, a montré que ces modèles tendent à surestimer les contraintes à la rupture [28]. Le modèle de Selezneva et al. [29] constitue une extension du modèle de Madsen en contrainte à rupture, sans prise en compte de la porosité. Il introduit un facteur χ_L , l'équivalent de η_l dans l'Equation 2, basé sur une condition de longueur de fibre différente du rapport d'aspect. Fukuda et al. [30] proposent également sur une loi des mélanges en contraintes, mais introduisent un facteur de concentration des contraintes K_r , lié à l'environnement local des fibres discontinues.

Ces modèles reposent sur des hypothèses idéalisées (interface fibre/matrice parfaite, distributions de longueur uniformes, alignement moyen), souvent éloignées des conditions réelles de mise en œuvre des composites.

1.2.5. Application des composites renforcés de fibres de carbone

En 2021, la consommation mondiale de composites à matrice polymère renforcés par fibres de carbone (CFRP) a atteint 181 kt, soit plus du double des volumes observés en 2014. La demande devrait atteindre les 285kt en 2025 [31]. À l'échelle de l'industrie des composites, les fibres de carbone représentent moins de 2 % du volume total de fibres utilisées, mais concentrent une part importante de la valeur ajoutée du secteur, en raison de leur intégration dans des applications à exigences mécaniques élevées [32]. La Figure 1.5 représente la part des différents types de fibres dans la production mondiale des matériaux composites renforcés de fibres en 2024.

L'évolution des secteurs utilisateurs montre un déplacement progressif des applications majoritairement aéronautiques vers des usages industriels à plus grand volume. En 2021, la demande en CFRP pour les pales d'éolienne a atteint 50,8 kt (28 % du total), tandis que l'aéronautique a représenté 25,4 kt (14 %). La part de l'automobile s'élevait à 14,6kt (8,1 %) et celle des réservoirs sous pression à 16,9 kt (9,3 %). Le reste se répartit entre les équipements de sport et loisirs (28,5 kt), la construction, les composites carbone/carbone et les applications diverses.

Dans le secteur aéronautique, la proportion de matériaux composites a connu une augmentation progressive. Le Boeing 767 utilisait 3 % de CFRP en masse dans sa structure, tandis que le Boeing 787 en intègre 50 %, couvrant le fuselage et les ailes. L'Airbus A350 XWB atteint 53 % de CFRP, permettant des réductions de masse et une augmentation de l'intervalle de maintenance de 8 à 12 ans.

Dans l'automobile, les premières utilisations industrielles datent des années 1980 dans les voitures de sport. Depuis les années 2010, la réglementation sur les émissions de CO₂ a favorisé l'intégration de CFRP dans les véhicules électriques et hybrides. BMW a utilisé les CFRP pour les toits et planchers de certains modèles électriques, General Motors a introduit en 2020 un pare-chocs arrière

en CFRP pultrudé sur la Corvette C8. L'utilisation des CFRP dans les boîtiers de batteries est également rapportée. En 2021, la consommation de la filière automobile en CFRP était estimée à 9,5 kt, pour atteindre 12,6 kt en 2024.

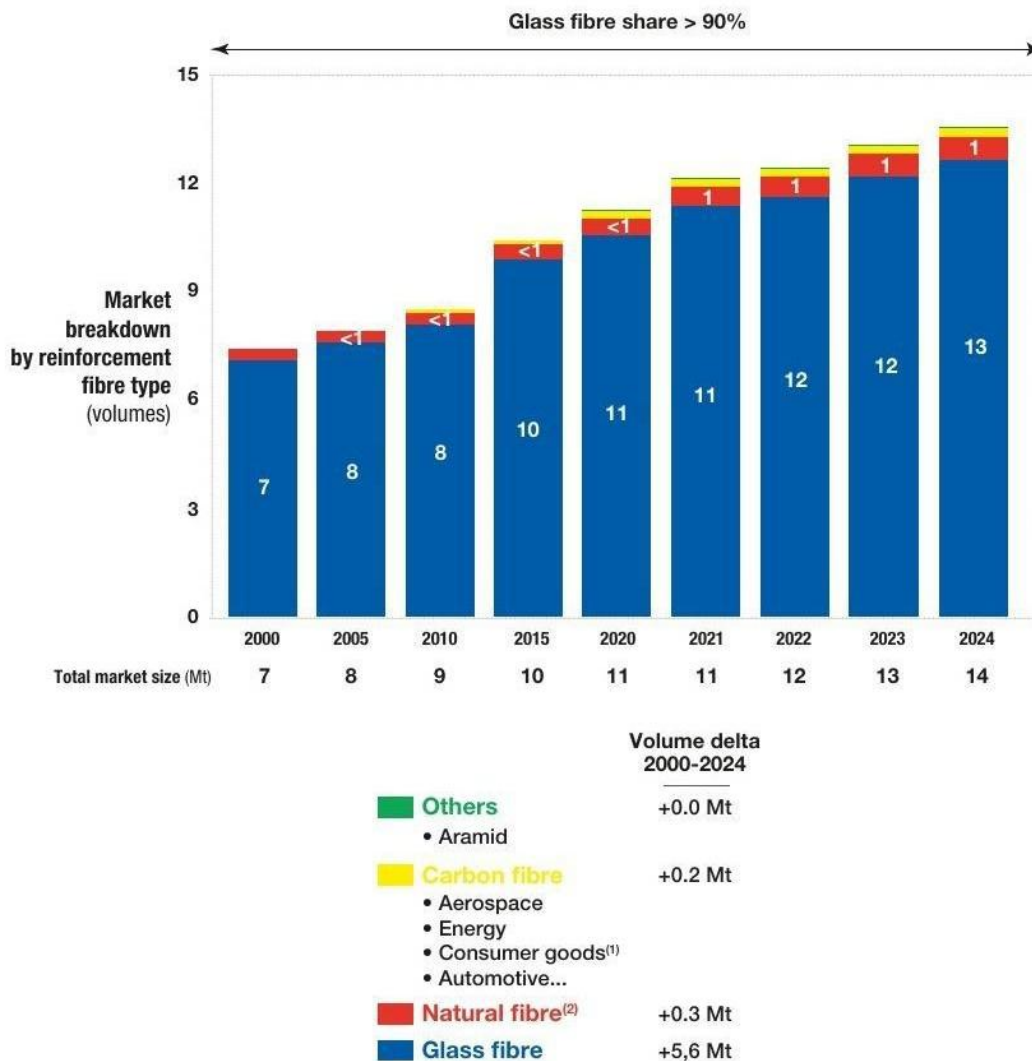


Figure 1.5 : Répartition détaillée des fibres utilisées dans les composites dans le monde jusqu'en 2024 [32]

Les applications industrielles hors aéronautique représentent désormais la majorité du volume consommé. Le secteur de l'énergie éolienne en est le principal consommateur. Les fibres de carbone sont utilisées dans les longerons de pales, permettant un allongement de leur taille tout en maîtrisant les contraintes mécaniques. Les projections indiquent que le secteur éolien consommera plus de 80 kt de CFRP en 2025 [31]. Les réservoirs sous pression constituent un autre domaine en croissance. Ils sont utilisés pour le stockage d'hydrogène ou de gaz naturel dans les véhicules lourds. Les fibres de carbone, en enroulement filamentaire autour d'une âme polymère ou métallique, permettent de supporter des pressions élevées avec un poids réduit [33]. En 2021, 16,9 kt de CFRP ont été utilisées dans ce secteur. Le développement de la mobilité hydrogène pourrait amplifier cette tendance dans les années à venir.

Le domaine des sports et loisirs reste stable avec 28,5 kt en 2021. Les produits concernés incluent les cadres de vélos, les clubs de golf, les raquettes... L'augmentation de la pratique du vélo électrique et des sports de plein air contribue à maintenir la consommation. Enfin, des applications en construction, ferroviaire et offshore émergent. Dans le bâtiment, les CFRP sont utilisés pour le renforcement structurel d'ouvrages existants. Dans les transports, des pièces secondaires ou des caissons sont testés dans des configurations où l'allègement est nécessaire.

L'augmentation continue des volumes de composites [2], notamment liée à la diversification des applications industrielles des matériaux à base de fibres de carbone, conduit à une croissance des flux de matériaux en fin de vie. Leur gestion, longtemps marginale, représente aujourd'hui une problématique industrielle. Le développement de solutions de valorisation ou de recyclage s'inscrit dans cette dynamique, avec pour objectif de limiter les pertes de matière et de mieux maîtriser l'impact environnemental associé.

1.3. Recyclage des composites renforcés de fibres de carbone

En 2022, une étude de l'ADEME [2] estimait qu'à l'échelle nationale seule, le volume total des déchets composites à traiter représentait entre 30 000 et 35 000 tonnes par an, tous secteurs confondus. À titre d'exemple, il est estimé que le secteur aéronautique générera, à l'échelle mondiale, environ 34 200 tonnes de déchets composites carbone par an à l'horizon 2050 [1]. La Figure 1.6 illustre, avec une approche cumulative, l'augmentation de la quantité de déchets composites renforcés de fibres de carbone générés par l'industrie aéronautique commerciale entre 2015 et 2050, répartis par zone géographique [34].

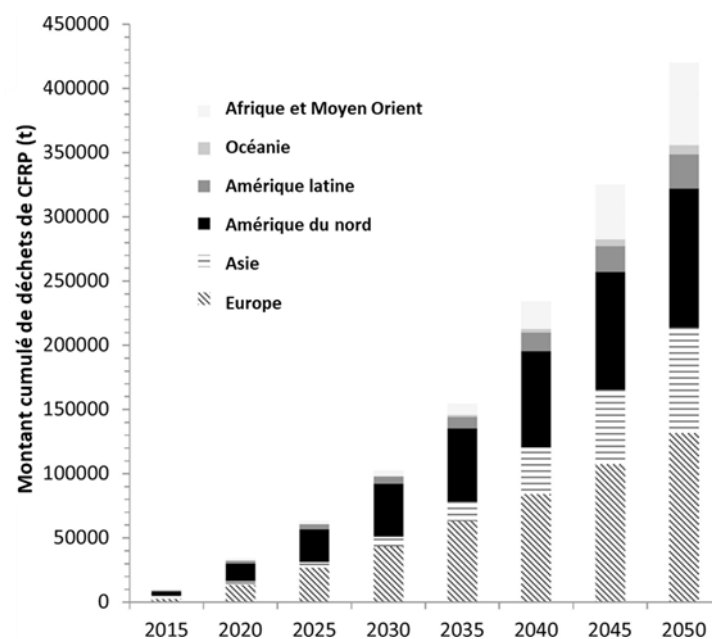


Figure 1.6 : Évolution des déchets cumulés de CFRP générés par l'aéronautique commerciale, traduit de [34].

Face à cette problématique croissante, plusieurs stratégies peuvent être envisagées afin de réduire l'impact environnemental de ces déchets. Le réemploi direct des matériaux composites constitue une première option. Cependant, cette pratique reste limitée en raison des difficultés techniques liées à la séparation des éléments et à leur état après utilisation. Les exigences de sécurité et les performances mécaniques ne peuvent par ailleurs pas toujours être garanties en cas de réutilisation directe. Lorsque le réemploi n'est pas possible, le recyclage des matériaux composites devient une alternative.

Ces dernières années, divers procédés de recyclage de ces déchets ont vu le jour. Ils sont classés en trois grandes catégories : mécanique, thermique et chimique. Des procédés plus récents, à l'instar de la fragmentation électrodynamique, sont également mentionnés, bien qu'ils soient encore peu développés à ce jour. La Figure 1.7 présente de façon synthétique et non exhaustive les différents procédés de recyclage des composites.

Il est à noter que, malgré ces avancées, l'incinération et l'enfouissement restent encore utilisés pour le traitement des déchets composites.

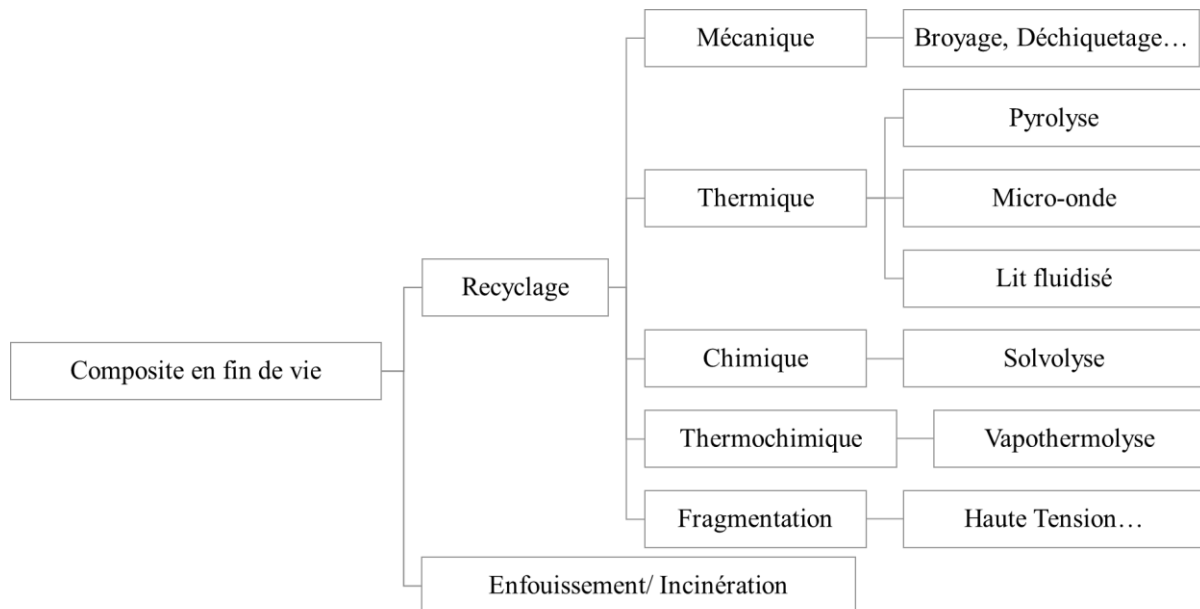


Figure 1.7 : Principaux procédés de recyclage des matériaux composites

Le recyclage mécanique repose principalement sur la fragmentation des composites en granulats ou poudres. Ce procédé est peu coûteux et faiblement énergivore et permet une utilisation complète du matériau [35]. Il entraîne néanmoins une baisse importante des propriétés mécaniques initiales, due à la réduction de la longueur des fibres inhérente au procédé, ne dépassant généralement pas 1 cm. Leur réutilisation se limite ainsi à des applications de faible valeur ajoutée, comme charges dans des matrices polymères ou cimentaires. Des essais ont été conduits en reconstituant des plaques à partir de chutes broyées de verre/PP avec des granulats de différentes tailles. Les résultats ont montré qu'une partie de la rigidité est préservée comparativement à un échantillon témoin renforcé de fibres continues. La

résistance à la traction diminue d'un facteur 10, attribué à une rupture dominée par la matrice et à une concentration de contrainte à l'extrémité des granulats [36].

Dans le cadre de ce projet, qui concerne la régénération de fibres recyclées, non mélangées avec des résidus de résine, comme avec les granulats issus du recyclage mécanique, et par ailleurs de longueur supérieure au centimètre, les procédés thermiques et chimiques sont plus adaptés. Ils permettent de récupérer des fibres présentant des propriétés mécaniques proches de celles des fibres vierges, avec cependant une légère dégradation liée au procédé employé. [37–39].

1.3.1. Recyclage thermique des composites

Le recyclage thermique des composites à fibres de carbone regroupe plusieurs procédés visant à décomposer la matrice polymère par la chaleur, permettant ainsi la récupération des fibres. Les principales techniques incluent la pyrolyse, le traitement thermique par micro-ondes et le lit fluidisé.

La pyrolyse consiste à chauffer les déchets composites, généralement en absence d'oxygène, entre 450 et 600 °C [40], entraînant la dégradation thermique de la matrice organique. Ce procédé permet de récupérer des fibres relativement propres moyennant des étapes complémentaires pour enlever les résidus de matrice en surface de la fibre [41]. Toutefois, il peut entraîner une certaine dégradation des propriétés mécaniques des fibres récupérées. Selon les paramètres des procédés utilisés, il est néanmoins possible de conserver une large majorité des propriétés mécaniques initiales, avec une résistance à la traction conservée jusqu'à 95% et sans grande quantité de résidus sur la surface de la fibre [42]. La pyrolyse est à ce jour encore considérée, avec le recyclage mécanique, comme étant les technologies les plus viables à l'échelle industrielle [3].

Le traitement par micro-ondes est une technique reposant sur l'absorption directe des micro-ondes par la matrice polymère. Le principe est similaire à celui de la pyrolyse classique, à la différence que l'énergie thermique est générée directement dans la matrice polymère par absorption des micro-ondes, sans recours à un chauffage par conduction ou convection [43]. Les températures caractéristiques sont similaires aux autres procédés thermiques, entre 400 et 600 °C. Plusieurs paramètres jouent sur la qualité des fibres en sortie de procédé telles que la composition de l'atmosphère lors de la pyrolyse, la puissance et le temps d'exposition. En optimisant ces paramètres il a été possible d'éliminer la quasi-totalité de la résine [44]. Dans les premiers essais réalisés avec cette méthode, les fibres recyclées par micro-ondes ont conservé environ 80 % de leur résistance maximale initiale, tandis que le module de traction a diminué d'environ 13 % par rapport aux fibres vierges [45].

Le recyclage par lit fluidisé repose sur l'immersion des composites dans un lit de particules chauffées et fluidisées (typiquement du sable) mis en mouvement par de l'air chaud à des températures autour de 500 °C [46]. Les longueurs caractéristiques des fibres introduites dans le procédé se situent autour de 25mm, contrairement à la pyrolyse qui, virtuellement, ne présente pas de limitation particulière concernant la longueur des fibres traitées. Cette technique conserve néanmoins le diamètre initial des

fibres [46], au détriment des propriétés en traction des fibres de carbone recyclées, avec une perte de l'ordre de 15% en résistance à rupture et module de traction par rapport aux fibres vierges [47].

1.3.2. Recyclage chimique des composites

Le recyclage chimique des composites à fibres de carbone repose sur la décomposition de la matrice polymère à l'aide de solvants ou d'agents chimiques qui permettent une récupération des fibres et, dans certains cas, les monomères de la matrice. Le terme couramment employé est solvolysé. Différentes voies sont envisageables selon le solvant utilisé et les conditions opératoires (subcritiques ou supercritiques) : hydrolyse (eau), alcoolysé (méthanol, éthanol, propanol), ou solvolysé par solvants organiques (acétone...). Les traitements peuvent être réalisés en milieu acide ou basique, avec ou sans catalyseur, à des températures comprises entre 150 et 300 °C, voire jusqu'à 374°C et 221 bars pour l'eau en conditions supercritiques [48,49]. Les différentes voies de solvolysé permettent de récupérer des fibres de carbone dont l'état de surface est proche de celui des fibres vierges, avec une conservation des propriétés mécaniques pouvant atteindre jusqu'à 95 % pour la résistance à la traction, et jusqu'à 97 % pour le module de traction [50].

1.3.3. Recyclage thermochimique par vapothermolyse des composites

Le recyclage par vapothermolyse est à l'interface entre les procédés thermiques et chimiques. La matrice polymère est décomposée par l'action de vapeur d'eau surchauffée à pression atmosphérique. Initialement développé pour le traitement des pneumatiques, ce procédé a été adapté au recyclage des composites à fibres de carbone et est désormais déployé à l'échelle semi-industrielle, notamment par l'entreprise Alpha Recyclage Composites [51]. Des travaux menés ont permis d'optimiser les conditions de traitement afin d'éliminer jusqu'à 99 % de la résine [52]. Ce procédé présente l'avantage de ne pas nécessiter de post-traitement ni de conditions extrêmes de pression, ce qui contribue à sa viabilité économique. Par ailleurs, il permet d'obtenir des fibres propres, sans altération morphologique significative, et dont les propriétés mécaniques peuvent être préservées, comme l'ont montré des essais en traction sur fibres recyclées traitées à 500 °C [53]. Le diamètre des fibres recyclées après vapothermolyse est réduit de 3% comparativement à la fibre vierge. Des longueurs de fibres jusqu'à 80 mm peuvent être récupérées.

1.3.4. Recyclage par fragmentation à haute tension des composites

Parmi les procédés émergents, la fragmentation offre une voie alternative aux approches thermiques ou

chimiques classiques. Ce procédé utilise des impulsions électriques à haute tension jusqu'à 200 kV pour désolidariser la matrice polymère des fibres de carbone. Plusieurs variantes existent, telles que la fragmentation électrodynamique (EDF), électrohydraulique (EHF) ou à haute tension (HVF). Bien que plus récente que les autres procédés, cette voie a fait l'objet de projets pilotes, notamment le projet européen SELFRAG CFRP. Des études ont toutefois rapporté des résultats mitigés concernant la qualité des fibres de carbone récupérées par HVF [54]. Pour l'EHF, les performances varient selon les études : certains auteurs rapportent des fibres de bonne qualité [55], d'autres observent au contraire une altération notable [56].

Les procédés de recyclage thermique et chimique des composites renforcés de fibres de carbone permettent de récupérer des fibres dont les propriétés mécaniques, notamment la résistance à la traction et le module de traction, peuvent être en grande partie préservées, selon les conditions de traitement. Ces traitements entraînent également la dégradation de l'ensimage initial, généralement éliminé dès 350 °C sous atmosphère oxydante [28]. Ce qui complique l'adhésion ultérieure à une nouvelle matrice polymère sans traitement complémentaire. Aussi, quelle que soit la méthode employée, les fibres récupérées présentent le plus souvent une forme discontinue, avec des longueurs variables. Cette discontinuité constitue un défi pour leur réutilisation directe dans des matériaux composites structurels, où la longueur et l'alignement des fibres conditionnent largement les performances mécaniques du matériau final. Afin de valoriser pleinement les fibres recyclées et de tirer parti de leurs propriétés, il est nécessaire de mettre en œuvre des procédés de transformation permettant de régénérer des structures fibreuses de préférence orientées.

1.4. Régénération textile des fibres de carbone recyclées

Les fibres de carbone récupérées par les procédés de recyclage nécessitent généralement une étape supplémentaire de transformation textile avant d'être réutilisées dans des composites. Après recyclage, les fibres de carbone présentent une morphologie discontinue, avec des longueurs variables et une absence fréquente d'ensimage initial [57]. Cette absence de traitement de surface, combinée à la nature intrinsèquement fragile des fibres de carbone recyclées [58,59], complexifie leur manipulation et réduit significativement leur potentiel de réemploi direct, en particulier dans les applications structurelles où la longueur et l'orientation des fibres conditionnent fortement les propriétés mécaniques finales du matériau. Afin de pallier ces limitations, différentes approches textiles, conventionnelles ou émergentes, ont été développées pour régénérer ces fibres discontinues en structures continues. Plusieurs procédés textiles, tels que les procédés non-tissés par voie humide, aérodynamique ou sèche permettant d'obtenir des structures dont la disposition des fibres est aléatoire. Le cardage et la filature permettent de régénérer des structures dont l'orientation des fibres peut-être plus facilement maîtrisée dans le matériau régénéré. Plus récemment, des techniques innovantes visant une orientation accrue des fibres recyclées ont été

développées, permettant ainsi d'obtenir des propriétés mécaniques s'approchant de celles des composites renforcés par fibres continues vierges.

1.4.1. Procédés textiles conventionnels : non-tissés

La fabrication de non-tissés à base de fibres de carbone recyclées constitue une voie de valorisation croissante, notamment dans le secteur automobile, du fait de cadences industrielles élevées [60] et de coûts de matière première plus bas que ceux des fibres vierges [61].

Les non-tissés sont des structures formées à partir de fibres individualisées. Celles-ci sont disposées aléatoirement ou orientées, puis consolidées mécaniquement, thermiquement ou chimiquement. À la différence des textiles tissés ou tricotés, les non-tissés ne reposent pas sur un entrelacement de fils, mais sur l'enchevêtrement direct de fibres, ce qui confère au procédé une meilleure adaptabilité au matériau recyclé. Quatre techniques principales sont employées dans l'industrie : voie sèche ou Drylaid, voie aérodynamique ou Airlaid, voie humide ou Wetlaid, et la voie fondue, principalement adaptée aux fibres thermoplastiques. Ces procédés se distinguent par le mode de dispersion et de dépôt des fibres, et sont choisis en fonction des caractéristiques des fibres mises en œuvre, notamment leur longueur, leur finesse et leur nature chimique.

Les sections suivantes présentent les principaux procédés de mise en forme des fibres de carbone recyclées en non-tissés, accompagnés d'un aperçu des travaux existants rapportés dans la littérature.

1.4.1.1. Structures « non-tissés » par voie aérodynamique

La voie aérodynamique consiste à disperser les fibres dans un flux d'air à haute vitesse, puis à les déposer aléatoirement sur un tapis convoyeur. Il permet la formation de structures poreuses, avec une bonne homogénéité de répartition des fibres [62]. Deux variantes sont généralement distinguées : l'airlaid classique, adapté aux fibres très courtes (1 à 10 mm), souvent combinées à des charges ou fibres cellulosiques, et, le nappage pneumatique, pour des fibres plus longues (au-delà de 10 mm), permettant la formation de nappes plus épaisses. Un procédé de mise en œuvre par voie aérodynamique a permis de valoriser des fibres de carbone recyclées [63], provenant à la fois de chutes de production et de pièces composites en fin de vie après pyrolyse. Le procédé permet de traiter des fibres de longueur comprise entre 5 et 120 mm, avec des cadences pouvant atteindre 400 m/min. Les composites fabriqués à partir de ces non-tissés aiguilletés ont présenté des résistances à la traction allant jusqu'à 530 MPa en direction transverse (CD) et 330 MPa en direction machine (MD).

1.4.1.2. Structures « non-tissés » par voie humide

La voie humide est une technique de formation de non-tissés issue des procédés papetiers. Elle consiste à disperser les fibres dans un milieu aqueux à l'intérieur d'un pulpeur. Le mélange de fibres et d'eau est ensuite déposé sur un tapis mobile avant séchage. Les fibres sont généralement disposées aléatoirement. Le procédé atteint des cadences élevées, jusqu'à 1000 m/mn et permet le mélange de fibres pour produire des structures hybrides avec des fibres thermoplastiques. Plusieurs travaux ont évalué les performances mécaniques de composites renforcés par des non-tissés en fibres de carbone recyclées mises en œuvre par voie humide. Des non-tissés wetlaid produits à partir de fibres de 12mm ont été élaborés en moulage par compression avec des taux volumiques de 20, 30 et 40 %. La résistance à la traction a atteint un maximum pour 30 % de fibres, avant de diminuer au-delà [64]. Des non-tissés de densité surfacique, de 260 à 270 g/m², réalisés avec des fibres inférieures à 1mm, ont été utilisés pour la fabrication de composites thermoplastiques en moulage par compression [65]. Des longueurs moyennes de 17,7mm et 35,2mm ont également été rapportées pour des composites renforcés de non-tissés mis en œuvre par voie humide, et consolidés par moulage par compression ou RTM. La résistance à la traction maximale a été observée pour les composites réalisés avec les plus faibles longueurs de fibres soit 0,2mm [3,66]. Enfin, des non-tissés hybrides carbone/PP ont été mis en œuvre par voie humide puis thermoformés. Les propriétés mécaniques ont été mesurées dans le sens CD et MD et ont donné des résultats compris entre 67 et 78 MPa pour un taux volumique de fibre proche de 20% [67].

La Figure 1.8 montre un non-tissé réalisé par l'institut Fraunhofer [68] en voie humide à partir de fibres de carbone recyclées.



Figure 1.8 : Formation du non-tissé par voie humide (milieu) à partir de fibres de carbone recyclées discontinues (gauche) [68]

1.4.1.3. Structures « non-tissés » par voie sèche

La voie sèche repose sur le cardage, un procédé mécanique permettant d'individualiser les fibres et de former un voile continu de fibres enchevêtrées. Si le voile est condensé en sortie de machine, la structure obtenue est appelée ruban. Le cardage constitue une première structuration de la matière, avant les opérations d'étalement et de consolidation visant à ajuster la densité et la cohésion du voile produit.

Plusieurs travaux ont montré la possibilité de carder des fibres de carbone recyclées seules ou en mélange avec des fibres thermoplastiques. Il a été notamment relevé que les propriétés morphologiques et mécaniques des voiles obtenus dépendent des paramètres de la carde et de la matière entrante. Le fonctionnement de cette machine est présenté plus en détail dans la suite de ce manuscrit.

Concernant l'influence de la matière, il a été montré qu'une augmentation de la longueur des fibres de 40 à 60mm en entrée machine permet d'améliorer l'orientation des fibres dans le voile obtenu [7]. L'ajout de fibres thermoplastiques frisées contribue également à faciliter le transport et le mélange des fibres de carbone recyclées dans la carde, tout en limitant leur casse [69,70]. Pour ce qui concerne les paramètres machine, il a été observé qu'un nombre élevé de paires de cylindres travailleur/dépouilleur entraîne une dégradation plus marquée de la longueur initiale des fibres [6], tandis qu'un écartement plus important entre ces cylindres permet de limiter cette dégradation [71].

Le cardage induit une organisation préférentielle des fibres dans le sens machine (direction MD). Toutefois, pour augmenter la masse surfacique des non-tissés, une étape d'étalage-nappage est généralement mise en œuvre. Cette opération superpose les couches de voile tout en réorientant les fibres dans le sens transverse (direction CD). Pour renforcer cette structure, une consolidation mécanique par aiguilletage est souvent choisie. Ce procédé permet d'accroître la cohésion entre les couches superposées du matériau en créant des liaisons physiques par la pénétration d'aiguilles dans l'épaisseur du voile. Wolling et al. ont montré que la variation de masse surfacique influençait le rapport des propriétés mécaniques dans les directions MD/CD pour des non-tissés aiguilletés à base de fibres recyclées et PP [67]. Barnett et al. ont fabriqué des non-tissés cardés et aiguilletés à partir de fibres d'environ 40mm. Les essais mécaniques et les observations par tomographie à rayons X ont montré une orientation majoritairement transverse, avec un taux volumique de fibres d'environ 30 % en moulage par compression [72]. A l'échelle industrielle, cette voie semble aujourd'hui la plus mature, avec des entreprises comme Gen2Carbon ou Tenowo, entre autres, qui commercialisent des non-tissés cardés et aiguilletés à base de fibres de carbone recyclées. Enfin, des travaux récents ont mis en évidence l'intérêt des non-tissés cardés aiguilletés à base de mélanges fibres de carbone recyclées et PA6 pour des applications fonctionnelles, telles que le blindage électromagnétique et l'absorption acoustique [73].

Une autre voie que l'étalage-nappage et aiguilletage consiste à étirer le non-tissé en sortie de carde. Cette opération, de nature opposée à l'étalage-nappage, réduit la masse surfacique du voile en renforçant l'alignement des fibres dans la direction machine, tout en améliorant l'homogénéité dans le cas d'un doublage avec plusieurs voiles. Plusieurs travaux ont montré que l'orientation des fibres pouvait ainsi être optimisée par étirement du voile cardé, ou transformation en ruban. Xiao et al. [74] ont mis en œuvre des fibres recyclées et vierges de 53mm, associées à des fibres bicomposant PA66/PA6, pour produire des non-tissés cardés, étirés avant leur mise en forme par moulage par compression. Cette étape a permis d'augmenter le taux volumique de fibres et d'améliorer les propriétés mécaniques en traction. Reichert et al. ont produit des rubans thermoplastiques à partir de fibres recyclées de 80mm mélangées à des fibres de PA6, étirés après cardage, permettant d'atteindre un taux volumique de 40 % [75]. Rimmel et al. ont utilisé des fibres de 150mm pour réaliser des rubans étirés, consolidés par moulage par compression, avec un taux volumique de fibres atteignant 50 % [76].

Ces résultats ont motivé le développement, dans le cadre de cette étude, d'un banc d'étirage à l'issue de l'étape de cardage, et dédié aux voiles et rubans en fibres de carbone recyclées. Les principes de fonctionnement et les choix techniques associés seront détaillés dans la suite du manuscrit. Le ruban étiré constitue en effet un matériau intermédiaire dans le procédé de régénération de fibres discontinues, préalable à la formation d'un fil textile.

1.4.2. Procédés textiles conventionnels : filature

La filature désigne l'ensemble des opérations permettant de transformer un amas de fibres désordonnées et entremêlées en une structure linéaire appelée filé de fibres. Contrairement aux mono ou multifilaments, les filés sont constitués de fibres discontinues, parallélisées et maintenues par torsion. Ce procédé est essentiel dans l'élaboration de structures textiles telles que tissus ou tricots, mais il présente également un intérêt croissant dans les applications techniques, notamment pour la fabrication de renforts composites à base de fibres de carbone recyclées.

La filature partage avec la fabrication des non-tissés plusieurs étapes préliminaires, telles que le mélange (lors de la fabrication d'un renfort hybride), le cardage et l'étirage. Pour rappel, ces opérations visent à démêler les fibres, les individualiser et amorcer leur orientation dans la direction de production. Toutefois, alors que la fabrication de non-tissés s'arrête généralement à l'obtention d'un voile consolidé à une ou plusieurs couches, la filature prolonge cette transformation par un processus de structuration linéaire plus poussé. Le voile cardé est condensé en ruban, puis étiré afin de renforcer l'alignement des fibres et d'homogénéiser la structure. Ce ruban est ensuite transformé en mèche qui est ensuite affinée par un banc à broches ou un frotteur à manchons, avant de passer sur le continu à filer qui lui appliquera une torsion bien plus importante. L'objectif final du procédé est ainsi d'améliorer l'orientation des fibres dans la direction longitudinale et d'assurer une cohésion suffisante du filé de fibres par torsion. La Figure 1.9 présente les étapes du procédé de filature à anneaux.

Akonda et al. ont démontré la faisabilité de filer des fibres recyclées de 50 à 55mm en mélange avec du polypropylène, puis ont réalisé des plaques composites par moulage par compression et ont atteint un taux volumique de fibres proche de 28% [69]. Hengstermann et al. ont filé des fibres recyclées de 40 à 65mm mélangées à du PA6, et montré que la réduction de la torsion dans les fils améliorerait l'orientation des fibres [77]. Ils ont réussi à atteindre un taux volumique de fibres proche de 53%. Hasan et al. ont mis en œuvre une structure avec en âme du PA6 et en gaine un mélange rCF/PA6, atteignant un taux volumique de fibres de 53 % [78]. Goergen et al. ont produit des fils hybrides à partir de fibres recyclées de 80mm mélangées à du PA6, permettant d'atteindre des taux volumiques de fibres jusqu'à 55 % après consolidation par moulage par compression [79].

Parallèlement à la filature à anneaux, la filature par friction DREF reprend les mêmes étapes que la filature classique mais diffère par l'absence de continu à filer : le fil est formé par friction entre tambours au lieu d'une torsion induite par le curseur et la broche. Abdkader et al. ont développé des fils hybrides par filature DREF, constitués d'un cœur en fibres de carbone recyclées et d'une gaine en co-

polyamide KA115, à partir de rubans cardés de fibres de 60 mm [71]. L'objectif était d'atteindre un taux massique de FCr supérieur à 90 % pour une utilisation dans des composites thermodurcissables.

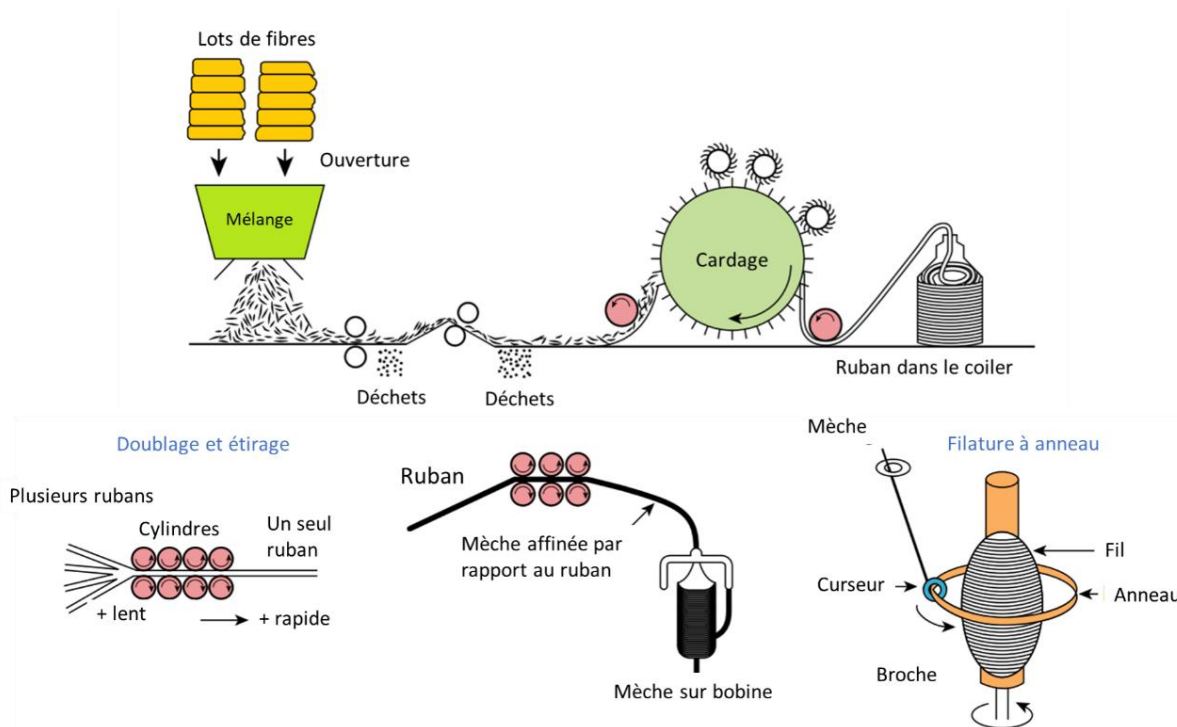


Figure 1.9 : Procédé de filature - Etapes de transformation de la fibre au fil, reproduit de [80]

Tous ces travaux confirment l'intérêt de la filature pour renforcer l'alignement des fibres et atteindre des taux volumiques élevés. Si l'anisotropie du matériau est renforcée par les étapes complémentaires au cardage, elles mènent généralement à des structures avec une torsion, changeant l'orientation des fibres selon l'axe de la fibre et pouvant mener à une casse des fibres par cisaillement, à laquelle la fibre de carbone est sensible, si les forces de friction inter-fibres sont trop importantes.

1.4.3. Procédés de réalignement des fibres innovants

En complément aux procédés de transformation textile conventionnels, des approches innovantes ont été développées pour répondre au besoin d'un réalignement plus marqué des fibres, qui permet une amélioration des performances mécaniques dans les composites renforcés de fibres de carbone recyclées. Ces procédés permettent de structurer les fibres selon des orientations maîtrisées et se distinguent également par le type de fibres ou de structures utilisées.

Le procédé, développé dans le cadre du projet MANIFICA, à l'I2M de Bordeaux, et désormais mise en place à une échelle semi industrielle par la start-up Nova Carbon, propose une alternative aux semi-produits issus de fibres de carbone recyclées courtes, généralement obtenues par broyage. Il s'appuie sur un gisement différent de celui des fibres recyclées, basé sur le détissage des chutes des

semi-produits, permettant de récupérer des fibres longues (80 à 250mm) sans altération significative de leurs propriétés. Ces fibres sont réalignées pour former des bandes continues, consolidés par poudrage thermoplastique. Plus de 80% des fibres sont orientées longitudinalement à $\pm 10^\circ$ et peuvent ensuite être mises en forme en préformes unidirectionnelles ou croisées. Les composites réalisés présentent des taux volumiques de fibres de 45 à 65 %, avec des propriétés mécaniques comprises entre 550 et 850 MPa en traction, et des modules de traction jusqu'à 115 GPa [5].

Le procédé de réalignement par forces centrifuges, développé par Pickering et al. [81], repose sur la projection d'un mélange de fibres de carbone recyclées, d'eau et de glycérine sur un tambour rotatif recouvert d'un tamis. Lors de la rotation, les fibres sont soumises à une force centrifuge qui les plaque contre la paroi du tambour, favorisant leur orientation selon la circonférence du tambour. Un système d'aspiration permet simultanément d'évacuer l'eau et la glycérine, facilitant la fixation temporaire des fibres sur le support. Après séchage, la préforme obtenue est imprégnée d'un film de résine, puis consolidée par compression. Ce procédé permet un fort alignement des fibres, avec 94 % d'entre elles orientées à $\pm 10^\circ$ de l'axe principal. Des taux volumiques de fibres de 60 % ont pu être atteints. Les composites obtenus ont une résistance à la traction de 766 MPa et un module de traction de 76 GPa pour des fibres de 3mm.

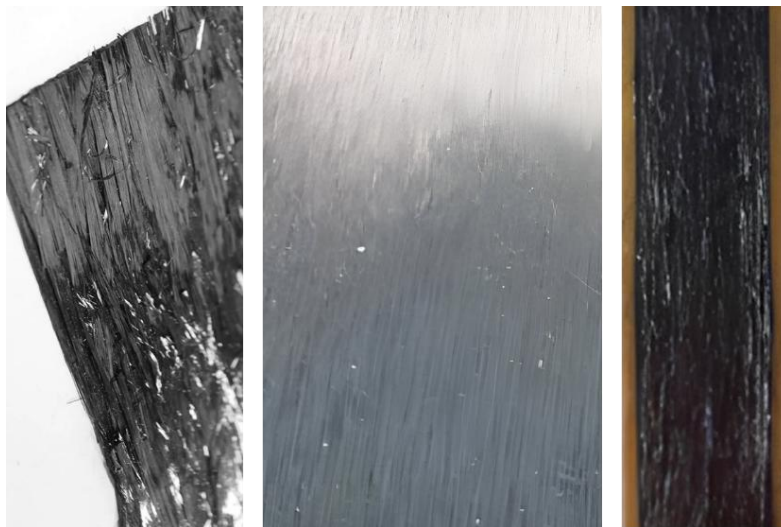


Figure 1.10 : Structures produites par : MANIFICA (gauche), centrifugation (milieu), HiPerDif (droite)

Le procédé HiPerDiF (High Performance Discontinuous Fibre), développé à l'Université de Bristol, permet la fabrication de préformes unidirectionnelles à partir de fibres de carbone recyclées courtes (1 à 12mm). Un mélange d'eau et de fibres de carbone recyclées est accéléré par des buses et projeté sur des plaques parallèles. Le choc force alors les fibres à se réaligner parallèlement au plan de la plaque. L'eau résiduelle est retirée par aspiration puis les fibres sont séchées, imprégnées d'un film de résine afin de créer des bandes pré-imprégnées [4]. Cette méthode donne un alignement élevé des fibres, avec jusqu'à 67 % d'entre elles orientées dans une plage de $\pm 3^\circ$ par rapport à l'axe longitudinal, pour un taux volumique de fibres atteignant 55 %. Les composites obtenus ont montré des performances

mécaniques avec des modules de traction jusqu'à 115 GPa et des résistances à la traction supérieures à 1500 MPa pour des fibres de 3mm [82].

Ces procédés visent ainsi à maximiser l'alignement des fibres, qui est une des conditions pour optimiser le taux volumique et améliorer les propriétés mécaniques des composites obtenus. Ils se distinguent également par la nature des gisements de fibres utilisés et présentent aussi un niveau de maturité technologique inférieur à celui des procédés textiles conventionnels, déjà largement industrialisés.

1.4.4. Propriétés des composites thermoplastiques renforcés de structures en fibres de carbone recyclées

Les procédés textiles décrits précédemment, tels que la fabrication de non-tissés ou la filature, permettent d'intégrer dès la phase d'élaboration du renfort un mélange intime de fibres de carbone recyclées et de fibres thermoplastiques, ce qui facilite la mise en œuvre par thermocompression, la résine étant apportée directement sous forme fibreuse, tout en jouant également un rôle porteur des fibres de carbone recyclées lors du cardage. Cette section donne ainsi un aperçu des propriétés mécaniques des composites obtenus, en lien avec les structures développées dans le cadre de ces travaux de thèse, qui reposent majoritairement sur des mélanges de fibres de carbone recyclées et de fibres thermoplastiques de type PP. L'analyse des propriétés mécaniques des composites issus de ces structures met en évidence des écarts significatifs selon la technique de mise en œuvre utilisée. La Figure 1.11 illustre la dispersion des propriétés en traction (module et résistance à la rupture) rapportées dans la littérature par Barnett et al. [3] pour des composites à matrice thermoplastique renforcés par des fibres de carbone recyclées, selon la voie de transformation utilisée.

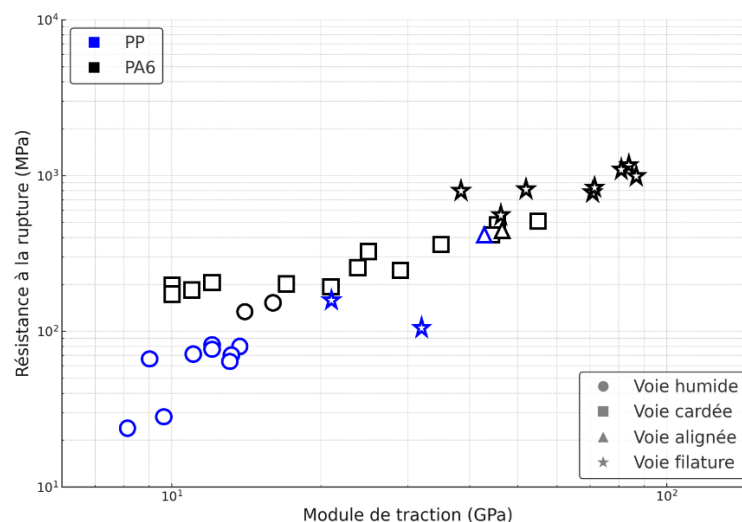


Figure 1.11 : Comparaison des valeurs de résistance à rupture et de module de traction en fonction du procédé de régénération des fibres de carbone recyclées et de la matrice thermoplastique utilisée pour la mise en œuvre composite disponibles dans la littérature, reproduit de [3]

Les composites élaborés par voie humide présentent généralement les modules et résistances à rupture les plus faibles, tandis que les procédés de filature ou de réalignement permettent d'atteindre des performances mécaniques supérieures, en lien avec un alignement accentué des fibres. La matrice utilisée influence également ces propriétés : les composites à base de PP présentent des performances moindres que ceux élaborés avec du PA6, en raison des propriétés mécaniques intrinsèques plus faibles du PP, à procédé équivalent.

L'ensemble des procédés de mise en forme présentés a mis en évidence la diversité des approches possibles pour structurer les fibres de carbone recyclées en vue de leur réintégration dans des composites. Parmi ces procédés, notamment ceux reposant sur la voie cardée, plusieurs paramètres liés aux caractéristiques des fibres ou aux réglages des machines, ont été identifiés comme influents sur la longueur conservée des fibres, leur degré d'alignement ou encore les propriétés mécaniques des composites obtenus. Fort de ces éléments, la suite de ce chapitre vise à détailler le fonctionnement des procédés de cardage, de l'ouvraison et de l'étirage, afin d'identifier les leviers d'optimisation possibles à chaque étape, notamment sur l'aspect morphologique des fibres, pour limiter la casse, améliorer leur individualisation et leur orientation, et ainsi maîtriser la structure finale du renfort. Il sera également nécessaire d'identifier les paramètres influençant les propriétés mécaniques des fibres individuelles, encore peu étudiées dans le cas des fibres de carbone recyclées après cardage, en particulier au regard de l'influence des différents réglages opératoires du procédé.

1.5. De la fibre au ruban : ouvraison, cardage, étirage

Le cardage peut être défini comme l'action de transformer et de mélanger des lots de fibres discontinues entremêlées, ou sous forme de paquets, en une structure continue de fibres individualisées et homogène : le voile. Si le voile est condensé, cette structure est désignée sous le terme de ruban. Ce procédé, couramment utilisé dans la filature ou la fabrication de non-tissés, constitue une étape préparatoire à la structuration de fibres discontinues. Il s'inscrit entre deux opérations complémentaires : l'ouvraison, en amont, qui favorise l'ouverture des faisceaux de fibres, et l'étirage, en aval, qui permet d'améliorer leur alignement et l'homogénéité de la structure obtenue.

1.5.1. Ouvraison des fibres avant cardage

L'ouvraison précède le cardage et permet de préparer les fibres à leur individualisation. Si certaines machines sont historiquement conçues pour les fibres naturelles, comme les ouvre-balles [83], d'autres peuvent être adaptées au traitement de fibres techniques, comme les fibres de carbone recyclées. Dans cette étude, une partie des fibres du gisement initial a été ouverte à l'aide d'une machine dans laquelle les fibres effectuent plusieurs tours autour d'un cylindre revêtu de garnitures métalliques dentées, puis

sont détachées par un flux d'air. La Figure 1.12 illustre le principe de fonctionnement à travers un ouvreur fin [84].

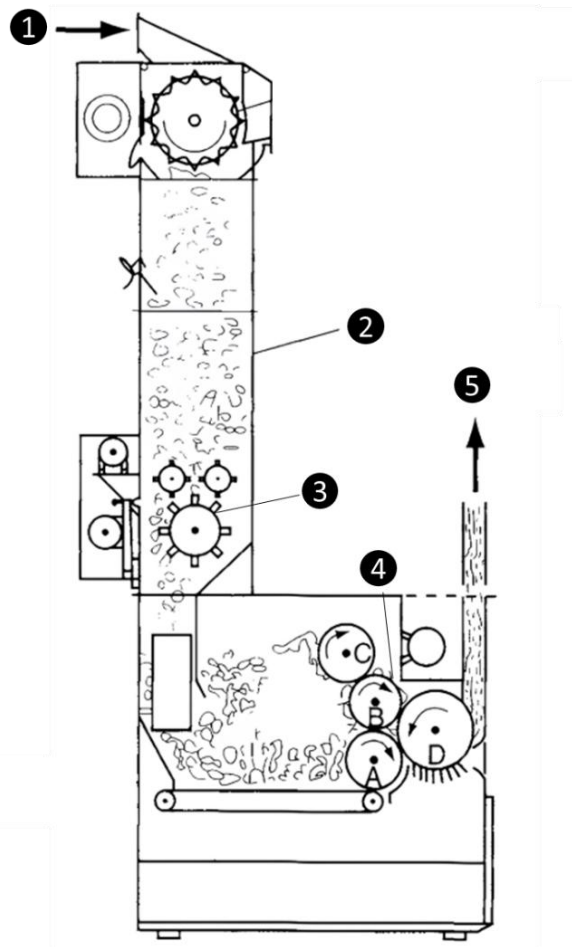


Figure 1.12 : Représentation du flux matière dans un "ouvreur fin"

Les fibres provenant de l'alimentation (1) sont accumulées dans une chambre volumétrique (2), puis sont transférées par un système de cylindres d'alimentation (3) vers une unité d'ouvraison composée de quatre cylindres successifs (A, B, C, D), tous garnis de dents métalliques. L'ouvraison s'effectue par l'action mécanique entre les cylindres A et B, puis entre B et C (4). Les fibres ouvertes sont ensuite extraites du cylindre D par flux d'air (5).

Cette ouverture préalable permet d'obtenir une dispersion plus régulière des fibres, limitant les hétérogénéités locales et permettant d'alimenter la cardé avec un matériau plus ouvert et homogène. Cette étape est d'autant plus nécessaire lorsque les fibres de carbone recyclées se présentent sous forme de faisceaux, c'est-à-dire avec une cohésion entre plusieurs fibres.

1.5.2. Principe et mécanismes du procédé de cardage

1.5.2.1. Mécanismes de transfert des fibres dans la carde

Il existe différents types de cardes, adaptées à la matière et à la méthode de cardage. Les cardes à ruban plat utilisent des rubans fixes ou mobiles pour individualiser les fibres, tandis que les cardes à rouleaux, comme celle utilisée dans cette étude, exploitent l'action combinée du grand tambour, des travailleurs et des dépouilleurs, représentée en Figure 1.13. Ces cylindres, équipés de garnitures dentées métalliques, assurent l'action d'individualisation et de mélange des fibres.

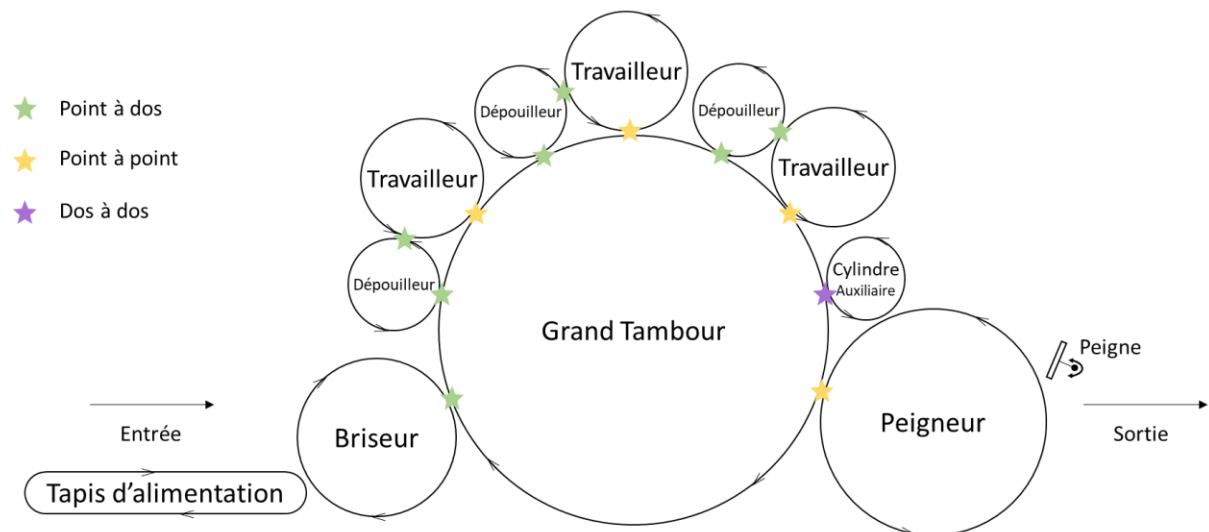


Figure 1.13 : Schéma de la carde à l'échelle laboratoire avec les interactions entre les différents cylindres

L'orientation des dents, ainsi que le sens de rotation des cylindres, déterminent différentes interactions que subissent les fibres aux points de « contact » de ces cylindres. Il en existe trois principales [85] présentées en Figure 1.13 : l'interaction de type point à dos, où les fibres glissent d'un cylindre à l'autre, comme lors du transfert des fibres du dépouilleur au travailleur. Point à point, où les dents des cylindres opposés retiennent chacune une partie des fibres, ce qui permet de séparer progressivement les fibres des lots initiaux, c'est le type d'interaction que l'on retrouve entre le travailleur et le grand tambour. Enfin, dos à dos, où les fibres présentes à la surface des dents du grand tambour sont relevées par le cylindre auxiliaire pour faciliter leur prise par le peigne, permettant ainsi leur extraction sous forme de voile en sortie de carde. Le grand tambour tourne plus rapidement que les autres cylindres, tandis que le travailleur, en rotation plus lente, en extrait des fibres. Le dépouilleur, avec une vitesse intermédiaire, facilite le transfert des fibres du travailleur au grand tambour.

Les fibres passent ainsi à travers différents cylindres avant d'être collectées en sortie de machine. Le trajet des fibres dans la carde est avant tout une question de probabilités : une partie des fibres est extraite par le peigne, tandis qu'une proportion significative reste sur le grand tambour pour continuer à circuler. Parallèlement, les travailleurs récupèrent une fraction des fibres qui se présentent à eux sur le grand tambour. Ces fibres sont temporairement retenues par les travailleurs, puis restituées au grand

tambour par l'intermédiaire des dépouilleurs. Ces trajectoires, spécifiques à chaque fibre, ont une incidence sur la qualité de l'ouverture des lots de fibres mais aussi sur le mélange et l'homogénéité de la matière en sortie, particulièrement en cas de mélange de fibres de différentes natures en entrée de machine. Ainsi, un lot de fibres qui ne reste pas suffisamment longtemps dans la carde risque de ne pas être correctement ouvert, tandis qu'un temps de passage excessif peut entraîner une dégradation des fibres par cisaillement. Deux mécanismes influencent particulièrement cette durée de traitement : la capacité des travailleurs à capturer et relâcher les fibres lors de leur passage sur le grand tambour, et l'efficacité avec laquelle le peigneur extrait les fibres du grand tambour en sortie de carde.

La rétention des fibres par les travailleurs dépend de leur vitesse de rotation, de la surface de contact avec le grand tambour (i. e. la distance entre travailleur et grand tambour) et de la quantité de fibres à traiter par unité de temps, ou densité d'alimentation [86]. Une faible capture limite le nombre de cycles que les fibres effectuent dans la carde, ce qui peut nuire à leur individualisation. À l'inverse, une rétention excessive surcharge les travailleurs et impose des contraintes mécaniques aux fibres, favorisant leur rupture et une réduction de longueur.

Le transfert des fibres du grand tambour au peigneur dépend de plusieurs paramètres, notamment la vitesse relative entre ces deux cylindres, la géométrie et la densité des dents, ainsi que les forces de friction entre les fibres et avec les surfaces métalliques [87]. Lorsqu'elles atteignent cette zone, certaines fibres sont extraites par le peigneur tandis que d'autres restent accrochées au grand tambour et poursuivent leur circulation avec les nouvelles fibres alimentées. Celles qui ne sont pas immédiatement transférées forment une couche résiduelle, ce qui leur permet de repasser plusieurs fois dans la zone de cardage [88]. Si la rétention des fibres sur le grand tambour est trop élevée, la couche résiduelle s'épaissit, limitant le renouvellement du flux de fibres et risquant de saturer la machine, ce qui peut réduire l'efficacité du procédé. À l'inverse, un transfert trop rapide des fibres vers le peigneur diminue cette couche résiduelle, réduisant ainsi le nombre de cycles de cardage et, ainsi, l'efficacité de l'ouverture et du mélange des fibres. Le réglage de ces paramètres conditionne donc l'équilibre entre temps de traitement, efficacité d'ouverture et homogénéité du matériau produit.

1.5.2.2. Configurations et orientation des fibres dans la carde

Une autre conséquence du cardage, outre l'individualisation et le mélange, concerne l'orientation des fibres en sortie de machine. En effet, dans le cas de la création de renforts fibreux pour composite, il a été montré que pour les fibres de carbone recyclées réalignées par voie cardée, une désorientation des fibres de l'ordre de 15° par rapport à l'axe de la charge diminue de moitié la résistance du matériau [76]. Il est donc essentiel, dans un premier temps, de comprendre les mécanismes qui influencent l'orientation des fibres dans la carde, ainsi que les paramètres permettant de favoriser ou, à défaut, de la contrôler. Si cela est plutôt l'apanage de l'étirage, étape postérieure au cardage, qui sera développée dans la sous-partie suivante, le procédé de cardage induit toutefois une orientation préférentielle des fibres dans le sens de la production. Une autre étude sur des non-tissés a mis en évidence l'impact des

paramètres de carde sur l'orientation des fibres et l'anisotropie d'un non-tissé cardé avant aiguilletage [89]. L'augmentation de la vitesse du peigne et du grand tambour a montré une influence sur la répartition des orientations, avec une tendance à améliorer l'alignement des fibres dans le sens de production.

Le mécanisme de transfert des fibres au sein de la carde soulève néanmoins une problématique quant à leur orientation. Lors du transfert des fibres du grand tambour au peigne, bien que les fibres soient sous forme de voile en sortie de carde, il a été démontré qu'elles sont transmises de façon individuelle entre les deux cylindres [90]. Par ailleurs, la tenue des fibres sur le grand tambour, en plus des forces de friction inter-fibres et entre la garniture et les fibres, résulte de la formation de crochets autour des dents de la garniture des différents cylindres [91,92]. Ce transfert individuel et ces interactions induisent des configurations variées des fibres au sein du voile en sortie de machine. La Figure 1.14 montre le mécanisme de formation de crochets ainsi que les différentes configurations que les fibres peuvent adopter.

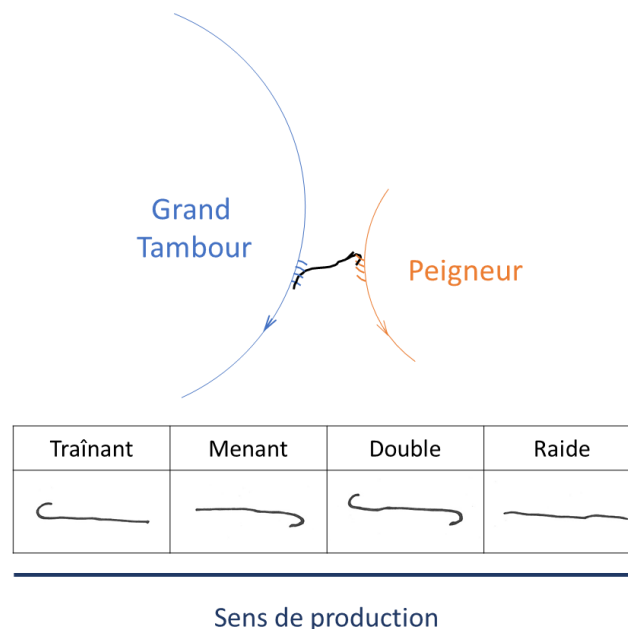


Figure 1.14 : Formation et configuration des crochets entre le grand tambour et le peigne

Il a été mesuré qu'environ 80 % des fibres, d'un ruban cardé, présentent un ou plusieurs crochets [93], avec une majorité de crochets traînants situés à l'extrémité de la fibre qui quitte le peigne en dernier. Ceci étant une conséquence du transfert des fibres du grand tambour au peigne, il est impossible de réduire à zéro le nombre de crochets au sein du voile. Néanmoins certaines études ont essayé d'étudier l'impact de plusieurs paramètres de carde. En augmentant la vitesse du briseur, aucun changement dans la configuration des fibres n'a été observé. En revanche, une augmentation de la vitesse du peigne a réduit la proportion de crochets traînants au profit des crochets menants et doubles, tandis qu'une augmentation de la vitesse du tambour a permis de diminuer les crochets menants et doubles sans affecter les crochets traînants [94]. Enfin, l'étirage appliqué lors de la formation du voile

en sortie de peigneur tend à réaligner les fibres selon l'axe de production, réduisant la proportion de crochets et augmentant celle des fibres raides.

Ainsi, plusieurs paramètres tels que les vitesses du grand tambour ou du peigneur influencent la configuration et l'orientation des fibres au sein du voile en sortie de carde. Le changement de ces vitesses modifie la proportion et la nature des crochets formés ainsi que l'orientation des fibres et, par conséquent, l'anisotropie du matériau final.

1.5.2.3. Mécanismes de rupture des fibres dans la carde

Parallèlement à la disposition des fibres dans la structure, leurs longueurs varient en fonction des paramètres machine et matière. En effet, si le procédé de cardage a pour objectif d'individualiser les fibres en paquets, cela n'est pas sans conséquence sur leurs longueurs. La séparation des fibres résulte d'interactions mécaniques successives impliquant les dents des cylindres de la carde. Lorsqu'une fibre est capturée par une dent en mouvement, elle subit une force de retrait dont l'intensité dépend de sa position de capture et de la longueur des extrémités encore retenues dans le lot duquel elle est extraite [95] (Figure 1.15). Si cette force dépasse la résistance mécanique de la fibre, une rupture se produit.

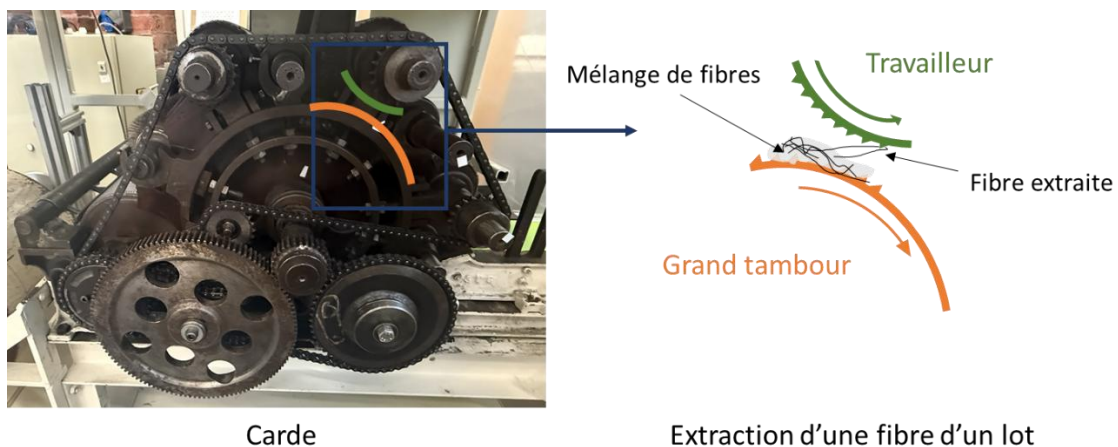


Figure 1.15 : Transfert de fibre du grand tambour au travailleur

Un second mécanisme intervient lors de la séparation d'un lot de fibres au niveau d'un point de contact entre cylindres. Certaines fibres peuvent rester partiellement retenues dans les deux fractions. Leur rupture dépend alors de la possibilité pour leurs extrémités de glisser librement hors du lot. Si la friction inter-fibres est trop élevée ou si la contrainte exercée dans la zone de contact est excessive, la fibre se casse. La contrainte dépend de la densité d'alimentation et du réglage des écartements entre les cylindres [85].

Par ailleurs, plus une fibre est longue, plus elle est susceptible de se rompre, car elle présente davantage de points de contact avec les autres fibres, ce qui augmente la force nécessaire à son extraction. Les fibres de carbone, rigides et peu extensibles, sont ainsi plus sensibles aux contraintes exercées dans cette zone, contrairement aux fibres thermoplastiques frisées, plus souples et déformables

Il a été vu que l'action combinée du grand tambour, des travailleurs, des dépouilleurs et du peigneur permet d'individualiser, de mélanger et d'orienter préférentiellement les fibres dans la carde. Le trajet des fibres résulte des interactions successives avec ces cylindres, régies par des paramètres opératoires tels que les vitesses de rotation, la densité d'alimentation ou la nature des fibres. La durée de séjour dans la machine, la capacité des travailleurs à capter et relâcher les fibres, ainsi que l'efficacité d'extraction par le peigneur influencent directement le degré d'individualisation, la configuration et la conservation de la longueur des fibres. D'autres paramètres, tels que la géométrie des dents (angle, hauteur, densité), influencent également l'efficacité du procédé [96]. Ces aspects n'ont pas été étudiés en détail dans ce travail, la garniture utilisée n'étant pas modulable. Toutefois, son choix a été effectué pour le traitement de fibres de carbone. Le Tableau 1.1 récapitule les principaux paramètres, matière et machine, identifiés, ainsi que leur impact sur les caractéristiques de la matière produite.

Tableau 1.1 : Récapitulatif de l'influence des paramètres de cardage sur le voile

Paramètre matière	Impact sur la matière	Références
Longueur des fibres en entrée	Influence l'orientation des fibres et la possibilité de rupture.	[7,85]
Densité d'alimentation	Une densité plus élevée accroît les efforts subis dans la zone de cardage, favorisant la casse, une densité faible réduit la rétention et l'individualisation.	[85,86]
Mélange de matière avec fibres thermoplastiques	Facilite le transport des fibres de carbone, limite la casse.	[7,69]
Paramètre machine	Impact sur la matière	Références
Vitesse de grand tambour	Une augmentation de la vitesse accroît l'orientation en MD. Le ratio avec la vitesse du peigneur influence la formation de la couche résiduelle et le nombre de cycles de cardage.	[89]
Vitesse du peigneur	Une augmentation de la vitesse améliore l'alignement des fibres. Le ratio de vitesse avec le tambour détermine l'efficacité du transfert des fibres et la régulation du flux matière.	[85,87]
Écartement entre le travailleur et dépouilleur	Un écartement trop faible favorise la casse des fibres ; un écartement trop large limite l'individualisation.	[71]
Nombre de travailleurs et dépouilleurs	Une augmentation du nombre de travailleurs et dépouilleurs augmente la casse des fibres	[6]
Orientation/densité des dents	Agit sur l'individualisation, la direction des fibres et la proportion de crochets.	[96]

1.5.3. Principe et développement d'un banc d'étirage

L'étirage désigne une opération de traction visant à diminuer la densité linéique d'un ruban tout en améliorant l'alignement des fibres dans la direction longitudinale. Il s'effectue par une différence de vitesse entre deux paires de cylindres : les fibres dans la structure sont entraînées plus rapidement en sortie qu'en entrée, ce qui induit un réarrangement par glissement des fibres qui se réorganisent dans le voile/ruban. Le phénomène de glissement dépend notamment de la longueur des fibres, de leur orientation initiale et des forces de friction entre les fibres. Dans la zone d'étirage, certaines fibres sont simultanément entraînées par les deux groupes de cylindres, tandis que d'autres, dites flottantes, ne sont pas maintenues mécaniquement et ne se déplacent que sous l'effet des contacts avec les fibres voisines [87]. Leur comportement peut induire des hétérogénéités locales de matières.

Pour améliorer la régularité du ruban, l'étirage est souvent précédé d'un doublage, consistant à juxtaposer plusieurs rubans en entrée du dispositif [97]. Le doublage permet de lisser les irrégularités de masse linéique par effet statistique sur les coefficients de variation, et d'homogénéiser la répartition des fibres.

1.5.3.1. Paramètres influents sur l'étirage

Le comportement du matériau dans la zone d'étirage dépend de la distance entre les points de contact des cylindres. Si cette distance est trop courte, certaines fibres longues peuvent être prises simultanément aux deux extrémités, générant des contraintes mécaniques excessives et des ruptures. Si la distance est trop grande, le nombre de fibres flottantes augmente. Ces fibres, non tenues ni à l'entrée ni à la sortie, ne sont entraînées que par frottement inter-fibres, ce qui engendre des irrégularités dans l'homogénéité de la masse linéique du ruban [98].

La pression appliquée entre les cylindres supérieurs et inférieurs influence la tenue du voile/ruban dans la zone d'étirage. Une pression trop faible provoque un glissement du voile et une perte de contrôle du flux de la matière et une pression excessive peut entraîner un cisaillement et donc la dégradation des fibres, notamment dans le cas de matériaux fragiles [99].

Le ratio de vitesse entre les cylindres d'entrée et de sortie, correspondant au taux d'étirage, détermine le degré de réarrangement des fibres au sein du ruban. Un taux trop faible limite l'effet de réorientation, tandis qu'un taux trop élevé augmente le nombre de fibres flottantes. Des travaux de modélisation ont montré que l'effet du taux d'étirage sur l'irrégularité n'est pas linéaire : l'irrégularité augmente d'abord, atteint un maximum, puis diminue au-delà d'un certain seuil [100].

La Figure 1.16 représente le principe d'étirage. La fibre en orange représente une fibre entraînée mécaniquement entre les deux points de contact des cylindres, espacés d'une distance d . Les paires de cylindres tournent à des vitesses tangentielles différentes. V_1 en entrée, V_2 en sortie avec $V_2 > V_1$. La fibre en bleu illustre une fibre flottante, entraînée par les frottements avec les fibres voisines dans la

zone d'étirage. Les cylindres supérieurs sont plaqués sur les cylindres inférieurs par une pression P_1 en entrée et P_2 en sortie. Le taux d'étirage correspond au rapport V_2/V_1 .

Pour préparer l'étirage principal, un couple de cylindres supplémentaire est généralement positionné en amont de la zone d'étirage : il s'agit du pré-étirage. Le principe reste identique, mais le taux d'étirage appliqué est plus faible. Cette étape permet d'introduire une tension progressive dans le voile, de commencer à désolidariser les fibres et de réduire leur ondulation, afin de faciliter leur réorientation lors de l'étirage principal.

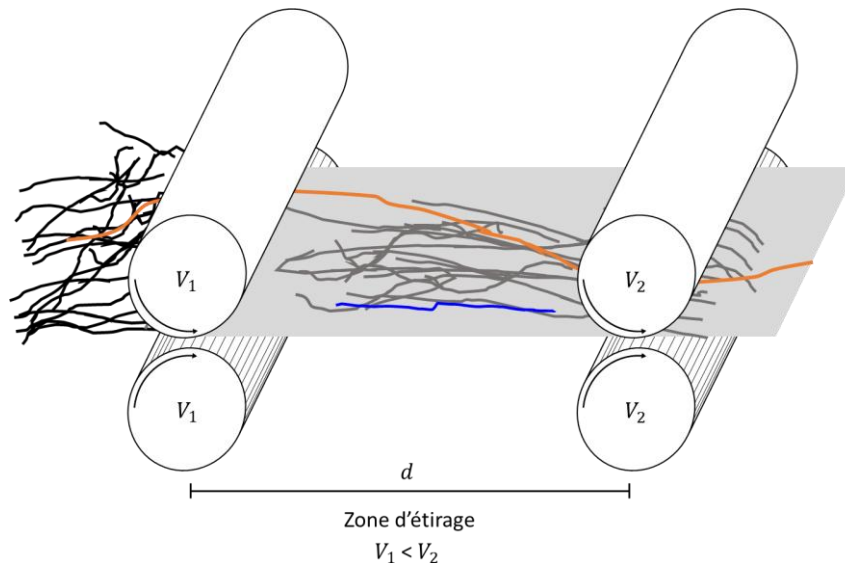


Figure 1.16 : Schéma du procédé d'étirage

1.5.3.2. Etirage de rubans en fibres de carbone recyclées

Plusieurs travaux expérimentaux ont démontré l'effet de l'étirage sur la structure du ruban et les propriétés mécaniques des produits obtenus avec des fibres de carbone recyclées.

Hengstermann et al. ont réalisé un l'étirage de rubans fibres de carbone recyclées avec un banc d'étirage conçu pour les fibres jusqu'à 60mm de longueur [7]. Un étirage total de 6,46 est appliqué sur les différents rubans produits, avec une force d'appui des rouleaux supérieurs réglée à 150 N. L'étirage n'a que peu modifié la longueur moyenne des fibres de 60mm : 48,2mm après étirage contre 49,3mm après cardage, tout en améliorant leur orientation au sein du ruban. Colombo et al. [70] ont évalué l'effet du doublage. En passant de trois à cinq doublages, la ténacité des fils hybrides produits a augmenté significativement : pour 50 % de fibres de carbone recyclées, l'augmentation atteint 8 % avec du PA6 et 46 % avec du PET, pour 70 % de fibres de carbone recyclées, l'augmentation atteint 108 % avec du PA6. Ces résultats sont obtenus pour un étirage total de 4,45, indiquant que le doublage améliore la répartition des fibres et leur cohésion avant étirage. Khurshid et al. [101] ont utilisé le même banc d'étirage que Hengstermann et al. [7], qu'ils ont modifié pour inclure un système de régulation d'alimentation adapté aux rubans de fibres de carbone. Les auteurs soulignent que cette étape est

indispensable pour assurer l'orientation des fibres dans le sens de l'étirage. Un indice d'orientation de 92 % est atteint après étirage, contre des valeurs plus faibles en sortie de carde. Le coefficient de variation de masse linéique du ruban est également divisé par quatre après étirage pour des fibres de 40mm de longueur.

1.5.3.3. Développement technique d'un banc d'étirage pour rubans en fibres de carbone recyclées

L'absence de solution technique disponible dans l'environnement du laboratoire, combinée à l'importance démontrée de l'étirage des rubans en fibres de carbone recyclées, a conduit au développement d'un banc d'étirage à l'échelle laboratoire. La conception, le dimensionnement, l'usinage des composants, l'assemblage, le câblage et la mise au point ont représenté un travail conséquent, mobilisé sur plusieurs phases du projet [102].

La machine comprend trois paires de cylindres motorisés de manière indépendante, permettant un réglage du taux d'étirage et de pré-étirage. Les vitesses d'alimentation et d'étirage sont ajustables séparément. La pression entre les cylindres supérieurs et inférieurs est assurée par des vérins pneumatiques, deux par cylindres supérieurs. Elle est réglable afin d'adapter le niveau d'appui en fonction des propriétés du matériau à entraîner. Les vérins sont contrôlables afin de relever les rouleaux supérieurs pour le passage ou le retrait de la matière. La distance entre les paires de cylindres est modulable, afin d'adapter la longueur d'étirage à la distribution des longueurs de fibres. Ce réglage s'effectue par translation d'un des modules sur le profilé support.

La structure du banc a été conçue pour une laize de travail de 270mm et une distance d'étirage ajustable entre 60 et 120mm. La motorisation permet des vitesses tangentielles comprises entre 0 et 40 m/min pour l'étirage, et entre 0 et 10 m/min pour l'alimentation. Deux motorisations indépendantes, associées à des réducteurs de vitesse, entraînent les cylindres par courroies et poulies crantées.

Les cylindres inférieurs ont été usinés avec des cannelures destinées à favoriser l'entraînement du ruban. Les cylindres supérieurs sont recouverts d'un revêtement en caoutchouc, dont la dureté a été sélectionnée pour le traitement de fibres techniques. Le circuit pneumatique a été dimensionné pour garantir une stabilité de pression. Les pertes de charge ont été évaluées, et les composants (vérins, électrodistributeurs, régulateurs) ont été sélectionnés selon les valeurs usuelles de force appliquées sur les cylindres. Le pilotage du banc d'étirage est assuré par un circuit de commande électrique conçu pour permettre un réglage indépendant des motorisations. L'ensemble est centralisé dans un coffret intégrant les protections électriques, les alimentations, et les dispositifs d'arrêt d'urgence.

Le banc d'étirage permet d'assurer un contrôle indépendant des trois paramètres opératoires : taux d'étirage, pression appliquée et distance entre cylindres. Il permet d'étirer les voiles ou rubans en sortie de carde, en poursuivant le réalignement des structures afin de mieux exploiter les propriétés des

fibres de carbone recyclées. La Figure 1.17 présente le module d'étirage du banc d'étirage développé dans le cadre de ce projet [102].



Figure 1.17 : Tête d'étirage du banc d'étirage expérimental avec un voile de fibres de carbone recyclées en mélange avec du PP

1.5.4. Synthèse des paramètres à l'étude et plan de production des voiles cardés

Les étapes de transformation des fibres de carbone recyclées par voie cardée sont influencées par plusieurs paramètres opératoires et matière. Dans le cadre de ces travaux de thèse, cinq paramètres ont été sélectionnés en raison de leur impact sur la structuration des fibres dans le voile ou ruban.

Le premier paramètre est la vitesse de cardage (V), qui agit sur le temps de séjour des fibres dans les zones actives de la machine. Deux niveaux ont été retenus pour simuler des cadences de production différentes : basse vitesse ($V1$) et haute vitesse ($V2$). Le deuxième paramètre concerne le mélange (M) de fibres de carbone recyclées / PP, c'est-à-dire la proportion relative de fibres de carbone recyclées et de fibres thermoplastiques. Quatre formulations sont testées : 50/50, 70/30, 85/15 et 100/0 % fibres de carbone recyclées. Le nombre de passages (P) dans la carde constitue le troisième paramètre. Il permet d'augmenter artificiellement le nombre de paires travailleur/dépouilleur. Trois niveaux sont testés, 1, 2 et 3 passages. La densité d'alimentation (D), quatrième paramètre, correspond à la quantité de matière introduite par unité de longueur. Elle modifie notamment la pression exercée sur les fibres dans la zone de cardage. Deux niveaux sont testés : alimentation basse (DB) ou élevée (DE). Enfin, le niveau d'ouvrison initial (NO/O) des fibres est introduit comme cinquième paramètre. Il conditionne

l'état de dispersion des fibres avant leur introduction dans la carde et l'homogénéité du mélange avant l'introduction dans la matière carde. Deux conditions sont évaluées : ouvraison préalable réalisée avec une ouvreuse (O) ou amorcée à la main (NO). Les paramètres identifiés ont été combinés selon différentes configurations pour analyser leurs effets sur les voiles produits. Le Tableau 1.2 récapitule les niveaux testés pour chacun d'eux.

Une nomenclature a été définie pour identifier de manière synthétique les conditions de transformation utilisées. Chaque voile produit est désigné par une combinaison des codes correspondants. Par exemple, V1_M50_P1_DB_NO correspond à un voile produit avec vitesse de cardage basse, un mélange 50/50 fibres de carbone recyclées/PP, un seul passage dans la carde, une densité d'alimentation basse et une ouvraison des fibres à la main.

Tableau 1.2 : Paramètres de cardage et niveaux testés dans l'étude

Paramètre étudié	Niveaux testés
Vitesse de cardage (V)	V1 / V2
Mélange fibre de carbone recyclées / PP (M)	M50 / M70 / M85 / M100
Nombre de passages (P)	P1 / P2 / P3
Densité d'alimentation (D)	DB / DE
Ouverture avant cardage (O)	NO / O

L'étape d'étirage n'a pas fait l'objet d'une analyse spécifique sur les paramètres machine. Le travail a principalement consisté à concevoir et mettre au point le banc d'étirage pour pouvoir traiter les voiles/rubans en sortie de carde. Les réglages utilisés ont été définis à partir de premiers essais exploratoires, mais à ce stade du travail, l'influence des paramètres d'étirage sur les propriétés des rubans en sortie n'a pas encore été étudiée de manière approfondie.

L'analyse des effets des paramètres de mise en œuvre sur la structuration des fibres suppose de pouvoir accéder à des grandeurs morphologiques comme la longueur, l'orientation ou l'homogénéité des fibres dans les voiles produits. Plusieurs approches ont été développées dans la littérature pour mesurer ces propriétés, en particulier dans le cas des fibres de carbone recyclées. La section suivante présente un aperçu des principales méthodes de caractérisation, afin de justifier les choix méthodologiques faits dans ces travaux.

1.6. Caractérisation morphologique des non-tissés en fibres de carbone recyclées

1.6.1. Mesure de l'orientation des fibres dans les structures « non-tissé » et composites

1.6.1.1. Méthodes générales

Comme présenté précédemment, l'orientation des fibres dans le plan du voile conditionne directement les propriétés mécaniques du matériau en particulier la résistance et la rigidité. Dans les structures obtenues par voie cardée, les fibres ont tendance à s'aligner préférentiellement selon la direction machine. Il est nécessaire de quantifier cette orientation pour évaluer l'anisotropie introduite par le procédé.

L'EDANA est une association européenne qui promeut les industries du secteur des non-tissés et qui développe des spécifications techniques et des méthodes d'essais pour différentes propriétés des non-tissés. Elle définit l'orientation d'une fibre par un angle α compris entre 0° et 180° , mesuré dans le plan du voile [103]. L'angle 90° correspond à la direction MD, et l'angle 0° à la direction transverse CD. La distribution des angles d'orientation est décrite par une fonction $f(\alpha)$, appelée fonction de distribution des orientations qui vérifie la périodicité (Eq. 3) et la condition de normalisation (Eq. 4) :

$$f(\alpha + \pi) = f(\alpha) \quad (3)$$

$$\int_0^\pi f(\alpha) d\alpha = 1 \quad (4)$$

Cette fonction permet de calculer la probabilité qu'une fibre soit orientée entre deux angles donnés α_1 et α_2 .

À partir de cette fonction, il est également possible d'estimer l'anisotropie de la structure, par exemple via l'indice de type noté H_t (Eq. 5). Cet indice utilise la moyenne pondérée de la fonction $\cos^2(\alpha)$, notée $\langle \cos^2 \alpha \rangle$ (Eq. 6), calculée à partir de la distribution $f(\alpha)$. Il prend la valeur -1 en cas d'alignement parfait des fibres selon la direction machine, 0 pour une orientation aléatoire, et $+1$ pour un alignement parfait selon la direction transverse. La Figure 1.18 montre une mesure expérimentale de H_t sur un échantillon de tissu en fibre de carbone dont l'image a été capturée avec une caméra polarisée.

$$H_t = 2 \langle \cos^2 \alpha \rangle - 1 \quad (5)$$

$$\langle \cos^2 \alpha \rangle = \int_{-\frac{\pi}{2}}^{\frac{\pi}{2}} f_t(\alpha) \cos^2(\alpha) d\alpha \quad (6)$$

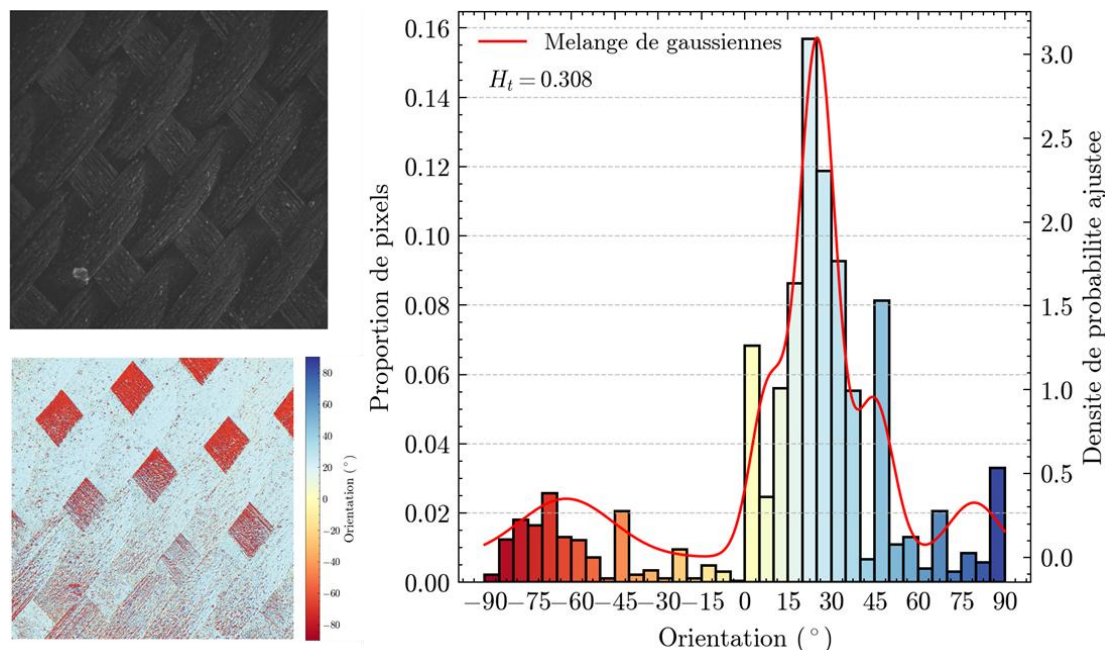


Figure 1.18 : Mesure de l'indice d'anisotropie sur un échantillon de tissu en fibres de carbone, prise au laboratoire

La transformée de Fourier 2D est couramment utilisée pour estimer la fonction de distribution $f(\alpha)$ à partir d'images de voiles. Elle se base sur l'analyse du spectre fréquentiel de l'image : une orientation dominante des fibres se traduit par une anisotropie du spectre. En projetant ce spectre selon différents angles, il est possible de reconstituer la distribution des orientations des fibres. Cette méthode ne nécessite pas l'identification individuelle des fibres et permet un traitement rapide des images. Marquez et al. ont montré que la méthode est fiable pour des fibres longues et fines, en particulier lorsque leur rapport d'aspect dépasse 7 [104]. Plusieurs travaux ont utilisé cette approche pour caractériser des voiles non-tissés. Jeddi et al. [105] l'ont appliquée à des images binaires pour calculer la distribution angulaire dans des voiles fins. Tunák et al. [106] ont combiné la transformée de Fourier à une analyse par petites zones pour détecter des variations locales d'orientation. Aussi, dans une étude antérieure conduite au laboratoire [25], il a été montré que l'anisotropie mesurée par transformée de Fourier est cohérente les valeurs obtenues par le ratio des propriétés mécaniques dans les différentes directions du non-tissé sec. D'autres approches incluent la mesure manuelle des angles [107], une autre méthode de mesure utilise un filtre sur un microscope optique pour faire apparaître uniquement les segments de fibres orientés dans une direction donnée [108].

Il existe également des méthodes de caractérisation a posteriori sur des matériaux composites. Une de ces méthodes consiste à ajuster une ellipse sur une image prise au microscope d'une fibre visible sur la coupe de la section transverse du composite [109]. L'orientation des fibres peut ensuite être estimée à partir des paramètres de cette ellipse. La tomographie par rayons X permet, quant à elle, d'observer la structure interne d'un matériau en trois dimensions sans le détériorer. L'orientation des fibres peut ensuite être estimée à partir du volume reconstruit, selon différentes méthodes d'analyse

[110]. Ces approches permettent de caractériser l'orientation moyenne des fibres dans des sous-volumes, sans qu'il soit nécessaire d'identifier chaque fibre individuellement.

La distribution d'orientation des fibres peut aussi être évaluée par des méthodes non optiques, notamment dans le cas de structures comme les mèches et rubans étirés. Lindsley a proposé une technique de caractérisation indirecte basée sur le pesage de franges obtenues par peignage et découpe de mèches [111]. L'indice d'anisotropie est alors calculé à partir des masses de fibres extraites dans différentes zones du ruban. Das et al.[112] l'ont combiné à un modèle mathématique pour étudier l'effet des paramètres de cardage et d'étirage sur l'anisotropie de rubans étirés en polyester.

Les techniques de caractérisation présentées concernent des structures sèches ou consolidées, et s'appliquent à différents types de fibres, naturelles ou synthétiques. Elles visent à quantifier l'anisotropie des fibres induite par les procédés, sans distinction particulière de matière. Certaines ont toutefois été adaptées plus spécifiquement aux fibres de carbone, du fait de leurs propriétés optiques et conductrices.

1.6.1.2. Méthodes appliquées aux fibres de carbone

Des méthodes spécifiques ont été développées pour les mesures d'orientation des fibres de carbone, en particulier lorsqu'elles sont recyclées ou utilisées sous forme discontinue. Les composites en fibres de carbone, au-delà de leurs propriétés mécaniques qui justifient leur usage dans de nombreux secteurs, présentent également une bonne conductivité électrique, ce qui permet la caractérisation non destructive de certaines de leurs propriétés [113].

Les propriétés conductrices des fibres de carbone peuvent être utilisées pour caractériser l'orientation sans avoir recours à des méthodes optiques ou destructives. Leitner et al. [114] ont proposé une technique basée sur les courants de Foucault, appliquée à des non-tissés secs de fibres de carbone recyclées. Le capteur utilisé mesure la réponse électromagnétique du matériau dans différentes directions du plan du voile (Figure 1.19).

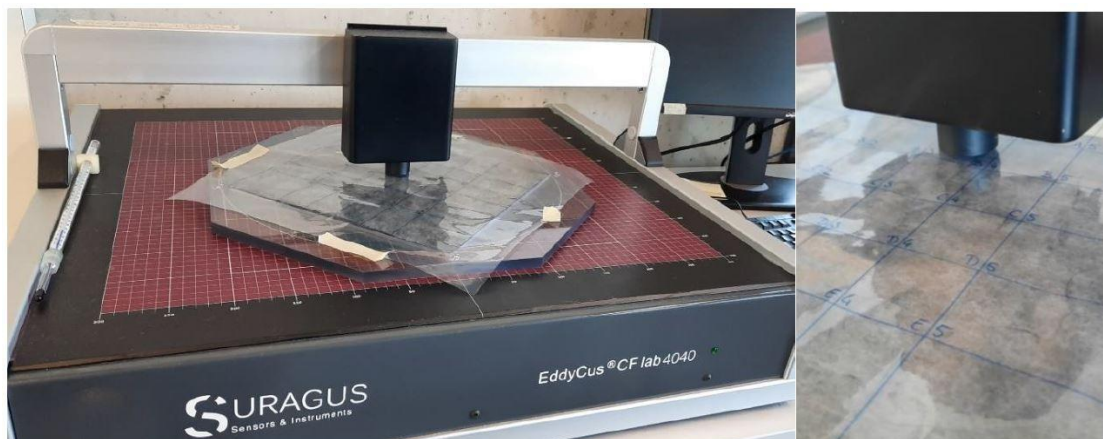


Figure 1.19 : Outil de mesure par courant de Foucault, avec un échantillon de non-tissé en fibre de carbone [115]

Un ratio est calculé à partir des signaux mesurés selon les directions machine et transverse, permettant d'estimer l'orientation moyenne des fibres. Les auteurs montrent que le ratio mesuré est corrélé à l'anisotropie mécanique des échantillons consolidés, et que le grammage et la teneur en fibres de carbone peuvent être évalués avec une erreur moyenne inférieure à 7 %.

En complément, des méthodes optiques se basant sur la polarisation de la lumière ont été développées pour caractériser l'orientation. Elles exploitent une propriété des fibres de carbone qui est leur capacité à réfléchir la lumière de manière partiellement polarisée dans la direction de leur axe longitudinal. Ainsi, la direction de polarisation de la lumière réfléchie coïncide avec l'orientation de la fibre. Des caméras équipées de filtres polarisants orientés selon plusieurs angles (souvent 0° , 45° , 90° et 135°), permettent de mesurer, pour chaque pixel de l'image, l'angle de polarisation de la lumière réfléchie (AoLP), ainsi que son degré de polarisation (DoLP). L'AoLP correspond à la direction dans laquelle la lumière réfléchie est polarisée, tandis que le DoLP indique la proportion de lumière polarisée par rapport à la lumière totale réfléchie. Cette mesure permet de donner accès à l'orientation des fibres à l'échelle locale, sans recourir à une moyenne sur une zone comme c'est le cas pour d'autres techniques citées précédemment. Atkinson et al. [116] ont montré que cette technique permettait d'atteindre une précision inférieure au degré sur des nappes unidirectionnelles, en utilisant un éclairage champ noir (Figure 1.20). Cet éclairage consiste à orienter la lumière en dehors de l'axe de la caméra, ce qui permet d'éviter les reflets tout en ayant une bonne homogénéité lumineuse sur la surface observée. Ils ont montré que les conditions d'éclairage, notamment l'angle d'incidence et l'intensité, influencent la qualité de la mesure.

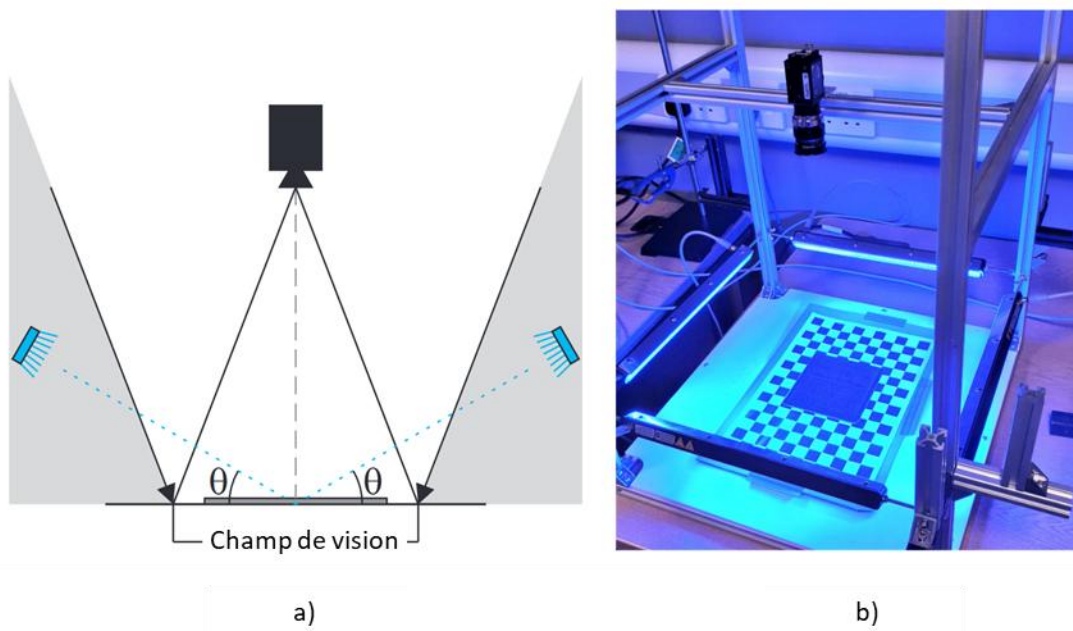


Figure 1.20 : Eclairage en champ noir, a) schéma montrant la position idéale pour le système d'éclairage ($\theta \approx 30^\circ$), b) image du montage expérimental en champ noir avec un échantillon en fibres de carbone au centre, traduit de [116]

Schommer et al. [117] ont appliqué cette méthode à des matériaux à faisceaux de fibres discontinues, plus représentatifs des structures issues du recyclage. À partir des images polarisées, ils ont extrait des orientations locales en divisant la surface en sous-parties, puis en calculant pour chacune une orientation moyenne pondérée par le degré de polarisation. La méthode a été appliquée à des échantillons consolidés et sur des matériaux en cours de mise en forme dans un dispositif simulant les conditions d'une ligne de production de SMC. Les résultats montrent que l'orientation mesurée en surface suit les directions d'écoulement du polymère. Les auteurs indiquent une précision d'environ $\pm 5^\circ$, suffisante pour repérer les variations liées à la géométrie de l'outil ou aux paramètres de moulage. La Figure 1.21 montre un exemple de résultat pouvant être obtenu avec la caméra polarisée sur échantillon composite.

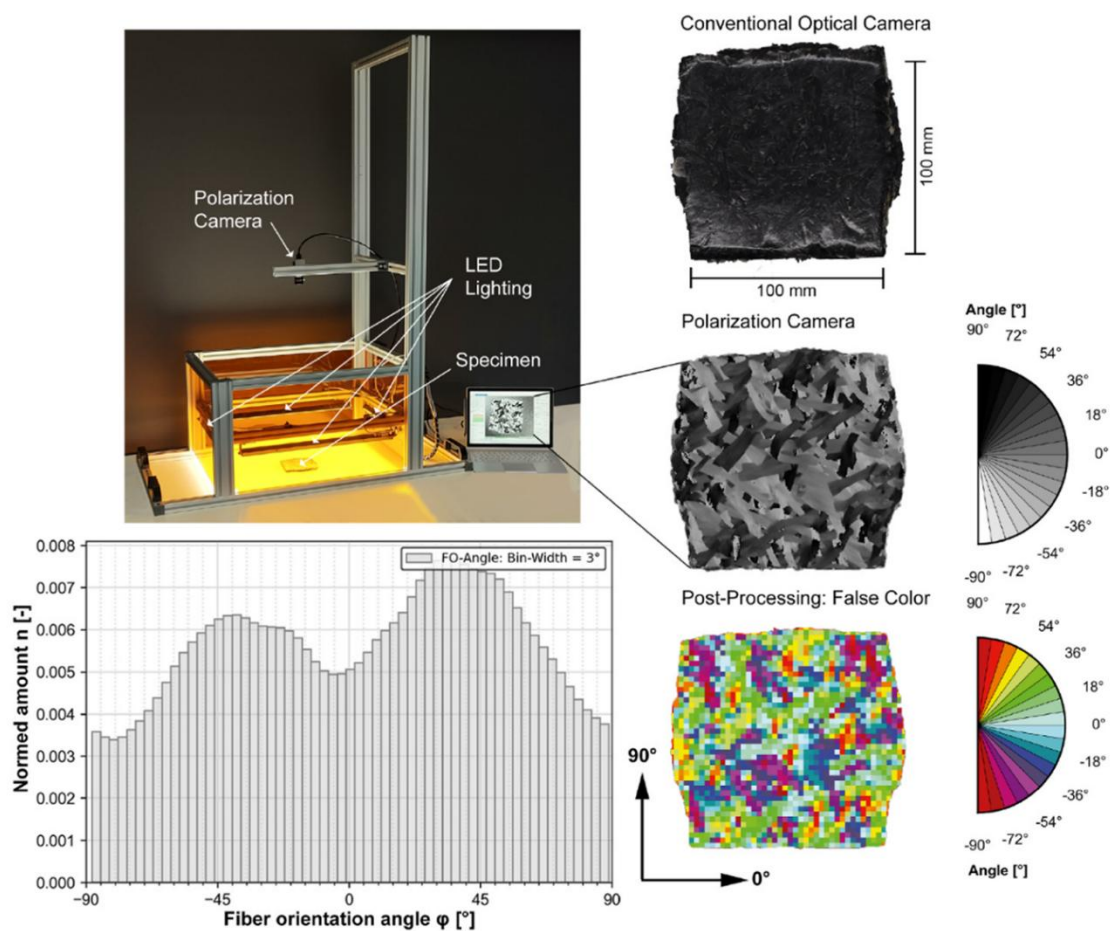


Figure 1.21 : Exemple d'analyse faite sur échantillon composite avec caméra polarisée [117]

Les techniques de caractérisation présentées permettent de mesurer efficacement l'orientation moyenne des fibres dans des structures sèches, y compris pour des matériaux à fibres discontinues comme ceux issus du recyclage. Toutefois, deux limites majeures persistent. D'une part, certaines méthodes nécessitent un équipement lourd ou coûteux (tomographie à rayons X, capteurs électromagnétiques) et non disponibles au laboratoire. D'autre part, les approches plus accessibles reposent souvent sur un

traitement fastidieux des images. Par ailleurs, si l'analyse de l'orientation est réalisable à l'échelle d'une étoffe ou d'un ruban, l'accès à l'orientation individuelle des fibres reste complexe. En particulier lorsque celles-ci sont courtes, fines, denses ou désorientées. Ce qui est le cas pour les fibres de carbone recyclées mise en œuvre en voie cardée.

Dans ce contexte, il a été décidé de développer un dispositif expérimental combinant une caméra polarisée et un système motorisé de déplacement et de zoom optique, afin d'acquérir des images polarisées avec une bonne résolution sur des zones localisées du voile. L'objectif est d'accéder à l'orientation à l'échelle d'une fibre dans une couche des voiles produits. Ce dispositif sera présenté plus en détail dans la suite de ce manuscrit.

1.6.2. Mesures de la longueur des fibres pour structures « non-tissé » et composites

En complément de l'orientation des fibres, la longueur des fibres joue un rôle important dans les propriétés mécaniques des matériaux composites à renfort fibreux. Ainsi, la caractérisation de la longueur et de la distribution des fibres est nécessaire pour étudier l'impact des procédés de mise en œuvre afin contrôler les performances des structures « non-tissé » et composites obtenues. Plusieurs paramètres sont utilisés pour caractériser la distribution des longueurs de fibres textiles, notamment dans le cas des fibres naturelles telles que le coton. La longueur moyenne et la longueur moyenne de la moitié supérieure désigne la moyenne calculée à partir des 50 % de fibres les plus longues. L'indice d'uniformité permet d'évaluer la dispersion des longueurs au sein de l'échantillon : il peut être défini soit comme le rapport entre la longueur mesurée pour 50 % des fibres et celle mesurée pour 2,5 % des fibres (mesure dite par "longueur pincée"), soit comme le rapport entre la longueur moyenne et la longueur moyenne de la moitié supérieure. Enfin, l'indice de fibres courtes permet d'estimer la proportion de fibres dont la longueur est inférieure à 12mm environ pour le coton. La Figure 1.22 illustre ces différents indicateurs dans un « fibrogramme ».

Ces paramètres sont principalement employés pour l'analyse des fibres de coton, mais ont été transposés à l'analyse de fibres de carbone recyclées [118]. Ces informations de longueur sont utiles notamment lorsque les fibres proviennent de procédés de régénération ou de recyclage, où les longueurs peuvent être fortement hétérogènes, ce qui est le cas après cardage.

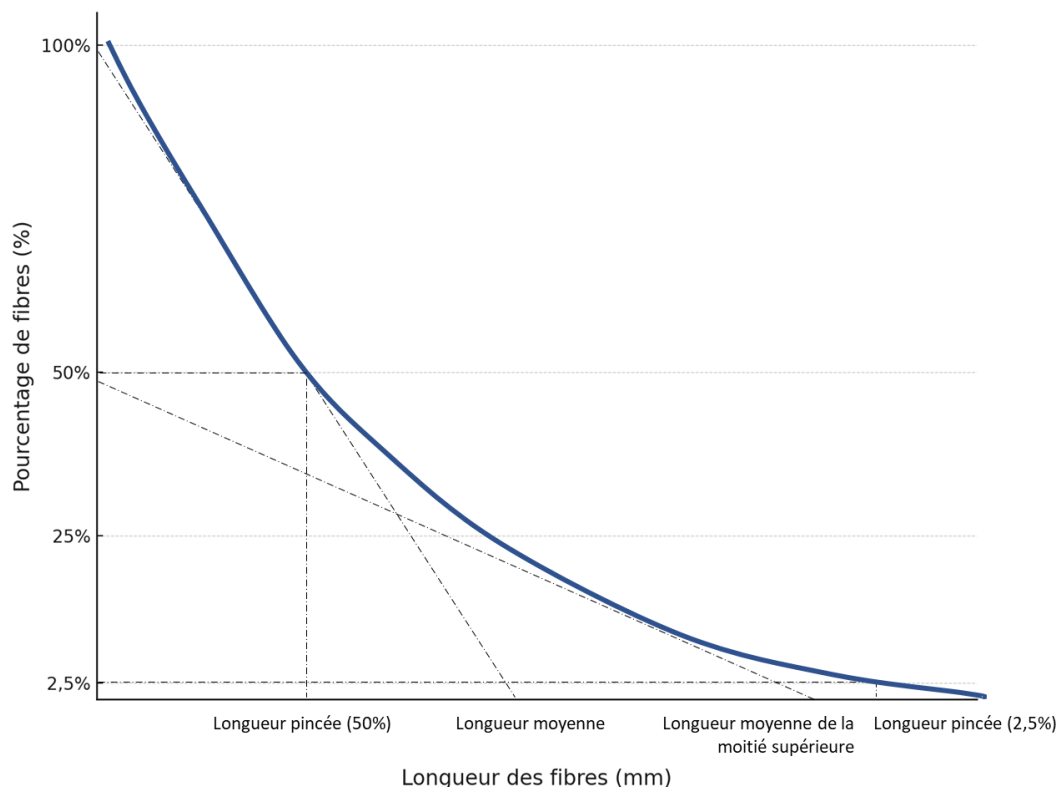


Figure 1.22 : Fibrogramme indiquant la longueur moyenne, la longueur moyenne de la moitié supérieure, ainsi que les longueurs de pincée à 2,5 % et 50 %.

1.6.2.1. Méthodes générales

La norme NF ISO 6989:2015 décrit plusieurs méthodes pour mesurer la longueur des fibres unitaires et rectilignes [119]. Ces méthodes consistent à aligner les fibres, puis à mesurer leur longueur soit directement sur une plaque graduée, soit à partir d'une image, soit à l'aide d'un appareil semi-automatique. Les longueurs mesurées sont ensuite regroupées par classes, selon un intervalle adapté à la gamme de longueurs observées. En complément, une autre méthode manuelle peut être utilisée directement à l'échelle du ruban. Après un alignement par peignage, un échantillon est prélevé de manière à ce que toutes les fibres partent d'un même point. Les fibres sont ensuite extraites et classées des plus longues aux plus courtes, selon un intervalle défini. La distribution des longueurs est obtenue à partir des fractions massiques associées à chaque plage de longueur. La Figure 1.23 présente l'outillage utilisé pour ce tri et l'aspect typique d'un classement par longueur.

L'application de ces méthodes aux fibres de carbone recyclées présente plusieurs difficultés. Les essais rapportés par Hengstermann et al. [118] ont montré que la longueur mesurée varie fortement selon que les fibres soient extraites individuellement ou par faisceaux de fibres. La manipulation des fibres seules entraîne souvent une rupture prématurée, conduisant à une sous-estimation de leur longueur. À l'inverse, la manipulation en faisceaux limite les ruptures grâce à un diamètre apparent plus important, mais rend difficile le comptage des fibres présentes dans le faisceau. Ces limitations rendent les méthodes

manuelles moins adaptées pour évaluer la distribution des longueurs dans les voiles ou rubans de fibres de carbone recyclées.

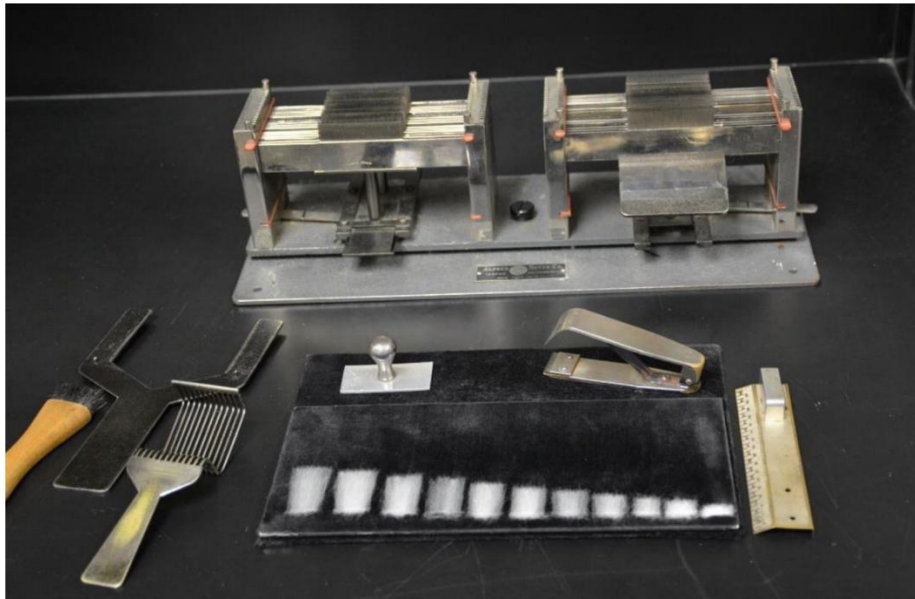


Figure 1.23 : Trieur à peignes et fibres classées par longueur [120]

Les dispositifs de type diagramme de fibres « WIRA » utilisent une mesure capacitive de la masse de fibres présentes entre deux électrodes [121]. Les fibres sont d'abord alignées à une extrémité à l'aide d'un système de peignage. Elles sont ensuite extraites puis analysées par tirage de l'éprouvette au travers d'une fente, où la variation de capacité électrique permet d'estimer la quantité de matière présente à chaque position de l'échantillon. La répartition du signal est ensuite interprétée comme une distribution de longueurs. Cette technique présente plusieurs limites. D'une part, la préparation de l'échantillon par peignage tend à éliminer ou mal aligner les fibres courtes, ce qui conduit à une sous-estimation de la teneur en fibres courtes. D'autre part ces dispositifs ne sont pas adaptés aux fibres conductrices, comme les fibres de carbone recyclées, car leur conductivité électrique peut perturber la mesure [118]. La Figure 1.24 montre un essai réalisé au laboratoire à l'aide d'une machine « WIRA », sur un échantillon de fibres peignées extraites d'un voile constitué à 100 % de fibres de carbone recyclées. Comme le montre le graphique, la mesure est perturbée autour de 30mm.

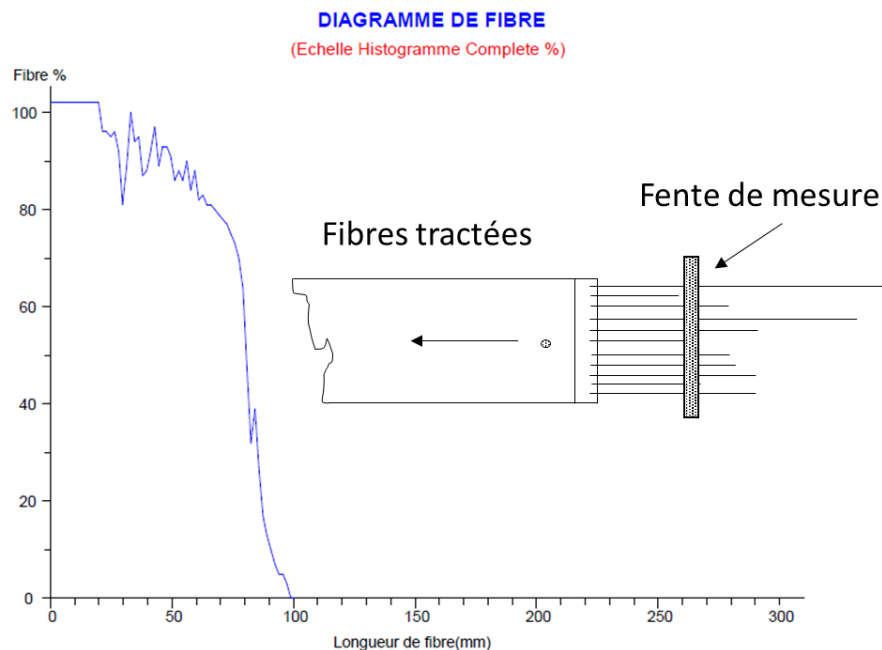


Figure 1.24 : Principe de mesure par capacité « WIRA » - Exemple de courbe obtenue après essai sur ruban en fibres de carbone recyclées

D'autres techniques de mesure utilisent la détection optique de la densité de fibres dans un échantillon de fibres alignées. Le Fibrolength (Textechno) permet de mesurer la longueur des fibres à partir d'un échantillon de fibres peignées manuellement. Les fibres sont fixées sur un support, puis l'échantillon est scanné dans la longueur à l'aide d'un capteur optique combinant un laser et une caméra. Le signal est ensuite analysé pour établir la distribution des longueurs. Comme pour d'autres méthodes nécessitant l'alignement préalable des fibres, la préparation de l'échantillon peut être peu adaptée aux fibres longues ou fragiles. Néanmoins, l'appareil est conçu pour permettre l'analyse de fibres de carbone recyclées.

Un autre dispositif optique utilisé pour la mesure de la longueur des fibres est l'AFIS (USTER). La Figure 1.25 montre les deux types de dispositifs.

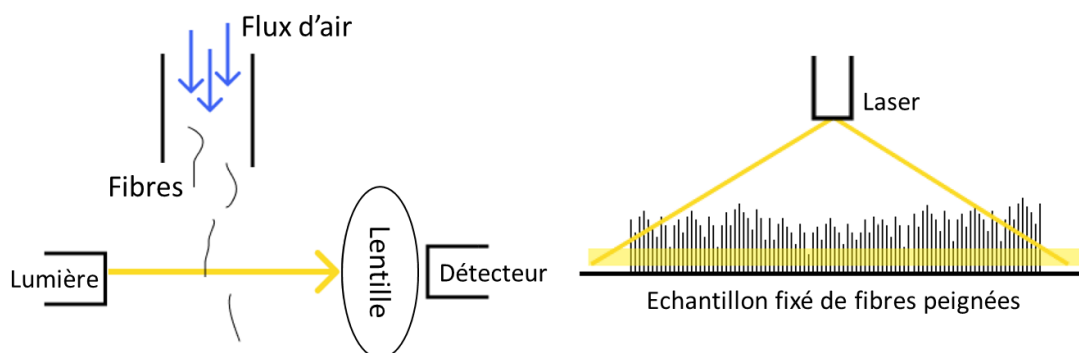


Figure 1.25 : Système de mesure « AFIS » (gauche), système de mesure par laser « Fiberlength » (droite), traduit de [121]

Le système individualise les fibres par une action mécanique d'ouverture, puis les transporte par flux d'air dans une zone de détection. Un faisceau lumineux est projeté à travers cette zone. Chaque fibre qui passe interrompt le faisceau pendant un temps proportionnel à sa longueur, sous l'hypothèse d'une vitesse constante. Toutefois, cette méthode présente aussi plusieurs limites. Le mécanisme d'ouverture peut induire des ruptures de fibres, augmentant artificiellement la teneur en fibres courtes. De plus, la présence de frisure, peut fausser la mesure. Ce qui peut être le cas pour les voiles contenant des fibres thermoplastiques frisées.

Enfin, les méthodes par analyse d'image sont une alternative pour mesurer la longueur des fibres dans des structures « non-tissé », en particulier lorsqu'il est nécessaire de limiter la manipulation de l'échantillon. Les images des échantillons de fibres sont généralement obtenues par scanner optique [122]. Dans le cas des fibres de carbone recyclées, dont le diamètre est compris entre 5 et 10 μm , un contraste élevé et une résolution suffisante sont nécessaires pour détecter les fibres. Une fois individualisées, les fibres sont identifiées à partir d'une image binarisée. Le Fibreshape (ISTAG) intègre ces principes et permet de mesurer la longueur et le diamètre de fibres comprises entre 2 μm et 30 cm (Figure 1.26).

Cependant, ces méthodes restent sensibles aux erreurs dues aux recouvrements de fibres. Par ailleurs, la densité des échantillons doit être faible pour limiter les croisements, ce qui implique le traitement d'un nombre élevé d'images pour obtenir une distribution représentative. Dans le cas d'une analyse d'image avec des logiciels de type Fiji, les recouvrements de fibres peuvent être traités de façon automatisée à l'aide d'algorithmes de type Ridge [123]. Ainsi, contrairement aux autres méthodes, la mesure par analyse d'images ne nécessite aucune préparation de peignage ou de parallélisation, ni d'investissement matériel important, un scanner haute résolution suffit à réaliser les images.

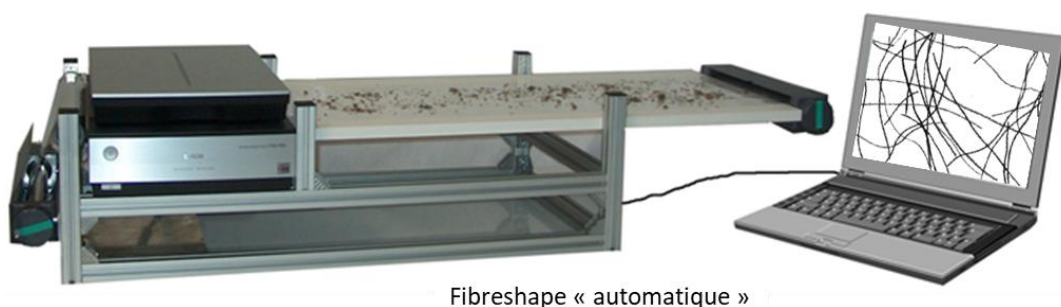


Figure 1.26 : Machine "Fibreshape" de ISTAG avec image binarisée

1.6.2.2. Méthodes appliquées aux fibres de carbone

Certains protocoles de mesures présentés précédemment ont été adaptés, ou d'autres développées, pour mesurer les longueurs de fibres de carbone, vierges ou recyclées. Hengstermann et al. [124] ont proposé une méthode d'évaluation sur l'analyse d'un faisceau de fibres parallélisées, obtenu à partir de rubans alignés sur un banc d'étirage. L'échantillon est inséré entre deux plaques transparentes, puis scanné. Les

valeurs de niveau de gris mesurées le long de l'échantillon sont converties en fibrogramme, puis en histogramme de longueurs. Cette méthode ne nécessite pas l'extraction de fibres individuelles, ce qui limite les ruptures lors de la manipulation. Une correction géométrique est appliquée pour tenir compte de l'inclinaison des fibres dans le faisceau.

D'autres auteurs ont développé des approches basées sur l'analyse d'image. Terada et al. [122] ont développé une méthode en deux étapes. Des fibres dispersées sur un support sont d'abord scannées à 2400 dpi, puis les images sont traitées numériquement. La Figure 1.27 représente une image d'un échantillon scanné avec cette méthode. La mesure des longueurs est réalisée à partir d'une image binarisée, à l'aide d'un module de détection d'objets « en forme d'aiguille » du logiciel WinRoof (Mitani CO). Cette méthode permet une bonne précision pour des fibres longues (erreur relative inférieure à 2,5 % pour des fibres de plus de 0,226mm), mais devient moins fiable en dessous de 0,1mm.

Manis et al. [6] ont, quant à eux, mesuré manuellement la longueur des fibres de carbone recyclées selon la norme DIN 53808-1, équivalente à la norme NF ISO 6989:2015, à différents endroits de la cardé. En raison de la fragilité des fibres, seule l'analyse sur faisceaux de fibres a été retenue, afin d'éviter les ruptures associées à l'individualisation.

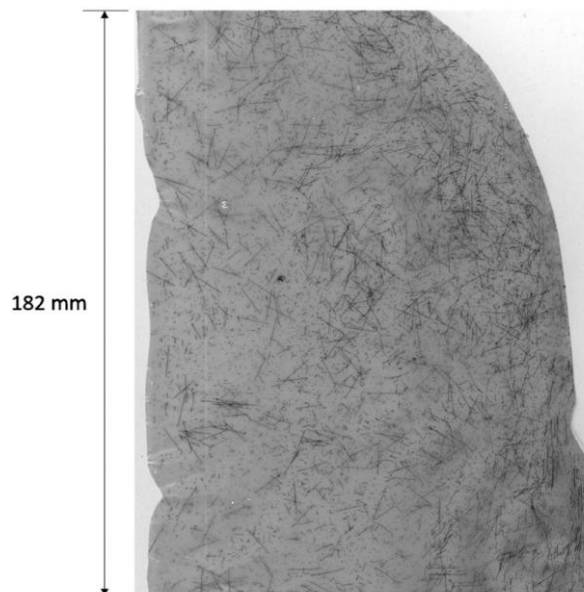


Figure 1.27 : Scan d'un échantillon de fibres de carbone

Enfin, Helmer et al. [125] ont développé une méthode basée sur la dispersion de fibres de carbone préalablement lavées à l'acétone dans une solution aqueuse, suivie d'une filtration sous vide Büchner. La quantité des fibres de carbone doit être inférieure à 0,01% en masse d'eau. Les fibres sont ensuite scannées à 6400 dpi sur une surface définie de 25x25 mm. Les fibres non recouvertes sont tracées manuellement, puis analysées via un algorithme de mesure de périmètre disponible sur le logiciel Fiji. Cette approche permet de mesurer des fibres individuelles sans alignement préalable, ce qui limite les biais liés à la manipulation. Cette technique de mesure a été retenue et adaptée pour déterminer la

longueur des fibres dans les voiles produits dans cette étude, et sera présentée en détail dans la suite de ce manuscrit.

1.6.3. Caractérisation de la masse surfacique et de l'homogénéité des non-tissés

1.6.3.1. Méthodes générales

La masse surfacique d'un non-tissé, généralement exprimée en g/m^2 se mesure en laboratoire par découpe et pesée d'échantillons de surface connue. Des normes comme NF ISO 9073-1 décrivent le protocole de mesure. En multipliant les prélèvements sur différentes zones, l'homogénéité du voile peut être évaluée via la dispersion statistique des masses surfaciques locales, souvent quantifiée par le coefficient de variation ou CV% de ces mesures. Quelques approches complémentaires à la pesée ont été développées dans la littérature, notamment avec l'essor de la vision par ordinateur [126]. Un non-tissé éclairé par lumière transmise ou réfléchi permet de générer une image dont les niveaux de gris peuvent être corrélés à une masse. Par exemple, les zones à densité de fibres plus élevée laissent passer moins de lumière et apparaissent plus sombres. Le CV% est alors déterminé directement à partir des niveaux de gris des pixels d'une image du non-tissé [127]. Il existe plusieurs variantes à cette méthode notamment dans le mode de calcul du CV%. Celui-ci peut être obtenu à l'échelle de l'image entière, ou en divisant l'image en sous-parties afin de calculer un CV% local, alors appelé CV% par quadrant. Dans leur étude, Tascan et al. [128] définissent chaque quadrant comme une matrice de 8×8 pixels, et calculent la moyenne du niveau de gris dans chaque zone avant d'en déduire le CV% global. Moll et al. [126] ont comparé plusieurs de ces métriques sur des non-tissés simulés et produits et ont conclu que le CV% par quadrant est parmi les plus robustes pour quantifier l'uniformité des non-tissés, car il reste stable vis-à-vis du nombre d'échantillons mesurés. Certaines de ces techniques ont été adaptées pour l'étude de non-tissés en fibres de carbone.

1.6.3.2. Méthodes développées pour les non-tissés à base de fibres de carbone

Comme pour l'orientation, des capteurs à courants de Foucault ont été développés pour mesurer localement la masse surfacique de matériaux conducteurs. Leitner et al. [114] ont montré qu'un appareil utilisant ce principe permettait de cartographier la masse surfacique d'un non-tissé contenant des fibres de carbone recyclées avec une précision de $\pm 6,5\%$ en comparaison aux résultats obtenus par pesée.

La Figure 1.28 montre le principe de la technique de caractérisation par courant de Foucault avec les résultats obtenus en corrélant la mesure du courant et la masse surfacique.

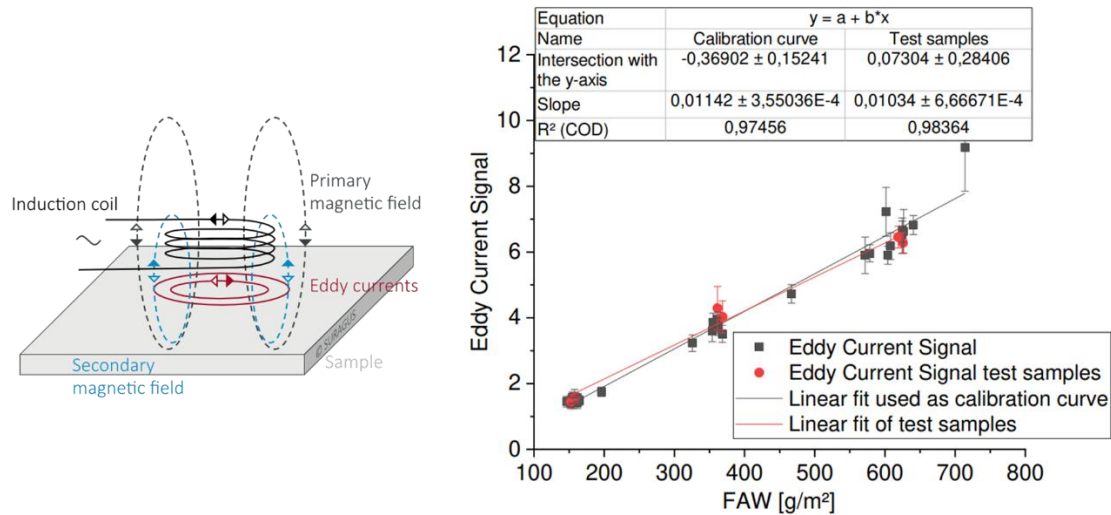


Figure 1.28 : Principe de mesure à l'aide des courants de Foucault (gauche), et relation entre la mesure de ce courant et la masse surfacique du non-tissé (droite) [114].

Des systèmes commerciaux portables, tels que l'EddyCus CF (SURAGUS) utilisent ce principe et sont adaptés spécifiquement aux renforts en fibre de carbone.

Enfin, dans des travaux antérieurs menés au laboratoire [129], un dispositif basé sur la transmittance de la lumière a été conçu pour détecter les pertes de masse locale dans des voiles de fibres de carbone recyclées emboutis avec un poinçon hémisphérique (Figure 1.29).

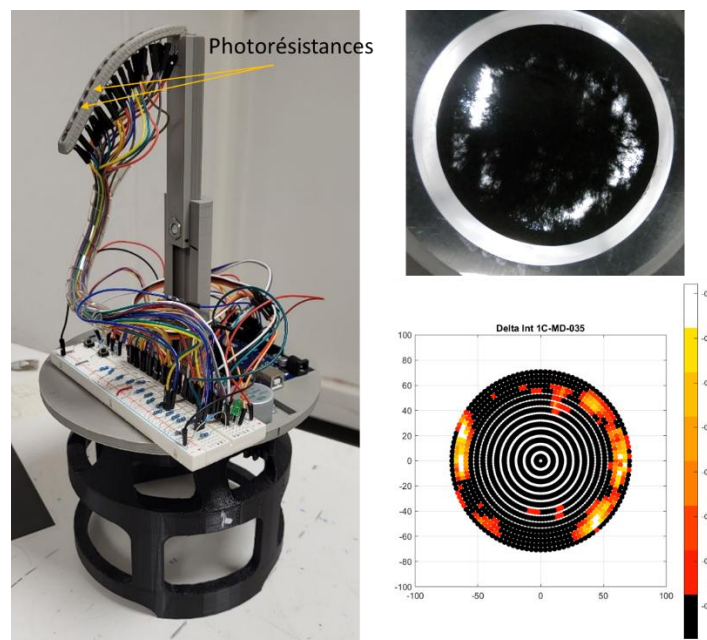


Figure 1.29 : Système de mesure de l'intensité transmise à travers le non-tissé embouti, carte de l'illumination après emboutissage

La lumière est transmise à travers le matériau, puis captée par des photorésistances réparties sur un bras motorisé qui scanne la totalité de l'échantillon. Une cartographie 3D de la perte de masse surfacique a

pu être obtenue après calibration. Cette méthode a permis d'identifier et de localiser des déchirures associées à une diminution locale de la masse surfacique, avec une sensibilité suffisante pour détecter des pertes supérieures à 50 %. Le dispositif a été appliqué pour analyser les effets de l'emboutissage sur des non-tissés cardés et aiguilletés à partir de fibres de carbone recyclées.

L'ensemble des travaux présentés montre que différentes approches ont été développées pour caractériser les propriétés morphologiques comme l'orientation, la longueur et la masse surfacique dans les structures en fibres de carbone. Les performances de chaque méthode dépendent notamment du niveau d'alignement, de la densité des fibres, ou encore des effets de recouvrement dans le matériau analysé. Dans ce travail, les méthodes retenues ont été choisies en fonction des équipements disponibles au laboratoire et des contraintes de coût, tout en veillant à assurer une précision suffisante des mesures. Les propriétés mécaniques, ainsi que les protocoles associés à leurs identifications, seront détaillées dans les chapitres suivants

1.7. Conclusion

Les fibres de carbone sont utilisées comme renforts dans des matériaux composites, notamment dans les secteurs où des propriétés mécaniques élevées sont requises. En fin de vie, ces composites peuvent être recyclés par différents procédés, permettant la récupération de fibres discontinues. Ces fibres conservent une grande partie de leurs propriétés mécaniques initiales, mais leur longueur réduite impose des étapes de transformation textile avant de pouvoir être réutilisées. Dans la littérature, plusieurs solutions de régénération ont été proposées pour structurer ces fibres discontinues sous forme de voiles, de rubans ou de fils. Ces approches s'appuient sur des procédés textiles tels que les non-tissés, la filature, ou d'autres techniques de réalignement. Certaines de ces techniques permettent de produire un matériau avec une orientation des fibres contrôlée. Plusieurs études ont montré que certains procédés, comme le cardage couplé à l'étirage ou la filature, permettent d'améliorer l'orientation des fibres. Toutefois, les performances mécaniques des matériaux obtenus restent en général inférieures à celles obtenues avec des fibres vierges continues.

Ce chapitre a présenté un procédé de régénération par voie cardée, incluant l'ouvraison, le cardage et l'étirage. Sur la base des travaux existants, cinq paramètres ont été sélectionnés et combinés selon différentes configurations : la vitesse de cardage, la proportion de fibres thermoplastiques dans le mélange, le nombre de passages, la densité d'alimentation et le niveau d'ouvraison initial. Ces paramètres ont été choisis car ils apparaissent dans plusieurs travaux comme ayant une influence sur la conservation de la longueur des fibres, leur orientation dans le voile et la régularité de la structure obtenue. Dans cette étude, différentes configurations ont été testées pour produire des voiles en fibres de carbone recyclées.

Le chapitre suivant présente les propriétés des fibres utilisés dans ces travaux ainsi que les méthodes de régénération de ces fibres par cardage et la caractérisation de leurs propriétés, à l'échelle

des fibres comme à celle du voile. De nouveaux procédés de caractérisation, notamment pour l'analyse de l'orientation des fibres, y sont décrits.

2. Matériaux et revue des méthodes de caractérisation appliquées aux fibres et aux voiles

Dans ce chapitre sont présentés les matériaux employés pour l'élaboration des voiles cardés, ainsi que les méthodes de caractérisation utilisées pour analyser leurs propriétés morphologiques et mécaniques à différentes échelles. De nouvelles méthodes de caractérisation ont été développées, en s'appuyant sur certaines propriétés spécifiques des fibres de carbone.

2.1. Matériaux et procédés

2.1.1. Fibres

Les fibres de carbone recyclées utilisées dans cette étude proviennent de fibres de type HR (Figure 1.2), recyclées par vapo-thermolyse. Elles n'ont pas été ré-ensimées et sont issues d'un gisement fourni par la société Alpha Recyclage. Ces fibres ont été coupées à une longueur de 60 mm, bien que le lot initial présente une distribution de longueurs plus large, difficile à quantifier précisément. Les fibres ainsi obtenues sont directement utilisées pour le cardage, et sont notées NO (Non Ouvertes) dans la suite du manuscrit. Un second lot, introduit en cours de projet, provient du même gisement initial, mais a fait l'objet d'une étape d'ouvrison réalisée par l'entreprise partenaire SULITEC, afin d'amorcer la séparation des faisceaux de fibres avant cardage. Les fibres issues de ce lot sont notées O. Ces deux lots constituent la base des essais comparatifs menés sur la régénération des fibres de carbone recyclées par voie cardée. La Figure 2.1 présente un échantillon de fibres issues du lot initial NO ainsi que leur longueur caractéristique autour de 60 mm. Le Tableau 2.2 et la Section 2.4 en fin de chapitre présentent les propriétés mécaniques, moyennes (Moy.) et les écarts-types (ET.) associés, issues de 50 essais de traction réalisés sur fibre unitaires, pour les lots NO et O.



Figure 2.1 : Faisceaux de fibres extraits du lot initial de fibres de carbone recyclées non ouvertes (NO)

Dans le cadre de cette étude, les fibres de carbone recyclées sont parfois mélangées lors du cardage à des fibres thermoplastiques, comme présenté dans l'état de l'art [64,67,129]. Le mélange intègre des fibres de polypropylène (PP) frisées de 60 mm, ajoutées avec différentes proportions selon un plan d'expérience qui sera détaillé au chapitre suivant. Le polypropylène est un matériau courant dans l'industrie textile. Il est sélectionné pour son faible coût, sa disponibilité en quantité au laboratoire, et son rôle dans la structuration du voile. Il peut être exploité comme matrice thermoplastique en mélange avec les fibres de carbone recyclées, mais influe avant tout dans la cohésion du voile et la protection des fibres de carbone pendant le cardage [129]. Les fibres de PP utilisées ont un diamètre moyen de 28,9 μm , un titre de 9,5 *dtex* pour une masse volumique de 0,91 g/cm^3 . Le Tableau 2.1 donne les propriétés mécaniques et morphologiques des fibres de PP utilisées dans ces travaux et identifiées selon les protocoles décrits dans ce chapitre.

Tableau 2.1 : Propriétés morphologiques et mécaniques de fibres de polypropylène frisées

	Diamètre (μm)		Contrainte à rupture (MPa)		Module de traction (GPa)		Allongement à rupture (%)	
	Moy.	ET.	Moy.	ET.	Moy.	ET.	Moy.	ET.
Polypropylène	28,9	2,1	381	31	1,68	0,31	128	24

2.1.2. Mise en œuvre des voiles par cardage

Les fibres issues des lots O et NO sont transformées en voiles par cardage sur une ligne de production à l'échelle laboratoire. La machine utilisée est équipée de trois paires de travailleurs et dépouilleurs, avec la possibilité d'ajuster plusieurs paramètres matière et machine. Les fibres en mélange avec les fibres de PP, ou non, sont alimentées sur un tapis d'alimentation selon un grammage défini sur une surface définie pour contrôler la densité d'alimentation. La collecte des fibres cardées, sous forme de voile se fait sur un cylindre de sortie qui permet d'empiler les couches de voile sur un périmètre de 125 cm et 30 cm de laize. Le voile est extrait du cylindre quand il n'y a plus suffisamment de fibres alimentées par le peigneur. La Figure 2.2 illustre la préparation d'un mélange fibres de carbone recyclées et de fibres frisées de polypropylène avant cardage, ainsi que l'aspect du voile obtenu en sortie de carde. Le plan détaillé des paramètres et de leurs valeurs associées sera présenté au chapitre 3.

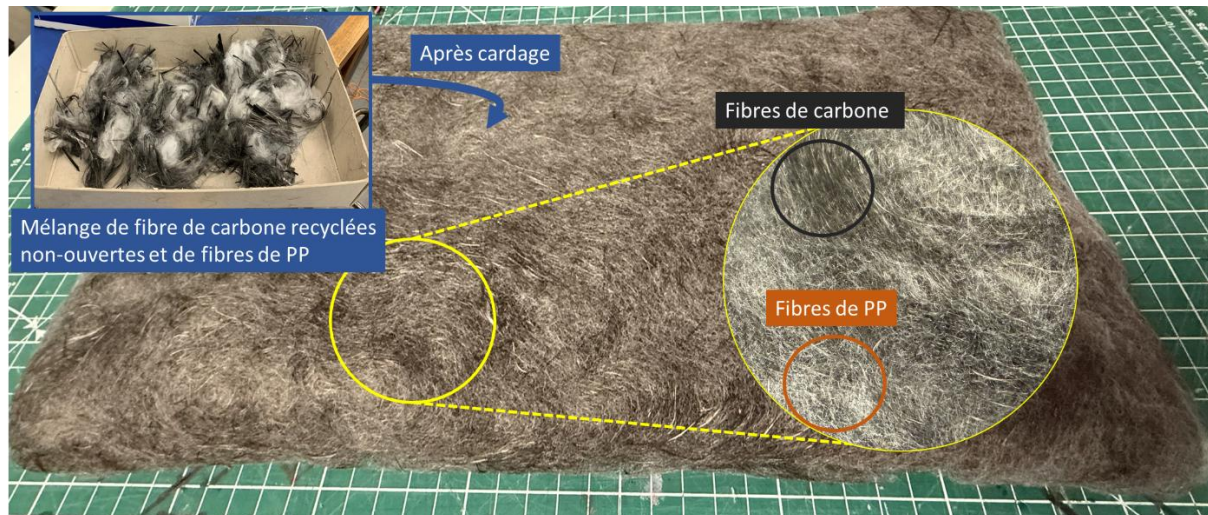


Figure 2.2 : Préparation des fibres pour cardage et voile cardé en fibres de carbone recyclées

2.2. Techniques de caractérisation morphologique

La caractérisation morphologique des fibres de carbone recyclées présente des contraintes spécifiques liées à leur nature. En particulier, l'accès à des équipements adaptés à des fibres très fines et de nature conductrice reste limité. Dans ce contexte, plusieurs méthodes ont dû être adaptées, voire développées, en fonction des contraintes expérimentales rencontrées au cours du projet. Les équipements utilisés pour la prise d'image, la mesure de longueur ou l'orientation des fibres ont été choisis en tenant compte de leur compatibilité avec les propriétés physiques des fibres de carbone recyclées.

2.2.1. Mesure du diamètre des fibres

Avant caractérisation mécanique, le diamètre des fibres de carbone recyclées est mesuré par observation longitudinale à l'aide d'un microscope optique Olympus DSX1000, avec un grossissement de $\times 72,55$. Cinq mesures sont effectuées le long de chaque fibre retenue pour les essais de traction, et leur moyenne est utilisée pour définir la section transversale qui servira pour les calculs de la contrainte et du module à l'issue des essais de traction. Les fibres présentant des défauts visibles, tels que des résidus de colle ou des fibrilles en surface, sont exclues de la caractérisation. Seules les fibres présentant une surface lisse et exempte de contamination, sont retenues pour la suite des essais mécaniques.

Une section circulaire est retenue pour la section transversale de la fibre. Cette hypothèse s'appuie sur des observations en coupe transversale obtenues à l'aide d'un microtome, réalisées sur des échantillons préparés avec ajout de laine afin d'améliorer le contraste (Figure 2.3). La circularité est évaluée par le rapport entre l'aire de la section et le carré de son périmètre. Plus cette valeur est proche de 1, plus la section est considérée comme circulaire [130], comme l'indique l'Equation 6 :

$$\text{Circularité} = \frac{4 * \pi * \text{Aire}}{\text{Périmètre}^2} \quad (6)$$

Des mesures réalisées sur 11 échantillons ont permis d'obtenir un coefficient moyen de circularité de $0,956 \pm 0,014$, ce qui confirme une géométrie de la section proche du cercle. Ce niveau est suffisant pour considérer, comme le proposent Islam et al., qu'une non-circularité mineure peut être négligée dans l'estimation de la contrainte à rupture [131]. Mesquita et al. utilisent un diamètre unique mesuré en un point et à un angle donné pour calculer la contrainte de fibres de carbone, en supposant implicitement une section circulaire [132].

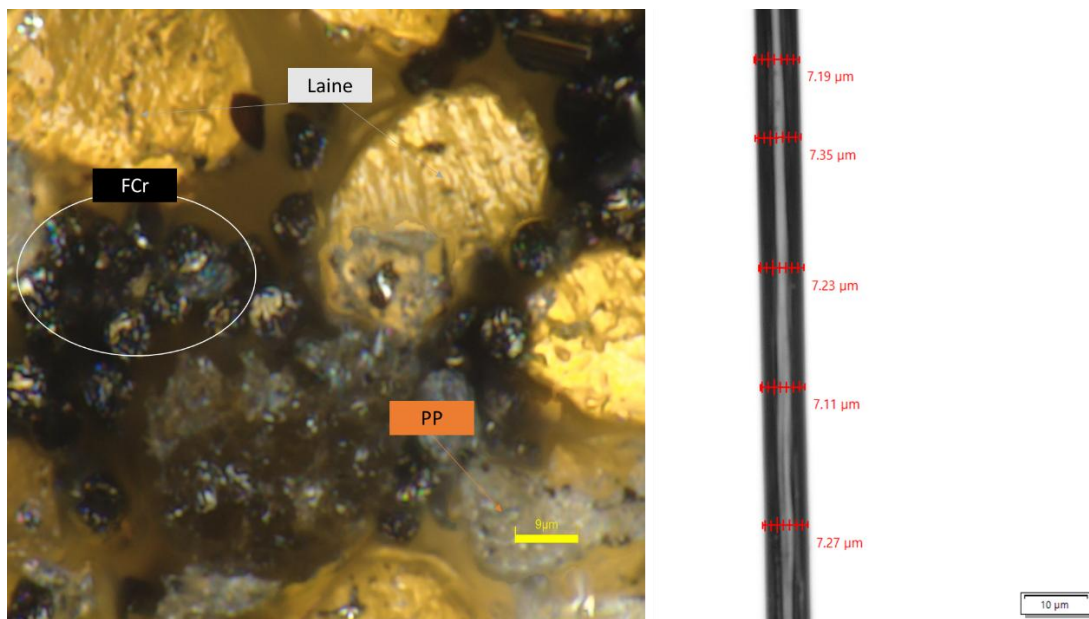


Figure 2.3 : Section transverse des fibres de carbone recyclées avant cardage (gauche), mesure du diamètre d'une fibre de carbone recyclée (droite)

2.2.2. Mesure de la longueur des fibres

Comme abordé dans le chapitre 1, durant le cardage, les fibres subissent une série d'efforts induits par les vitesses relatives des rouleaux, les changements de direction et les zones de contact. Ces efforts sont susceptibles d'entraîner des ruptures et de provoquer une réduction de la longueur initiale des fibres. Une méthode de mesure de longueur adaptée aux fibres individuelles a été mise en place, notamment après cardage, où ces fibres sont prélevées dans les voiles.

La méthode proposée par Helmer et al. [125], présentée dans le chapitre état de l'art section 1.6.2.2, a servi de référence, mais elle a été modifiée dans plusieurs de ses étapes. En particulier, la mesure automatisée par traitement d'image sur des images scannées basée sur la détection d'intersections et le suivi d'arêtes, s'est révélée peu fiable lorsque les fibres présentent des recouvrements. La mesure des longueurs a donc été réalisée manuellement.

Les fibres sont d'abord rincées à l'acétone. Elles sont ensuite dispersées dans de l'eau à faible concentration (inférieure à 0,01 % massique du poids en eau), puis filtrées sous vide à l'aide d'un dispositif équipé d'un filtre Büchner de 14 cm de diamètre. Après filtration, les fibres et le filtre sont laissés à sécher à l'air libre. La mesure de la longueur des fibres est effectuée manuellement à partir d'une image obtenue par numérisation avec un scanner Canon LIDE 400, à une résolution de 4800 dpi. Le traitement de l'image est réalisé avec le logiciel Fiji [133]. Seules les fibres intégralement visibles au moment de la mesure sont retenues. La Figure 2.4 montre le dispositif de filtration, un exemple d'échantillon scanné et un aperçu de la résolution obtenue en zoomant sur les fibres.

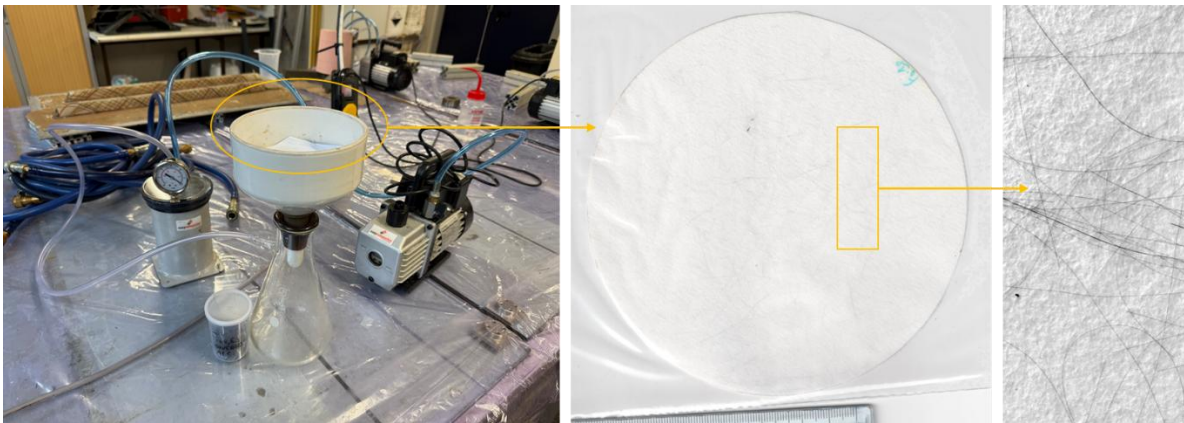


Figure 2.4 : Dispositif de filtration Büchner (gauche), échantillon de fibres déposées sur papier filtre (milieu), zoom sur les fibres unitaires (droite)

Un total de 150 fibres est considéré pour certaines configurations de voile. Ce nombre a été défini à partir de données expérimentales obtenues sur 50 fibres issues du lot NO avant cardage. Ces mesures ont donné un écart-type σ_L de 1,84 cm. En fixant une précision E de $\pm 0,3$ cm sur la moyenne, et un niveau de confiance z de 95 %, la taille d'échantillon nécessaire n est calculée selon l'Equation 7 [134] :

$$n = \left(\frac{z * \sigma_L}{E} \right)^2 = \left(\frac{1,96 * 1,84}{0,3} \right)^2 \approx 146 \quad (7)$$

Ce calcul repose sur une approximation à une loi normale, justifiée ici par la taille suffisante de l'échantillon initial. Un arrondi à 150 essais par lot de fibres caractérisé a donc été retenu. Le nombre d'échantillons mesuré permet d'obtenir une estimation de la moyenne avec une précision à 3 mm, tout en limitant la charge expérimentale. Les résultats sont ensuite regroupés sous forme de diagrammes cumulés décroissants, afin de comparer les distributions de longueur des fibres prélevées de différents voiles issus du plan d'expérience. Outre la longueur moyenne, plusieurs indicateurs sont extraits pour décrire la distribution : l'écart-type, la médiane, le taux de fibres courtes (longueur inférieure à 15 mm),

ainsi que le coefficient de variation (CV %). Ce qui permet d'évaluer l'impact des paramètres du plan d'expérience sur la distribution des longueurs de fibres recyclées.

2.2.3. Mesure de l'orientation des fibres dans les voiles

La caractérisation de l'orientation des fibres de carbone recyclées dans un voile implique d'accéder à une information microscopique (échelle de la fibre unitaire) au sein d'une échelle macroscopique (échelle du voile). Pour répondre à cette problématique, un banc de mesure a été développé dans cette étude à l'aide d'une combinaison de technologies existantes pour la mesure de la polarisation par acquisition d'image.

Le dispositif utilise une caméra polarisée de type BFS-U3-51S5PC-C, équipée d'un capteur Sony IMX250MYR. Ce capteur intègre une matrice de filtres polarisants orientés à 0°, 45°, 90° et 135°, placés directement sur les pixels. Chaque groupe de quatre pixels permet de mesurer les intensités transmises selon ces quatre directions. À partir de ces intensités, il est possible de calculer pour chaque groupe de pixels l'angle de polarisation linéaire (AoLP). L'AoLP est défini comme l'angle pour lequel la transmission polarisée est maximale, calculé selon l'Equation 8 [135] :

$$AoLP = \frac{1}{2} \arctan\left(\frac{I_{45^\circ} - I_{135^\circ}}{I_{0^\circ} - I_{90^\circ}}\right) \quad (8)$$

Pour la prise d'image, le voile est placé sur un support mobile, dont le déplacement est assuré par un système motorisé utilisant deux moteurs pas-à-pas NEMA 17, contrôlés par deux « cartes moteur » et une carte Arduino. Ce système permet un positionnement suivant deux axes perpendiculaires (plan XY). L'éclairage est réalisé avec une bande de lumière LED, positionnée autour de l'échantillon et hors du champ de la caméra (Figure 2.5).

Le choix du grossissement optique est déterminé par la nécessité de distinguer les fibres individuelles, dont le diamètre est compris entre 6 et 8 μm , tout en maintenant un champ d'observation suffisant pour limiter le nombre d'images nécessaires à l'analyse d'une surface représentative. Dans les conditions retenues, chaque fibre occupe plusieurs pixels en largeur, ce qui permet une estimation de l'orientation. L'acquisition est réalisée par balayage de l'échantillon, selon un chemin choisi en amont sur Arduino. Le pas de déplacement est défini de manière à introduire un recouvrement partiel entre les images successives, pour permettre leur assemblage dans une image dite « composite ». Le système a été conçu pour intégrer l'assemblage de plusieurs images, mais cette étape reste encore complexe à mettre en œuvre. En l'état, l'analyse de l'orientation peut être réalisée image par image.

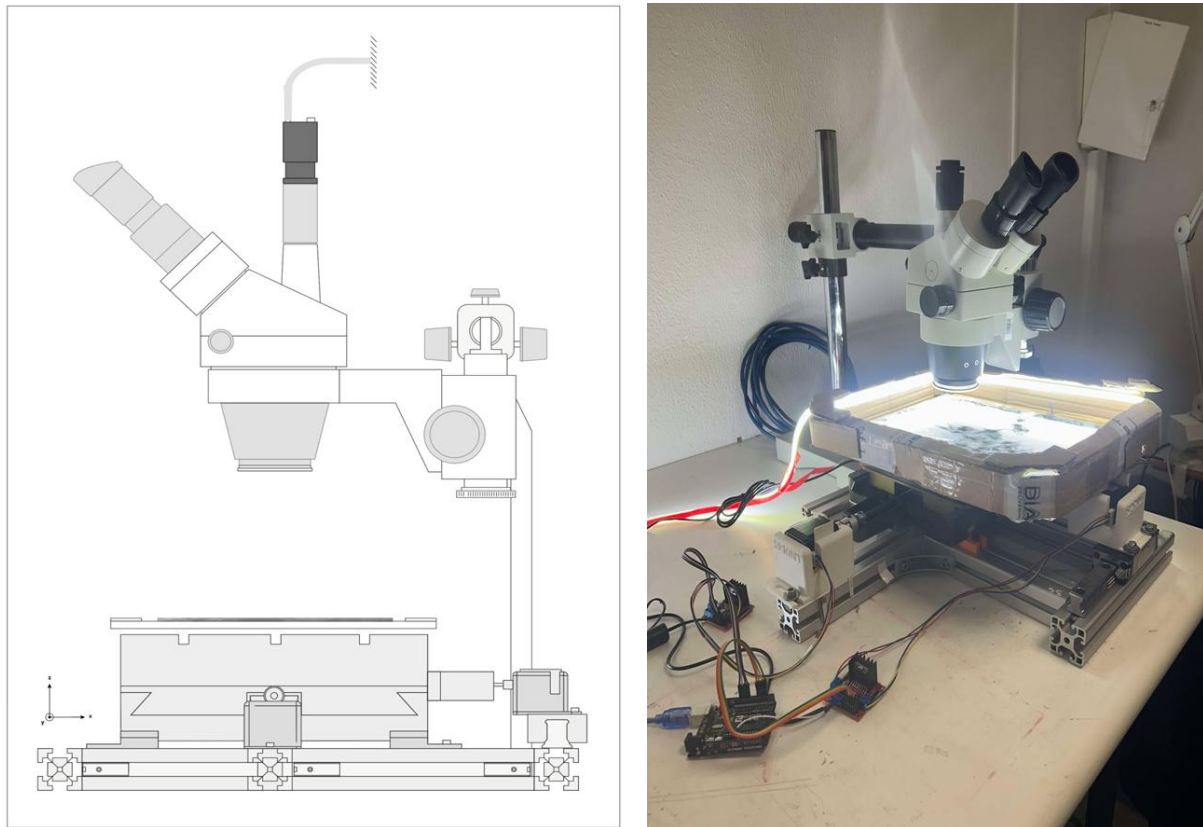


Figure 2.5 : Schéma et photographie du dispositif de mesure de l'orientation des fibres

Les échantillons prélevés sur le voile sont sélectionnés de manière à être représentatifs du matériau, en évitant les bords du voile et les défauts visibles. La mesure se fait sur un échantillon de 10×10 cm, et de préférence sur une seule couche de voile afin d'avoir un contraste suffisant. Plusieurs captures sont réalisées sur l'ensemble de la surface de l'échantillon. Chaque image est enregistrée sous forme de quatre matrices correspondant aux intensités mesurées pour chacune des orientations des filtres polarisants (0° , 45° , 90° et 135°). L'AoLP (Eq. 8) est ensuite calculée pixel par pixel à partir de ces matrices ce qui permet de générer un histogramme des orientations. Cet histogramme permet alors de définir l'indice d'anisotropie H_t présenté dans le chapitre 1.

2.2.4. Masse du voile après cardage et homogénéité massique

Le voile est détaché du cylindre de sortie et pesé immédiatement après sa production, ce qui permet de quantifier la masse de matière effectivement collectée en sortie de carde (notée m_{voile}). En la comparant à la masse de fibres introduite en entrée, le ratio de masse conservée peut être calculé. Il indique la proportion de matière restituée après cardage et permet d'estimer les pertes liées au fonctionnement de la carde. Ces pertes peuvent provenir de plusieurs mécanismes : certaines fibres courtes ou rompues peuvent ne plus être retenues dans les espaces entre les cylindres et tombent de la carde, d'autres peuvent rester accrochées à la garniture des cylindres.

L'homogénéité massique du voile est ensuite évaluée par un prélèvement de trois tranches de 10 cm le long du voile. La Figure 2.6 illustre les zones de découpe le long d'un voile. Pour chaque tranche, au moins trois pesées sont effectuées et leur moyenne est utilisée pour estimer la masse correspondante. Bien que l'empilement des couches sur le cylindre de sortie puisse lisser certains défauts locaux liés à une alimentation irrégulière notamment, la mesure de l'homogénéité permet de suivre les variations de la répartition des fibres sur la longueur du voile.

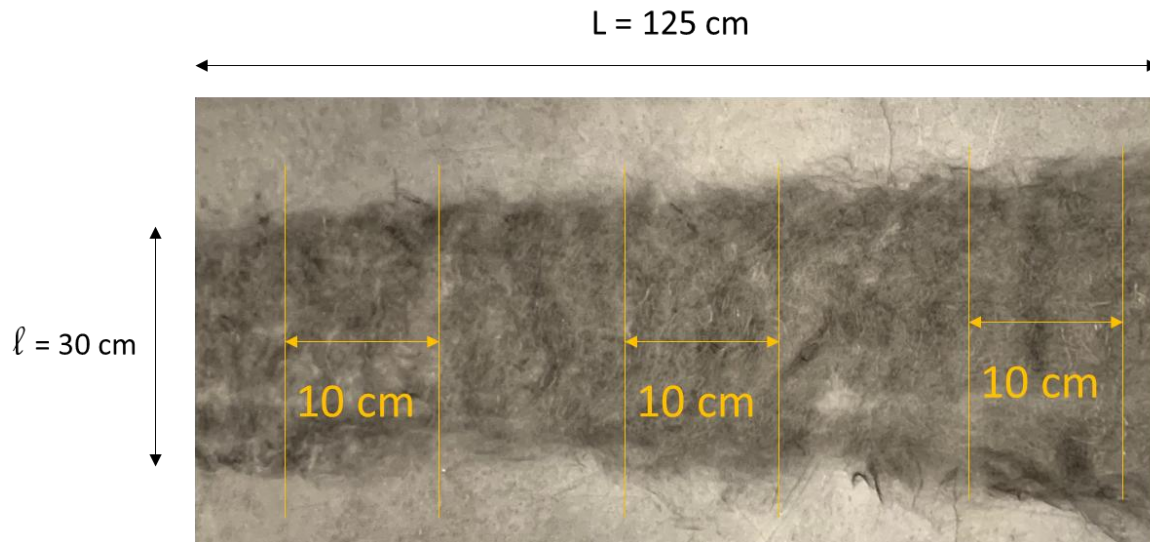


Figure 2.6 : Illustration des zones de mesure de l'homogénéité sur les voiles produits

Pour interpréter quantitativement l'homogénéité, on considère qu'une tranche de 10 cm de voile représente 8 % de la masse totale du voile (de longueur 125 cm) dans le cas d'une répartition des fibres parfaitement homogène. La masse attendue pour une telle tranche est notée $m_{tranche_h}$. Ainsi, l'écart δ_h entre la masse d'une tranche $m_{tranche}$ et $m_{tranche_h}$ permet d'estimer les irrégularités de distribution le long du voile, d'après l'Equation 9 :

$$\delta_h(\%) = 100 * \left(\frac{m_{tranche}}{m_{tranche_h}} - 1 \right) \quad (9)$$

Avec,

$$m_{tranche_h} = \frac{10}{125} m_{voile} \quad (10)$$

Ces différentes caractérisations permettent de visualiser les effets des paramètres de cardage sur les propriétés morphologiques des fibres et des voiles produits, en termes de diamètre, de longueur, d'orientation et d'homogénéité. A l'échelle des fibres unitaires, ces données morphologiques sont

ensuite mises en relation avec les propriétés mécaniques, dont les méthodes de caractérisation sont présentées dans la section suivante.

2.3. Techniques de caractérisation mécanique

Cette section présente les méthodes expérimentales mises en œuvre pour la caractérisation mécanique des fibres de carbone recyclées. Les essais sont réalisés à l'échelle de la fibre unitaire avant et après cardage.

2.3.1. Essais de traction statique sur fibre unitaire

La caractérisation mécanique des fibres de carbone recyclées est réalisée à l'échelle d'une fibre unitaire afin d'évaluer l'impact du cardage sur les propriétés mécaniques. Les essais de traction menés conformément à la norme NF ISO 11566 [136] (Figure 2.7).

L'essai consiste à soumettre une fibre individuelle à un allongement longitudinal à vitesse constante jusqu'à rupture, et à enregistrer la force appliquée ainsi que le déplacement de la traverse. La fibre est montée sur un support en papier après individualisation, ce qui permet une manipulation de la fibre sans contact avec les mors de la machine de traction. Une colle cyanoacrylate est utilisée pour fixer les extrémités de la fibre sur le talon, avec une longueur de jauge de 25 mm entre les zones de collage. Les essais sont réalisés à 2 mm/min, en atmosphère contrôlée, sur une machine MTS Criterion équipée d'une cellule de force de 10 N. Aucune précharge n'est appliquée au début de l'essai, le point d'inflexion initial est défini après l'essai par calcul la dérivée seconde de la courbe force/déplacement et identification de son maximum. Le nombre d'essais valide par échantillon est fixé à 50.

Comme détaillé dans la section 2.2.1, avant chaque essai, la fibre est observée au microscope optique afin de mesurer son diamètre, ce qui permet de calculer la contrainte en divisant la force appliquée par l'aire de la section transversale considérée circulaire ainsi que le module de traction. Les données enregistrées pendant l'essai comprennent la force appliquée (en newtons), le déplacement de la traverse (en millimètres) et le temps. Ces données permettent d'obtenir la courbe force/déplacement, convertie ensuite en courbe contrainte-allongement. La résistance maximale correspond à la contrainte au point de rupture. Le module de traction est obtenu par calcul de la pente de la courbe contrainte-déformation entre 0,1 % et 0,6 % d'allongement, conformément aux recommandations de la norme NF ISO 11566.

Une correction sur le déplacement traverse est apportée pour tenir compte de la complaisance de la machine, qui correspond à la déformation due aux éléments mécaniques de la machine. Elle est évaluée en réalisant des essais sur des fibres de différentes longueurs de jauge de 15, 25 et 35mm, puis en représentant la complaisance mesurée en fonction de la longueur initiale des fibres. L'ordonnée à l'origine de la droite de régression passant par tous les points à différentes longueurs de jauge,

correspond à la déformation du système seul. Cette valeur est ensuite soustraite de l'allongement mesuré à chaque essai afin d'estimer la déformation réelle de la fibre. Une partie dédiée à la mesure de la complaisance et à son échantillonnage sera détaillée dans le chapitre 3.

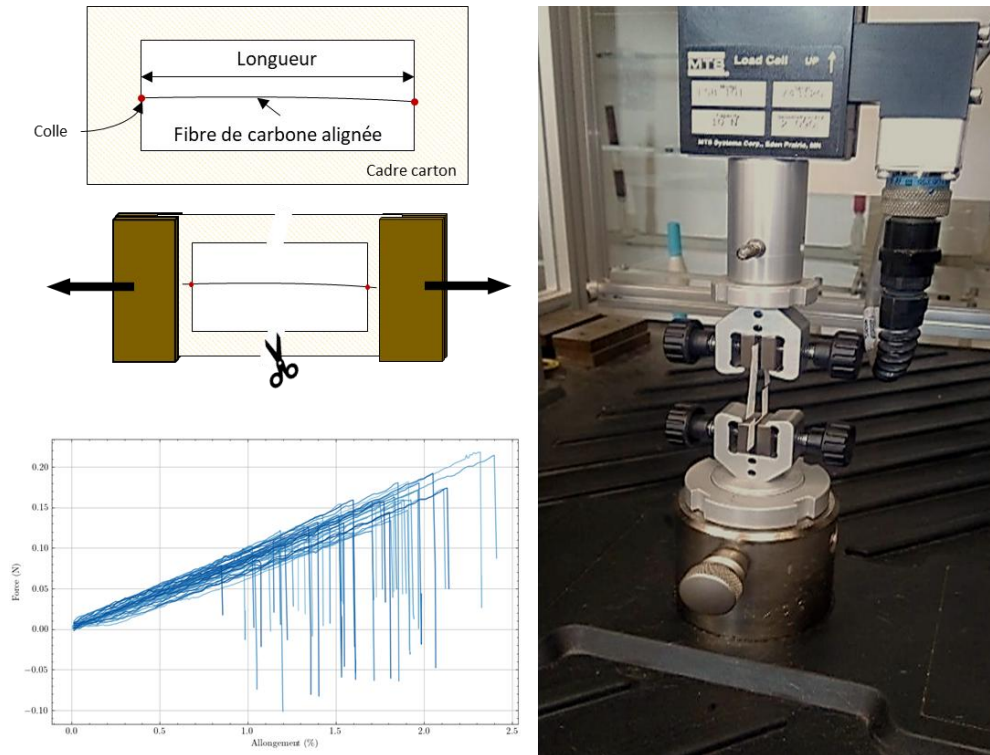


Figure 2.7 : Schéma d'un essai de traction sur fibre unitaire, courbes effort-allongement des différents échantillons et cellule de force avec mors de la machine MTS Criterion

Les essais sont analysés par traitement des fichiers de mesure à l'aide de scripts Python et de certaines bibliothèques de traitement comme pandas, scipy, NumPy et plotly... Le traitement des données donne lieu à l'extraction des paramètres mécaniques suivants : contrainte à rupture (MPa), module de traction (GPa) et l'allongement à rupture (%). Les valeurs moyennes et les dispersions associées seront présentées dans le chapitre 3. Le chapitre 4 sera consacré à une analyse plus approfondie des distributions de ces grandeurs, à l'aide d'outils statistiques, afin d'étudier leur variabilité.

2.3.2. Essais de traction cyclique sur fibre unitaire

Les essais de traction cyclique se distinguent des essais statiques par l'application répétée de cycles de charge et de décharge sur la même fibre. Ce mode de sollicitation permet d'étudier le comportement de la fibre sous des efforts répétés, en lien avec des phénomènes de type fatigue qui pourraient être observés dans la carte. Deux protocoles ont été mis en œuvre.

Dans le premier, la charge maximale est augmentée de manière incrémentale à chaque cycle, par paliers de 2 mN, jusqu'à atteindre la rupture de l'échantillon. Ce mode permet d'observer les

évolutions progressives du module de traction en charge et décharge. Dans le second protocole, la fibre est soumise à une charge maximale constante de 10cN, mais le nombre de cycles est progressivement augmenté (jusqu'à 200), avec un retour à force nulle entre chaque cycle. Ce mode permet d'évaluer l'influence du nombre de sollicitations sur le module de traction des fibres (en charge et décharge).

Les essais sont réalisés sur fibres non ouvertes (NO) avant cardage, à l'aide de la machine MTS Criterion équipée d'une cellule de force de 10 N (LSB.101), avec une vitesse de 2 mm/min pour les phases de chargement et de déchargement. Aucune précharge n'est appliquée. Les résultats analysent principalement l'évolution des propriétés en traction en charge et en décharge pour essayer d'identifier pour le module de traction, un phénomène de rigidification ou de légère augmentation identifié dans des travaux antérieurs [137].

Les méthodes présentées dans cette section permettent de caractériser les propriétés mécaniques des fibres de carbone recyclées à l'échelle unitaire, selon deux modes de sollicitation. Les essais statiques fournissent les grandeurs mécaniques usuelles (contrainte à rupture, module de traction, allongement à rupture), tandis que les essais cycliques apportent des informations complémentaires sur l'évolution des propriétés selon différents modes de fatigue.

2.4. Positionnement et comparaison des propriétés mécaniques des fibres recyclées avant cardage

Le Tableau 2.2 présente les propriétés mécaniques mesurées sur les deux lots de fibres recyclées avant cardage. Les diamètres moyens sont respectivement de 7,41 μm pour le lot NO et 7,16 μm pour le lot O, avec des écarts-types de 0,25 et 0,30 μm . La contrainte à rupture moyenne atteint 3143 MPa pour NO et 3422 MPa pour O, avec des écarts-types respectifs de 773 et 632 MPa. Le module de traction est également plus élevé pour le lot O (205 ± 12 GPa) que pour NO (186 ± 21 GPa). Les allongements à rupture moyens sont comparables, autour de 1,57 % à 1,58 %.

Les écarts-types relevés pour les modules de traction et les contraintes à rupture se situent dans les plages généralement observées dans la littérature pour des fibres de carbone recyclées testées en traction unitaire, comme le montrent notamment les travaux de Cai et al. [138] et de Ferrari et al. [139], bien qu'il n'existe encore qu'assez peu d'études fournissant des valeurs en traction sur fibre unitaire. On observe toutefois une augmentation du module et de la contrainte à rupture pour le lot O par rapport à NO, malgré des écarts-types qui se recouvrent. L'augmentation des valeurs est cohérente avec le diamètre moyen plus faible mesuré pour les fibres O. Elle peut également refléter des différences dans la distribution des résistances au sein des deux lots. Le lot NO est constitué de fibres prélevées par une présélection uniquement manuelle à partir du lot initial, tandis que le lot O résulte d'un traitement d'ouverture mécanique de ce même lot (par passage dans une ouvreuse) suivi d'une présélection manuelle. Cette étape supplémentaire a pu contribuer à écarter une partie des fibres les plus fragiles,

conduisant à une réduction des valeurs extrêmes les plus faibles observées en traction. Cet effet est documenté dans la littérature et tend à biaiser les distributions expérimentales en éliminant une partie des valeurs faibles, notamment lors des phases de manipulation ou de montage [131]. La diminution des écarts-types (en contrainte, module et allongement à rupture) tend également à conforter cette hypothèse que pour les fibres ouvertes, les fibres les plus fragiles ont pu être éliminées. Ces résultats constituent une base pour évaluer les effets sur les propriétés mécaniques des fibres issues des voiles selon différents paramètres de cardage.

Tableau 2.2 : Propriétés mécaniques des fibres de carbone recyclées issues des lots initiaux (avant cardage)

	Diamètre (μm)		Contrainte à rupture (MPa)		Module de traction (GPa)		Allongement à rupture (%)	
	Moy.	ET.	Moy.	ET.	Moy.	ET.	Moy.	ET.
FCr NO	7,41	0,25	3143	773	186	21	1,57	0,37
FCr O	7,16	0,3	3422	632	205	12	1,58	0,28

2.5. Conclusion

Ce chapitre a présenté l'ensemble des méthodes expérimentales utilisées pour caractériser les propriétés morphologiques et mécaniques des fibres de carbone recyclées. Les mesures de diamètre, de longueur, d'orientation et d'homogénéité permettent de décrire la morphologie des fibres et des voiles après cardage. Les essais mécaniques statique et cycliques réalisés à l'échelle unitaire donnent des informations sur les propriétés mécaniques en traction des fibres. Le chapitre suivant, présentera d'abord le plan d'expérience mis en place, puis l'évolution des propriétés morphologiques (longueur, orientation, homogénéité) en fonction des paramètres de cardage. Il abordera ensuite les propriétés mécaniques des fibres recyclées dans ces mêmes conditions, avec un rappel des travaux existants sur les essais unitaires. Une analyse spécifique sera également consacrée à la mesure et à l'échantillonnage de la complaisance du système de traction.

3. Influence du procédé de cardage sur les propriétés morphologiques et mécaniques des fibres de carbone recyclées

Le cardage permet de transformer des lots de fibres de carbone discontinues recyclées en une structure fibreuse continue appelée voile. Pour les fibres issues de vapothermolyse, cette opération modifie leurs propriétés morphologiques en raison des sollicitations mécaniques subies lors de leur transfert entre les différents cylindres de la machine. Elles peuvent provoquer une réduction de longueur par rupture, des variations d'orientation ou une perte de matière par accrochage aux garnitures. Ces modifications affectent également les propriétés mécaniques mesurées sur les fibres après transformation.

Comme introduit dans le chapitre 1, les paramètres de cardage étudiés dans ce travail, vitesse du grand tambour, proportion de fibres thermoplastiques, nombre de passages, densité d'alimentation et ouvrison des fibres, ont été sélectionnés pour leur influence sur l'individualisation, la conservation de la longueur et l'orientation des fibres dans le voile obtenu. La combinaison de ces paramètres permet d'évaluer différentes conditions de transformation de la matière par cardage à l'échelle laboratoire.

Ce chapitre présente les effets de ces paramètres en deux parties. Une première partie est consacrée aux propriétés morphologiques à l'échelle fibre et voile, en particulier la longueur, l'orientation et l'homogénéité, mesurées selon les méthodes présentées au chapitre 2. Une seconde partie traite des propriétés mécaniques des fibres individuelles extraites des voiles, obtenues par essais de traction unitaire selon la norme NF ISO 11566. L'analyse repose sur les valeurs moyennes, médianes, écarts-types sans modélisation statistique. Dans ce chapitre, une étude est également consacrée à la complaisance du banc de traction ainsi qu'aux conditions d'échantillonnage mises en œuvre pour ces essais. Enfin, afin d'explorer certains phénomènes observés sur les données de traction après cardage, des essais de traction cyclique ont également été réalisés, à l'échelle des fibres unitaires.

Ces essais et leurs résultats permettent de décrire les effets du procédé sur la matière, et d'identifier les tendances observées sur les propriétés selon les configurations testées.

3.1. Plan d'expérience pour la production de voiles en fibre de carbone recyclées

Un plan d'expérience a été établi pour étudier l'effet de plusieurs paramètres de cardage sur les fibres de carbone recyclées. Initialement seuls trois paramètres avaient été considérés pour leur influence sur l'individualisation des fibres et la structuration du voile : la proportion massique de fibres recyclées dans le mélange avec les fibres de PP, introduit en entrée de la cardé (de M50 à M100), le nombre de passages dans la cardé (1 à 3), et la vitesse du grand tambour (V1 ou V2). Ces paramètres avaient été choisis pour leur influence sur l'individualisation des fibres et la structuration du voile. Chaque configuration

correspond à une combinaison de paramètres définis selon les contraintes machine et des observations préliminaires.

Le paramètre de mélange (M) correspond à la proportion massique de FCr dans le mélange avec des fibres de PP. Quatre niveaux de mélange ont été définis : M50, M70, M85 et M100. Le nombre de passages P correspond au nombre total de fois où une même population de fibres est introduite dans la carde. Après un premier passage, le voile obtenu est ensuite séparé en plusieurs paquets de fibres. Ces paquets sont ensuite réintroduits sur le tapis d'alimentation de la carde pour réaliser un second, et éventuellement un troisième passage. A V1, la vitesse du grand tambour est de 55 tours par minute, et celle des travailleurs de 184 tours par minute. A V2, ces vitesses atteignent respectivement 84 tours par minute et 243 tours par minute, ce qui correspond à une augmentation de la vitesse de cardage d'environ 30 %.

Au cours du projet, d'autres paramètres ont été introduits, notamment la densité d'alimentation (densité basse : DB, densité élevée : DE) et le mode d'ouvroison des fibres (ouvroison avec une ouvreuse : O, non-ouverte : NO). Leur ajout a élargi le plan d'expérience en multipliant les combinaisons possibles. Il n'était toutefois pas envisageable de toutes les tester, en raison des limites liées au temps d'essai, et à la nécessité de maintenir un nombre suffisant d'essais pour chaque paramètre.

La différence entre les conditions DB et DE correspond à un doublement de la masse de fibres en mélange introduite dans la carde, répartie sur une longueur d'alimentation divisée par deux par rapport à l'alimentation DB. La masse déposée sur le tapis d'alimentation passe de 20 g (DB) à 40 g (DE), sur une longueur réduite de moitié. Cette configuration amène à quadrupler la densité linéique d'alimentation, soit une augmentation de 300 % en entrée de carde par rapport à DB. Pour les deux niveaux d'ouvroison, NO correspond à une séparation manuelle des faisceaux de fibres. O correspond à une ouvroison mécanique réalisée par passage dans une ouvreuse, ce qui favorise donc davantage l'ouverture des faisceaux de fibres et leur traitement par la carde. La Figure 3.1 illustre les différences entre les deux niveaux de densité d'alimentation et d'ouvroison des fibres.



Figure 3.1 : Différence entre DB et DE sur le tapis d'alimentation de la carde (gauche), et les différents niveaux d'ouvroison (droite)

Pour compléter le plan d'expérience et éviter de sélectionner des essais redondants, l'indice de Jaccard a été utilisé [140]. Il compare deux configurations du plan d'expérience en calculant le rapport entre le nombre de paramètres identiques et le nombre total de paramètres considérés. Il vaut 1 lorsque

deux configurations sont identiques, et 0 lorsqu'elles ne partagent aucun paramètre. Ce critère a permis de quantifier la proximité avec des essais déjà réalisés, et éviter ainsi de refaire des essais très proches, dans leur configuration de paramètres, selon cet indice.

Dix configurations de voiles ont ainsi été testées, en veillant à couvrir l'ensemble des paramètres sans répétition excessive. La matrice correspondant au plan d'expérience, présentée en Figure 3.2 résume les paramètres considérés dans chaque essai.

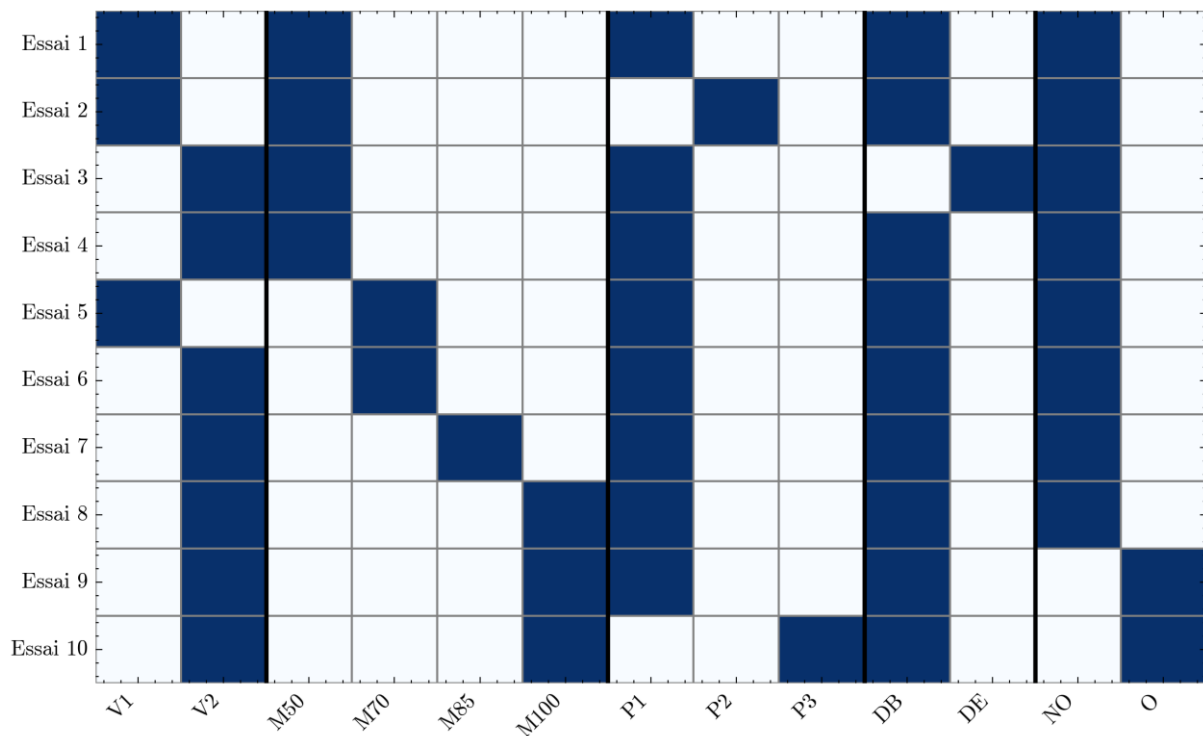


Figure 3.2 : Paramètres testés et configurations du plan d'expérience

3.2. Propriétés morphologiques des fibres et voiles en fibres de carbone recyclées

Cette section présente l'évolution des propriétés morphologiques des fibres et des voiles en fonction des paramètres de cardage utilisés dans le plan d'expérience. Quatre caractéristiques sont étudiées : l'homogénéité massique du voile, la longueur des fibres après cardage, l'orientation des fibres au sein des voiles et le diamètre unitaire. L'homogénéité massique est évaluée par le coefficient de variation des masses mesurées sur des tranches successives prélevées dans le voile conformément au protocole décrit dans le chapitre 2. Un ratio de masse récupérée après cardage est défini en comparant la masse totale de fibres introduites à la masse effectivement collectée en sortie de machine. La longueur des fibres avant et après cardage est mesurée individuellement selon le protocole décrit au chapitre 2, et l'orientation des fibres au sein des voiles, est déduite par analyse d'images polarisées. L'ensemble des

résultats est présenté par type de propriété afin de distinguer les effets de chaque paramètre sur les différentes propriétés morphologiques. Les tendances observées sont ensuite complétées par une analyse de variance pour évaluer la significativité des écarts constatés.

3.2.1. Masse et homogénéité des voiles produits

3.2.1.1. Masse collectée et transfert de matière dans la carte

La masse totale de fibres transférée dans le voile a été mesurée pour chaque paramètre de cardage. Chaque voile a été pesé trois fois immédiatement après sa formation, et une masse moyenne est calculée à partir de ces trois valeurs. Les masses introduites étant différentes d'un essai à l'autre selon DB ou DE, l'analyse repose sur le ratio entre la masse moyenne du voile obtenu et la masse en entrée de carte (\bar{m}/m_e). Ce rapport permet d'évaluer la quantité de matière restituée dans le voile pour les différentes conditions de cardage.

Les résultats obtenus sont présentés dans le Tableau 3.1. Chaque configuration a donné lieu à la production d'un seul voile. Les variations observées pour la masse sont donc considérées comme des indications de l'effet des paramètres testés.

Tableau 3.1 : Résultat des pesées des voiles et ratio de matière conservée après cardage

Essai	m_1 (g)	m_2 (g)	m_3 (g)	\bar{m} (g)	\bar{m}/m_e
V1_M50_P1_DB_NO	17,67	17,67	17,68	17,67	0,884
V2_M50_P1_DB_NO	17,86	17,9	17,88	17,88	0,894
V2_M85_P1_DB_NO	17,91	17,91	17,93	17,92	0,896
V1_M50_P2_DB_NO	17,42	17,43	17,42	17,42	0,871
V1_M70_P1_DB_NO	18	18,01	18,01	18,01	0,900
V2_M70_P1_DB_NO	17,84	17,82	17,83	17,83	0,892
V2_M50_P1_DE_NO	36,48	36,51	36,52	36,50	0,913
V2_M100_P1_DB_NO	18,67	18,67	18,68	18,67	0,934
V2_M100_P1_DB_O	18,72	18,71	18,72	18,72	0,936
V2_M100_P3_DB_O	16,86	16,88	16,88	16,87	0,844

Une perte de matière est observée dans tous les cas. Certaines fibres, en particulier les plus courtes, peuvent tomber de machine pendant le cardage. D'autres restent accrochées aux garnitures des travailleurs ou du grand tambour et ne sont pas collectées. Le ratio mesuré reste donc toujours inférieur à 1. Pour les configurations réalisées à densité d'alimentation basse (DB), les masses collectées en sortie de carte sont comprises entre 16,87 et 18,72 g, relativement aux 20 g introduits en entrée. Pour la configuration V2_M50_P1_DE_NO réalisée à densité d'alimentation élevée (DE), la masse de voile obtenue est de 36,5 g, pour une masse initialement alimentée en entrée machine de 40 g.

Une analyse de variance ANOVA a été réalisée pour évaluer l'effet de chaque paramètre de cardage sur le ratio de masse conservé. Pour cela, un test de Fisher est utilisé, il compare la variation des valeurs entre les groupes définis par un paramètre à la variation observée à l'intérieur de ces groupes. La p-valeur du test obtenue permet de déterminer si les écarts observés peuvent être considérés comme significatifs. Si cette p valeur est inférieure à 0,05, on considère que le paramètre a un effet significatif. Les p-valeurs sont indiquées en haut de chaque graphique dans la Figure 3.3, qui montre la moyenne du ratio de masse conservée pour chaque paramètre.

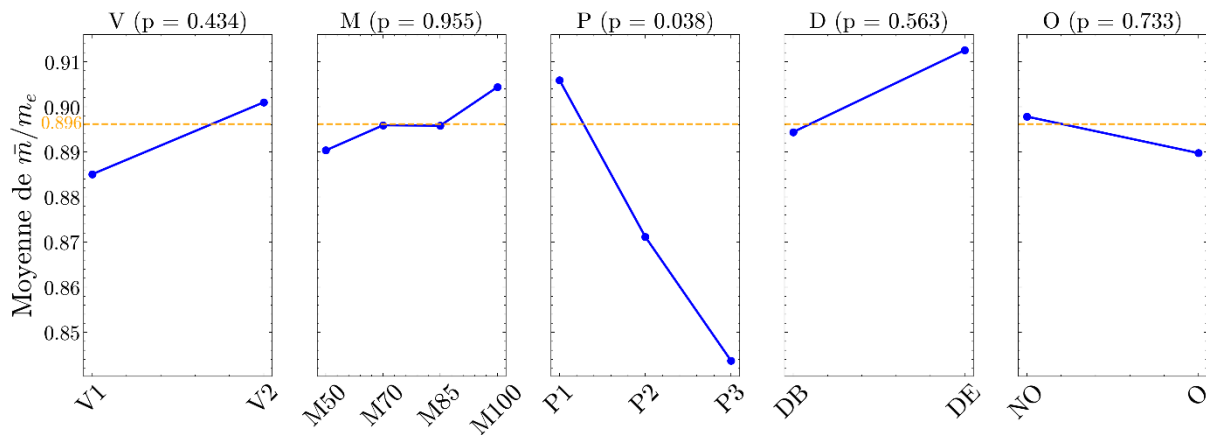


Figure 3.3 : Effet des paramètres de cardage sur le ratio masse moyenne des voiles / masse en entrée de carte, avec indication des p-valeurs associées à l'analyse des variances

Le nombre de passages est le paramètre principal qui influence le ratio de masse récupérée. L'analyse réalisée sur l'ensemble des données montre un effet significatif du nombre de passages ($p = 0,038 < 0,05$), indiquant que chaque passage supplémentaire entraîne une augmentation progressive de perte de matière. À chaque passage, certaines fibres restent accrochées aux garnitures ou sont perdues au cours du cardage, réduisant progressivement la quantité de matière collectée en sortie.

L'analyse de variance réalisée sur l'ensemble des données ne met pas en évidence d'effet significatif des autres paramètres sur le ratio de masse récupérée. Toutefois, le nombre de passages pouvant interagir avec les autres paramètres de cardage, une analyse complémentaire a été réalisée en limitant les données aux configurations à un seul passage (P1). Ce qui permet d'étudier indépendamment l'effet des autres paramètres sans interaction avec le nombre de passages, présenté en Figure 3.4.

Sur la vitesse, aucune différence significative n'est observée sur l'ensemble des données ($p = 0,434$), ni après limitation à P1 ($p = 0,277$). Les ratios sont toutefois plus élevés à V2 par rapport à V1. Cette différence peut s'expliquer par la configuration des essais à V1, réalisés uniquement avec des taux élevés de fibres thermoplastiques (M50 et M70), ce qui peut entraîner davantage de pertes de matière pendant le cardage en raison d'une accumulation de fibres de PP frisées plus importantes sur les garnitures de la carte.

Pour le mélange, la p-valeur calculée sur l'ensemble des données est de 0,955. Après restriction des données à P1, la p-valeur diminue et atteint $p = 0,054$. Cette valeur reste au-dessus du seuil de

significativité mais indique néanmoins une tendance à l'augmentation du ratio lorsque la proportion de fibres de carbone recyclées augmente de M50 à M100. De façon similaire, le fait de restreindre l'analyse à P1 diminue aussi la p-valeur pour l'ouvrison, qui passe de 0,733 à 0,103, sans que cela ne permette néanmoins de conclure à un effet significatif.

Enfin, concernant la densité d'alimentation, après restriction aux essais à un seul passage, la p-valeur reste élevée à 0,746.

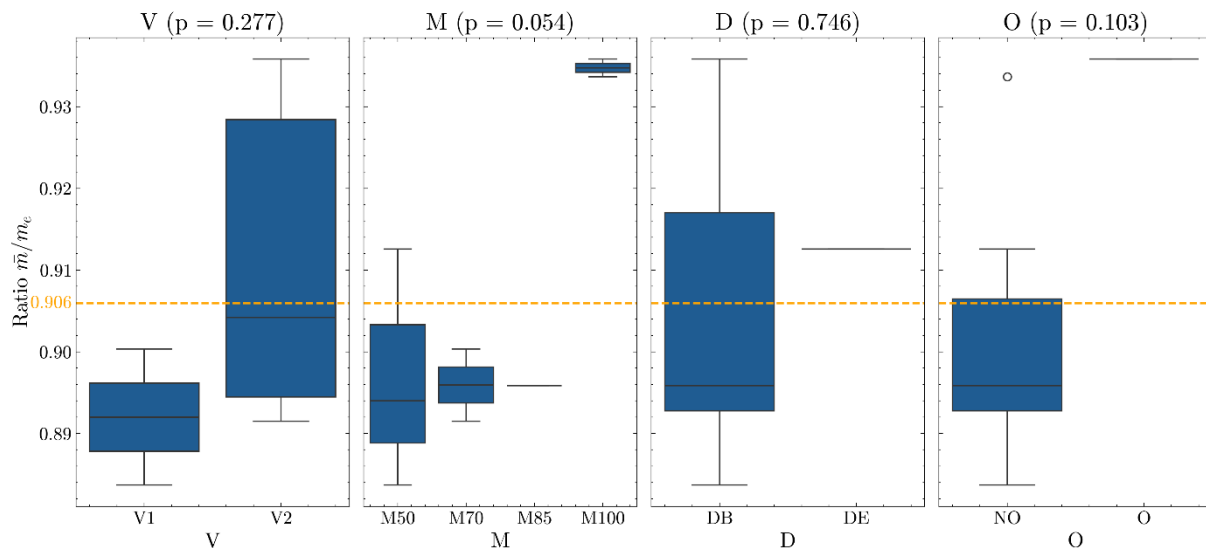


Figure 3.4 : Effet des paramètres de cardage sur le ratio de masse récupérée moyen à partir des essais réalisés à un seul passage (P1)

En résumé, le nombre de passages est le principal paramètre qui affecte la quantité de matière conservée après cardage. Les autres paramètres étudiés n'ont pas montré d'effet significatif dans les conditions testées, bien que certaines tendances soient observées pour le taux de mélange et la densité. Ces résultats montrent la nécessité de trouver un compromis entre l'individualisation et l'homogénéisation des fibres, favorisées par l'augmentation du nombre de passages, et les pertes de matière qui en découlent.

3.2.1.2. Homogénéité massique du voile

Pour la mise en forme de fibres de carbone recyclées destinées à des applications techniques, entre autres, il est important de caractériser la répartition de la matière dans la structure. L'homogénéité massique du voile permet d'évaluer la régularité du dépôt de fibres le long du voile, en lien avec les paramètres du procédé de cardage.

L'homogénéité est évaluée à partir des variations de masse mesurées sur des tranches successives de 10 cm de longueur, découpées dans le sens de production. Trois tranches sont prélevées sur chaque voile et pesées individuellement. Pour chaque tranche, l'écart relatif δ_h est calculé par

comparaison avec une masse de référence correspondant à une répartition parfaitement homogène. Il peut être positif ou négatif selon que la masse locale est supérieure ou inférieure à cette référence, δ_h négatif indique une perte locale de matière, tandis qu'un δ_h positif reflète un excès de matière par rapport à $m_{tranche_h}$.

La masse $m_{tranche_h}$ est obtenue en rapportant la masse totale mesurée du voile en sortie de carte d'une longueur totale de 125 cm, à une longueur de tranche de 10 cm, comme décrit dans le chapitre 2.

Pour chaque voile, l'amplitude d'irrégularité massique A_i est ensuite calculée comme la différence entre la valeur maximale et la valeur minimale des écarts relatifs observés sur les trois tranches de chaque voile i avec $A_i = \max(\delta_h(i)) - \min(\delta_h(i))$. Cet indicateur indique la variation maximale de répartition de matière le long du voile. Les valeurs de masse, d'écart relatif et d'amplitude des différentes configurations de voile testées sont présentées dans le Tableau 3.2.

Tableau 3.2 : Résultats des mesures d'homogénéité massique sur les voiles

Essai	$m_{tranche_h}$	m_1 (g)	m_2 (g)	m_3 (g)	δ_{h_1} (%)	δ_{h_2} (%)	δ_{h_3} (%)	A (%)
V1_M50_P1_DB_NO	1,41	1,22	1,4	1,31	-13,70	-0,96	-7,33	12,73
V2_M50_P1_DB_NO	1,43	1,37	1,32	1,3	-4,22	-7,72	-9,12	4,89
V2_M85_P1_DB_NO	1,43	1,29	1,32	1,53	-10,02	-7,92	6,72	16,74
V1_M50_P2_DB_NO	1,39	1,28	1,38	1,18	-8,15	-0,98	-15,33	14,35
V1_M70_P1_DB_NO	1,44	1,17	1,38	1,66	-22,96	-4,22	15,21	38,17
V2_M70_P1_DB_NO	1,43	1,57	1,39	1,43	10,07	-2,55	0,25	12,62
V2_M50_P1_DE_NO	2,92	2,63	2,68	2,88	-9,93	-8,22	-1,37	8,56
V2_M100_P1_DB_NO	1,49	1,53	1,52	1,27	2,44	1,77	-14,97	17,41
V2_M100_P1_DB_O	1,5	1,52	1,46	1,27	1,50	-2,51	-15,20	16,69
V2_M100_P3_DB_O	1,35	1,3	1,47	1,32	-3,68	5,22	-2,19	8,89

Sur l'ensemble des échantillons, les écarts relatifs δ_h calculés sur les tranches individuelles varient entre -22,96 % et 15,21 % par rapport à la masse homogène $m_{tranche_h}$. Les amplitudes d'irrégularité massique obtenues sont quant à elles comprises entre 4,9 % et 38,17 %, avec une valeur moyenne de 15,1 % sur l'ensemble des voiles. La Figure 3.5 présente, pour chaque paramètre de cardage, la moyenne des amplitudes calculées sur les différentes configurations testées.

Une diminution de l'amplitude est observée entre certaines conditions, notamment entre V1 et V2. Cependant, cette évolution est influencée par la présence d'un échantillon (V1_M70_P1_DB_NO) présentant une amplitude d'irrégularité massique particulièrement élevée, ce qui augmente la moyenne associée à V1 et à M70. Pour évaluer si ces écarts peuvent être considérés comme significatifs, une analyse de variance a également été réalisée. Les p-valeurs associées à tous les paramètres testés sont supérieures à 0,1 (Figure 3.5) ce qui indique qu'aucun effet n'est statistiquement significatif. L'amplitude mesurée semble donc découler principalement de la variabilité issue d'un dépôt manuel des

fibres en entrée de machine. Dans ces conditions, aucun réglage machine n'a permis de réduire significativement l'irrégularité de répartition de la matière sur la longueur du voile. En ce sens, des essais complémentaires pourraient être menés en automatisant l'alimentation en entrée de carte. Cette variabilité est, par ailleurs, généralement compensée dans les procédés de filature par des opérations de doublage et d'étirage réalisées sur les voiles ou les rubans après cardage.

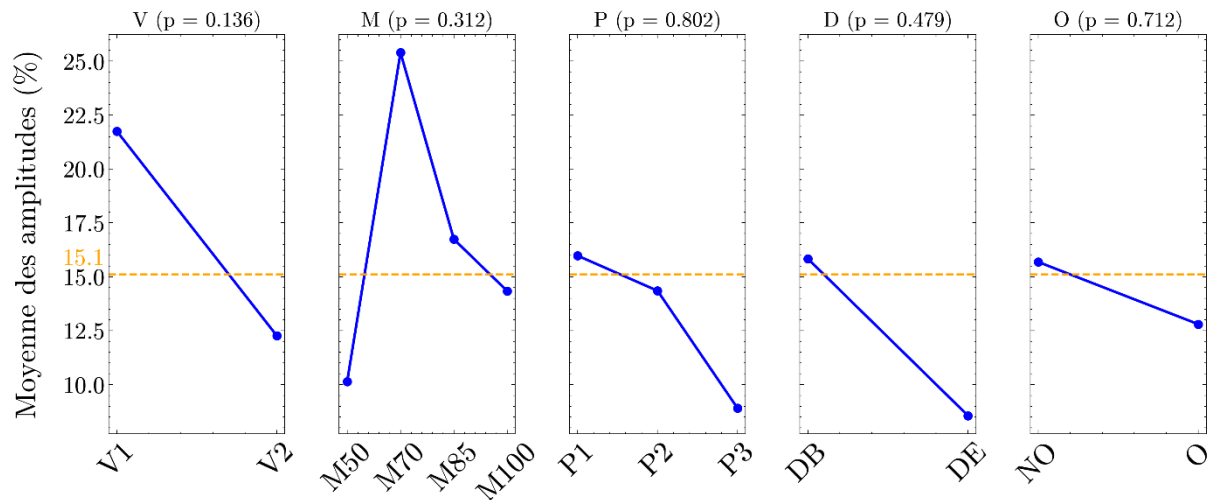


Figure 3.5 : Effet des paramètres de cardage sur la moyenne des amplitudes, avec indication des p-valeurs associées à l'analyse des variances

3.2.2. Longueurs des fibres de carbone avant et après cardage

La longueur des fibres a été mesurée sur des fibres extraites des voiles après cardage, à partir d'images scannées d'échantillons dont le protocole de préparation et de mesure est présenté dans le Chapitre 2. Pour chaque configuration de voile les longueurs de 150 fibres ont été mesurées manuellement. L'incertitude associée à ces mesures est de ± 3 mm par configuration.

La Figure 3.5 présente les distributions cumulées décroissantes de longueur pour plusieurs lots indiqués en légende de cette figure, avant et après cardage. Les courbes des lots initiaux avant cardage (NO et O) sont celles les plus décalées vers les hautes valeurs, ce qui reflète la présence de fibres plus longues que dans les voiles cardés. Le lot NO montre une dispersion plus marquée dans les grandes longueurs, tandis que la décroissance est plus régulière dans le lot O. En revanche, la proportion de fibres courtes (< 15 mm) semble plus faible dans O, les données passant plus tardivement en dessous de 15 mm. Après cardage, toutes les courbes se décalent vers les faibles longueurs, et la décroissance devient plus régulière, ce qui montre une répartition des longueurs avec une présence moins importante de fibres très longues. L'effet du nombre de passages est particulièrement marquant. La configuration à trois passages (V2_M100_P3_DB_O) montre une décroissance rapide, avec une proportion importante de fibres inférieures à 30 mm. Cette configuration est également celle qui affiche la plus faible médiane (valeur à 50 %).

Les distributions permettent aussi de visualiser les effets du mélange. Les configurations incluant des fibres thermoplastiques (M70 et M85) se situent au-dessus de M100, ce qui indique une conservation des fibres les plus longues. Toutefois, les écarts entre les configurations M70, M85 et M100 sont plus réduits que ceux induits par le nombre de passages.

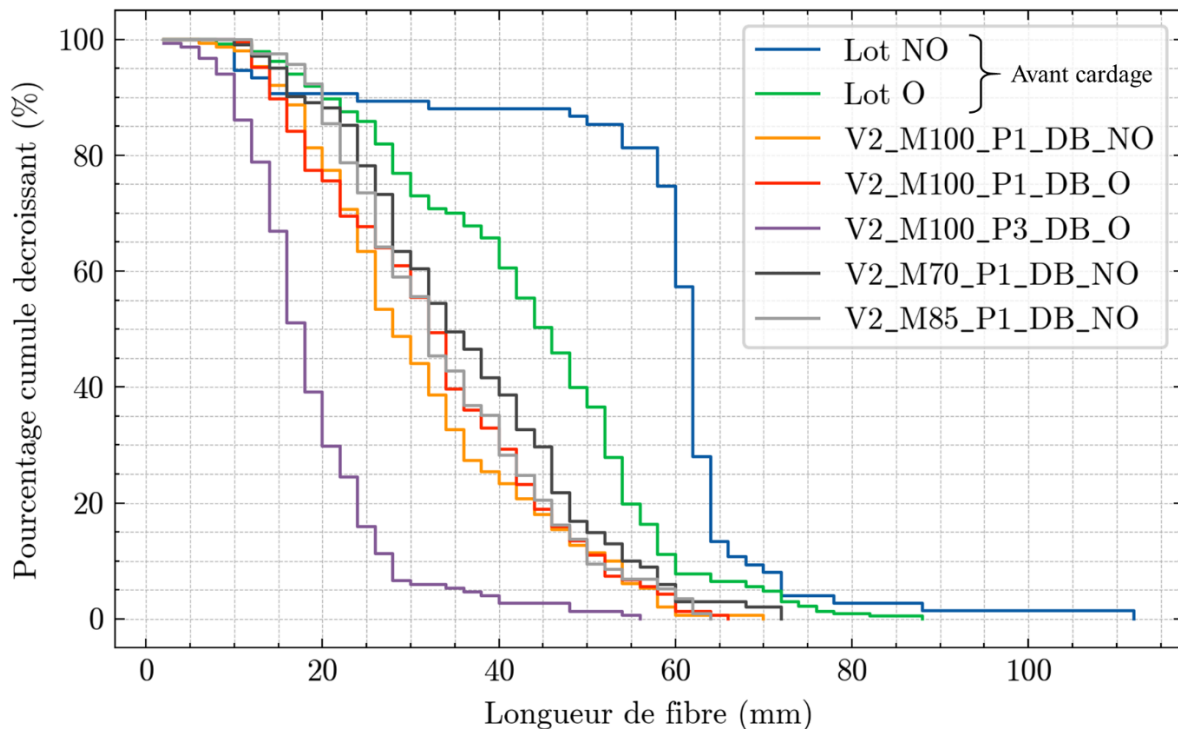


Figure 3.6 : Distributions cumulées décroissantes des longueurs de fibres mesurées avant et après cardage, pour différentes configurations de cardage

Le Tableau 3.3 : Paramètres statistiques des longueurs de fibres mesurées avant et après cardage pour chaque configuration. Tableau 3.3 regroupe les indicateurs statistiques correspondant aux distributions de la Figure 3.5.

Avant cardage la médiane est de 61,4 mm pour le lot NO contre 44,0 mm pour le lot O, un écart significatif en tenant compte de l'incertitude. La longueur moyenne suit la même tendance. La dispersion est plus forte dans le lot O, avec un coefficient de variation de 37,2 %, contre 31,2 % pour NO. Cependant, la proportion de fibres inférieures à 15 mm, utilisée ici comme seuil pour définir les fibres courtes, est plus faible dans le lot O (5,2 %) que dans le lot NO (9,3 %). Cette différence est attribuable à la présence, dans le lot NO, de faisceaux coupés autour de 10 mm, absents dans le lot O. Le seuil de 15 mm ne fait pas l'objet d'un consensus dans la littérature, il a été retenu ici pour identifier les fibres les plus courtes, en cohérence avec une longueur initiale moyenne de l'ordre de 60 mm. La différence entre les deux lots s'explique par l'ouvrison préalable appliquée au lot O, qui facilite le cardage et le mélange, mais qui induit des sollicitations préalables au cardage pouvant réduire la longueur des fibres.

L'ouvrison modifie légèrement les distributions de longueur, à conditions de cardage identiques. Pour un même taux de fibres recyclées et un passage unique, la médiane mesurée est plus

Chapitre 3 : Influence du procédé de cardage sur les propriétés morphologiques et mécaniques des fibres de carbone recyclées

élevée dans le lot O que dans le lot NO, tandis que la proportion de fibres inférieures à 15 mm est également plus importante.

Tableau 3.3 : Paramètres statistiques des longueurs de fibres mesurées avant et après cardage pour chaque configuration.

Essai	Moyenne (mm)	Médiane (mm)	CV (%)	Moyenne moitié supérieure (mm)	Indice de fibres courtes (%)
Lot NO	56,39	61,36	31,16	65,50	9,33
Lot O	42,22	44,02	37,17	54,78	5,15
V2_M100_P1_DB_NO	30,22	27,57	43,41	40,71	8,00
V2_M100_P1_DB_O	31,64	31,49	42,84	42,78	12,80
V2_M100_P3_DB_O	17,78	16,05	48,18	23,54	39,74
V2_M70_P1_DB_NO	35,41	33,24	39,00	46,65	9,90
V2_M85_P1_DB_NO	33,07	30,97	37,59	43,12	3,42

Le nombre de passages dans la carte modifie de façon plus marquée la distribution des longueurs. Pour une même configuration de voile, une réduction de la médiane de près de moitié est observée entre un et trois passages. Le taux de fibres courtes augmente fortement, atteignant près de 40 % après trois passages. La dispersion augmente également. Une évolution comparable est rapportée par Manis et al. [6], avec une diminution de la longueur moyenne lorsque le nombre de paires de travailleurs/dépouilleurs est augmenté, ainsi qu'une baisse du pourcentage de fibres supérieures à 30 mm, qui est une métrique choisie dans leur étude.

L'ajout de fibres thermoplastiques modifie également les longueurs mesurées après cardage. À un passage et pour un lot NO, la médiane augmente légèrement avec la part de fibres thermoplastiques, tandis que la proportion de fibres courtes diminue. Cet effet reste faible, mais indique un effet de la présence de fibre thermoplastique sur la conservation des longueurs de fibres. Dans l'étude de Manis et al. [6], la perte de longueur est moins marquée lorsque des fibres thermoplastiques, de polyamide dans l'étude, sont ajoutées.

La dispersion des longueurs augmente cependant dans toutes les configurations après cardage. Dans les lots initiaux, elle reste inférieure à celle estimée dans les fibres extraites des voiles cardés, mais dépasse 43 % dans l'ensemble des voiles, avec un maximum supérieur à 48 % après trois passages. Cette dispersion peut impacter la régularité et les propriétés des structures obtenues, en particulier lorsque celles-ci sont destinées à des étapes de transformation en composite. Ces résultats devront être confirmés par un autre protocole de mesure.

Ainsi, la réduction de la longueur des fibres après cardage dépend avant tout du nombre de paires de travailleurs/dépouilleurs, simulé ici par une augmentation du nombre de passes de la matière dans la machine. L'ajout de fibres thermoplastiques permet de modérer partiellement les réductions de longueur, sans toutefois modifier de façon significative l'ordre de grandeur des longueurs mesurées. Les tendances observées sont cohérentes avec celles rapportées dans la littérature, malgré des différences de matières, de configurations expérimentales et de méthode de mesure.

Une analyse de variance a été réalisée sur les longueurs de fibres pour les trois paramètres impactant sur ces longueurs. L'ouvroison n'a pas conduit à une différence significative de longueur moyenne entre les deux lots comparés. Le nombre de passages a au contraire un effet significatif ($p < 0,0001$), ce qui confirme la diminution des longueurs observée. Un effet significatif est également observé pour le taux de fibres recyclées ($p = 0,0085$), avec une variation mesurée entre M70, M85 et M100.

L'effet de paramètres tels qu'une densité d'alimentation élevée DE ou de la réduction de la vitesse de cardage V1 n'a pas pu être évalué ici en ce qui concerne la longueur des fibres. Ces paramètres seront étudiés dans des travaux futurs.

3.2.3. Diamètre des fibres avant et après cardage

Le diamètre des fibres a été mesuré avant les essais de traction, selon le protocole présenté au Chapitre 2. Pour chaque fibre, cinq mesures ont été réalisées sur la section longitudinale, et leur moyenne a été utilisée pour calculer la section transversale avec l'hypothèse de section circulaire. Les valeurs moyennes et les écarts-types de ces diamètres par configuration de voile sont indiqués dans le Tableau 3.7 et représentés Figure 3.7.

Les lots initiaux présentent une différence, avec un diamètre moyen de $7,46 \mu\text{m}$ pour le lot NO et de $7,16 \mu\text{m}$ pour le lot O. Cet écart se retrouve dans les fibres extraites des voiles issus de ces lots, avec des diamètres généralement plus faibles pour les fibres ayant subi une étape d'ouvroison. Les écarts restent toutefois contenus dans la plage de variation observée au sein de chaque configuration de voile. Les écarts-types allant de $0,25$ à $0,54 \mu\text{m}$. Aucun effet direct de l'ouvroison sur le diamètre ne peut être conclu à ce stade, mais des observations par microscopie électronique à balayage pourraient permettre de le vérifier.

Une analyse de variance a mis en évidence des différences significatives entre certaines conditions de cardage, notamment pour la proportion de fibres recyclées ($p = 0,039$) et la densité d'alimentation ($p = 0,020$). Aucune différence significative n'a été relevée pour la vitesse du grand tambour ($p = 0,20$), le nombre de passages dans la carde ($p = 0,32$) ou l'ouvroison ($p = 0,06$). Les valeurs mesurées sont proches entre les configurations testées, et les écarts autour de la moyenne restent faibles, généralement inférieurs à $0,3 \mu\text{m}$.

Ces résultats montrent que, bien que certaines différences soient détectées avec l'analyse des variances des configurations de voile, elles ne peuvent pas être reliées de manière claire à un paramètre de cardage. Les écarts de diamètre observés entre conditions restent faibles et proches des écarts-types mesurés au sein de chaque lot. Ils peuvent s'expliquer en grande partie par la variabilité inter-échantillon et par les incertitudes associées aux mesures manuelles. Dans l'ensemble, les diamètres mesurés varient peu d'un essai à l'autre. Le diamètre reste stable entre les configurations testées et dans la limite des écarts-types mesurés.

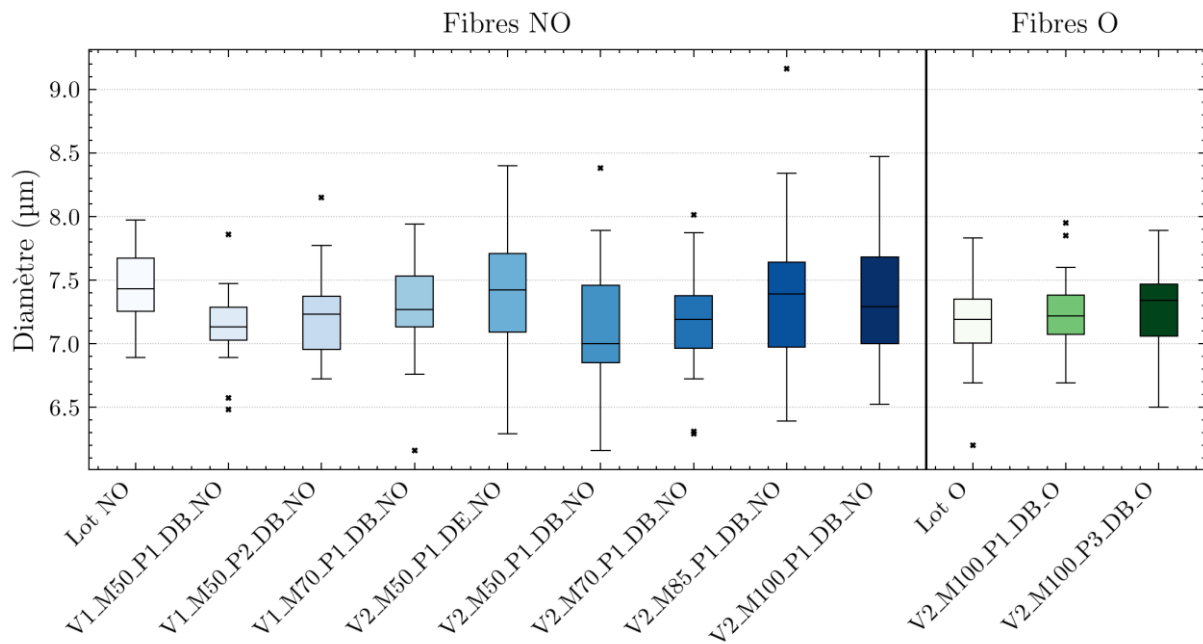


Figure 3.7 : Évolution du diamètre des fibres selon les configurations de cardage, les valeurs extrêmes en dehors des intervalles interquartiles sont représentées par une croix.

3.2.4. Orientation des fibres dans les voiles cardés avant et après étirage

Au cours de ces travaux, plusieurs essais ont été menés pour la caractérisation de l'orientation des fibres dans les voiles cardés. L'objectif était d'obtenir une mesure à l'échelle de la fibre individuelle, et non à l'échelle macroscopique. Différentes approches ont été testées, comme orientation locale par gradient et la transformée de Fourier, à l'aide du module Directionality du logiciel Fiji [141], puis analyse d'images obtenues par caméra polarisée présentée dans le chapitre 2. Les essais réalisés avec les deux premières méthodes ont mis en évidence plusieurs limites. Les résultats dépendaient du traitement de l'image, en particulier du contraste et du seuil appliqué. L'analyse par gradient local donnait des résultats corrects lorsque les fibres étaient bien séparées. En revanche, dès que les fibres étaient sous forme de faisceaux, la méthode détectant principalement les contours, l'orientation mesurée correspondait alors à celle du bord du faisceau, sans prendre en compte les fibres à l'intérieur. L'information obtenue ne reflétait donc pas l'orientation de la totalité des fibres présentes dans le faisceau.

Pour ces raisons, une autre méthode a ensuite été développée à partir d'une caméra polarisée, comme présenté au chapitre 2. Cette approche a été introduite tardivement dans le projet, ce qui ne permet pas encore d'avoir une série complète de mesures d'orientations sur tous les voiles du plan d'expérience. Les résultats présentés ici correspondent à une phase de calibration de la méthode, en cours de validation.

Pour cette première série d'essais, deux voiles V2_P1_M50 ont été utilisés, l'un directement après cardage, l'autre après passage dans le banc d'étirage développé pendant ces travaux et présenté au chapitre 1 section 1.5.3.3. L'objectif était de vérifier si la méthode permettait de détecter une différence

d'orientation visible, l'étirage étant une étape qui permet d'améliorer l'alignement des fibres. Si la méthode permet déjà de détecter ces changements d'orientation, elle pourra ensuite être appliquée à l'analyse des effets des paramètres de cardage. Chaque image est traitée pour obtenir deux informations : l'orientation locale des fibres (AoLP) et le degré de polarisation (DoLP). Le DoLP indique, pour chaque pixel, à quel point la lumière est polarisée. Une valeur proche de 1 correspond à un degré de polarisation élevé.

Les images ont été prises avec un montage comprenant un filtre polarisant placé sous l'échantillon. Ce filtre crée un fond fortement polarisé, avec une direction bien définie. L'objectif était de pouvoir utiliser ce fond comme référence, puis de le supprimer par traitement d'image en filtrant les zones à fort DoLP. Le traitement des images a été réalisé par un script Python développé au laboratoire, permettant d'automatiser le prétraitement des images, le filtrage et le calcul de l'AoLP et du DoLP. La Figure 3.8 montre les images traitées issues d'un échantillon de voile après étirage.

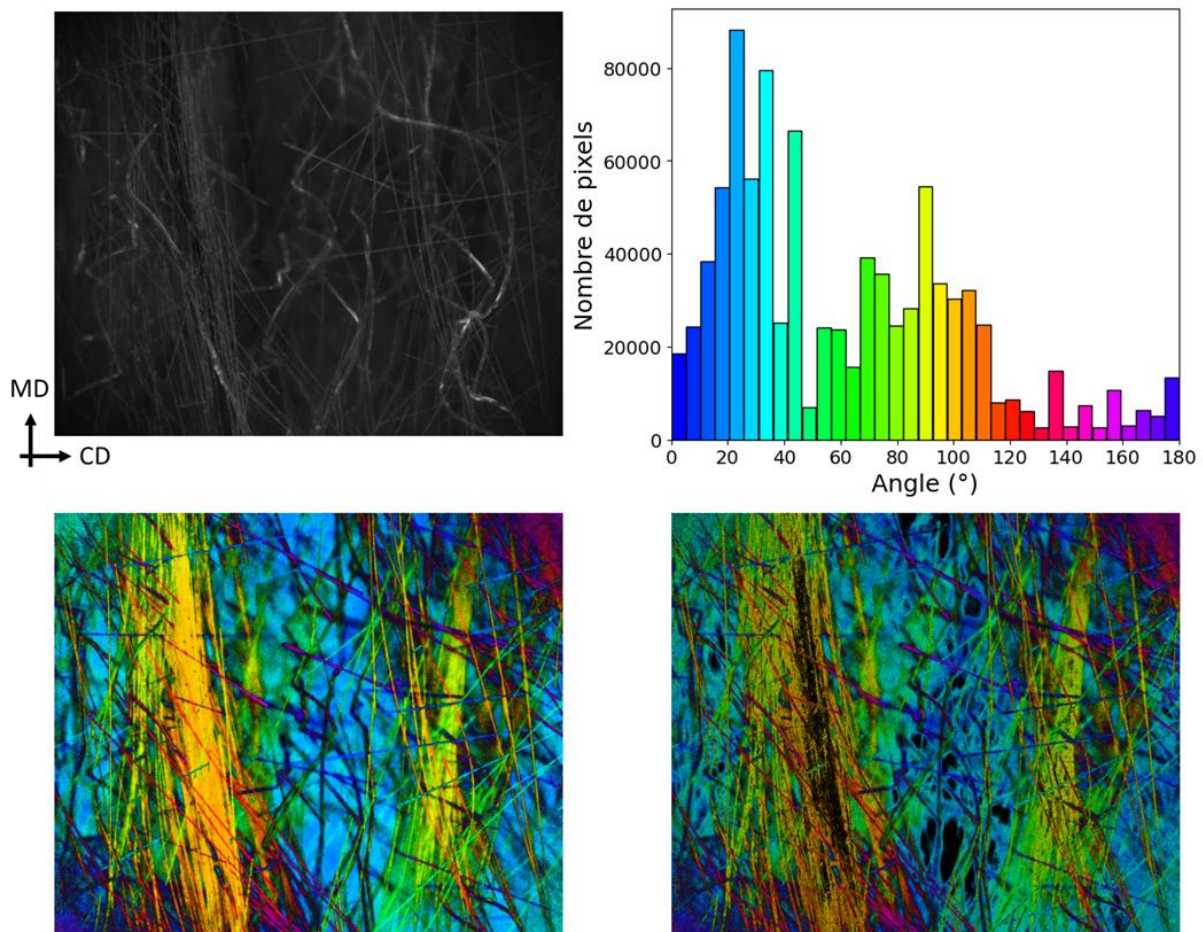


Figure 3.8 : Analyse d'orientation par polarisation, voile cardé après étirage

L'image brute (en haut à gauche, Figure 3.8) montre l'image de l'échantillon de voile prise par la caméra polarisée. En bas à gauche de la Figure 3.8, la carte d'orientation AoLP est représentée en couleur. La valeur du DoLP est utilisée pour régler la luminosité de chaque pixel, ce qui permet de faire apparaître

plus clairement les zones fortement ou faiblement polarisées. En bas à droite de la Figure 3.8, seuls les pixels dont le DoLP est inférieur à 0,5 sont conservés afin de supprimer le fond polarisé et de ne conserver que les zones supposées correspondre aux fibres. L’histogramme (en haut à droite, Figure 3.8) montre la répartition des angles mesurés dans l’image filtrée.

Le fond polarisé n’est pas complètement éliminé par ce filtrage, ce qui montre qu’un travail complémentaire est nécessaire pour améliorer le traitement du fond dans les images. L’objectif est ensuite de vérifier si la méthode permet de faire apparaître une différence d’orientation entre les voiles avant et après étirage.

La Figure 3.9 montre les orientations mesurées par caméra polarisée sur un voile cardé avant étirage.

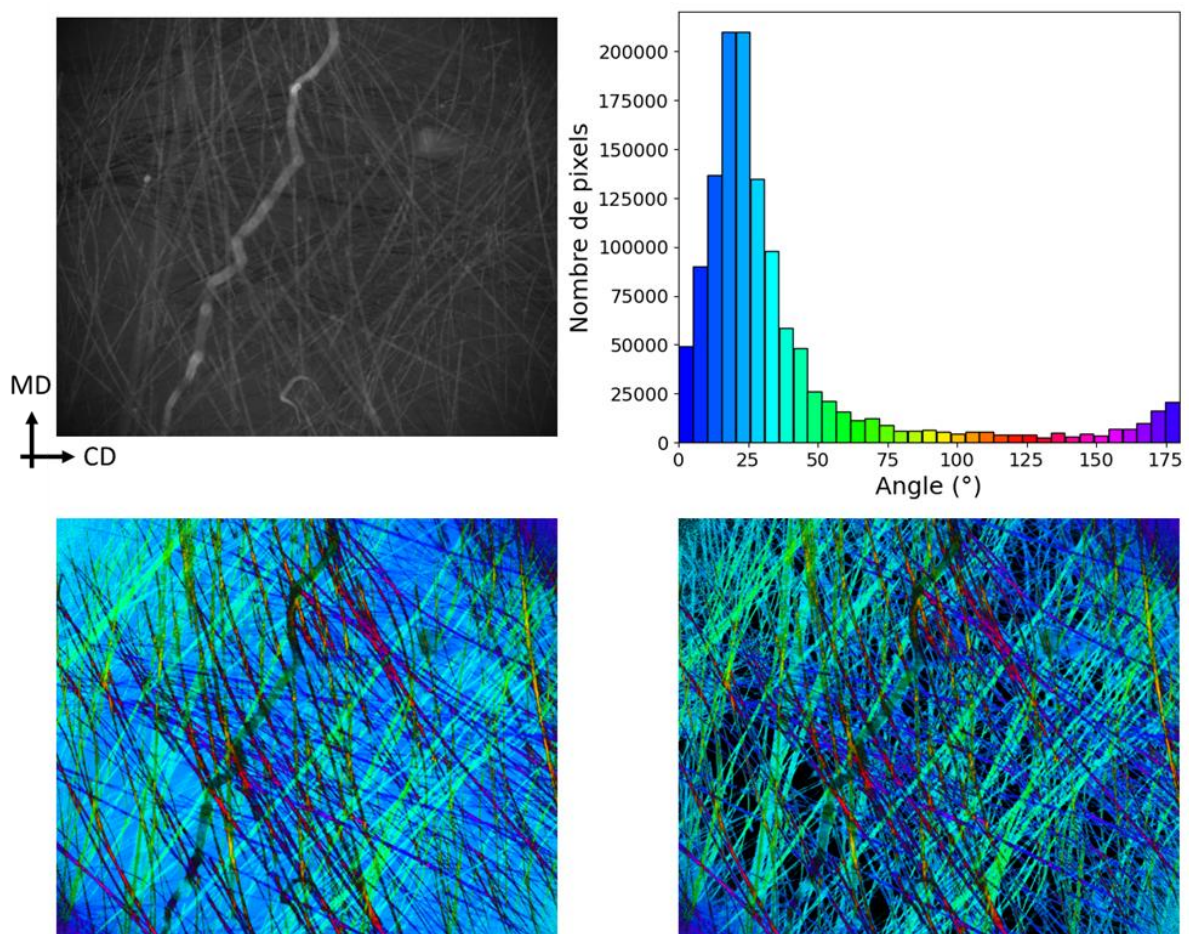


Figure 3.9 : Analyse de l'orientation par polarisation, voile cardé avant étirage

De façon similaire, le filtrage masque une partie du fond de l’image, mais celui-ci reste encore visible dans certaines zones. Le filtrage appliqué ($\text{DoLP} < 0,5$) permet de supprimer une partie du fond polarisé, mais ne l’élimine pas complètement.

Les images analysées avant et après étirage ont été acquises avec les mêmes paramètres et comportent un nombre identique de pixels, ce qui permet de comparer directement les histogrammes d'orientation.

Les premiers essais réalisés montrent que la méthode développée permet d'avoir une information d'orientation à l'échelle micro, avec une résolution suffisante pour identifier les fibres individuelles. Le grossissement utilisé (x50) permet de visualiser chaque fibre sur plusieurs pixels de large, la technique apparaît donc adaptée à l'étude de l'orientation des fibres dans les voiles cardés. Néanmoins, la robustesse de la mesure reste à confirmer, en particulier concernant l'influence du fond de l'image sur la mesure, qui n'est pas totalement éliminé par le filtrage. Un travail complémentaire est nécessaire pour améliorer le traitement et le protocole expérimental, notamment en vue d'une application sur l'ensemble des configurations du plan d'expérience.

3.3. Propriétés mécaniques des fibres de carbone recyclées cardées

Après avoir étudié les propriétés morphologiques des fibres et des voiles, cette section présente les résultats obtenus lors des essais de traction à l'échelle des fibres unitaires, réalisés selon la norme NF ISO 11566. Ces essais quantifient les variations de résistance à rupture, de module de traction et d'allongement selon les paramètres de cardage. Ce point reste peu documenté dans la littérature, en particulier concernant les propriétés mécaniques des fibres de carbone recyclées après transformation par voie cardée.

Après une présentation des principaux facteurs influençant la variabilité des résultats de l'essai de traction, une partie de cette étude porte sur la mesure de la complaisance et sa dépendance à la nature de la fibre testée ainsi que sur l'effet de l'échantillonnage sur les valeurs obtenues. Les sections d'après détaillent l'effet individuel de chaque paramètre étudié : taux de fibres thermoplastiques, nombre de passages, densité d'alimentation, vitesse de cardage et niveau d'ouvraison des fibres avant cardage.

3.3.1. Sources d'incertitudes sur les essais de traction sur fibres unitaires

Plusieurs sources de variabilité peuvent affecter les résultats des essais de traction sur fibres unitaires. La préparation des échantillons constitue une première source de variabilité. Les fibres sont extraites manuellement des voiles, puis individualisées, et montées sur des cadres en papier à l'aide de colle cyanoacrylate. Ce montage permet de fixer une longueur de jauge définie. Des défauts de préparation peuvent survenir, comme la présence de fibres doubles, une fixation partielle ou des fibres endommagées. Ces défauts entraînent l'exclusion de l'échantillon lorsqu'ils sont repérés. Bien que la préparation des échantillons suivant cette méthode soit courante dans la littérature, des systèmes

automatisés comme le DIASTRON ou le FAVIMAT permettent de limiter certaines incertitudes liées à l'opérateur [15,132,142].

Le nombre d'essais réalisés joue également un rôle. La norme NF ISO 11566 recommande un minimum de 20 essais, mais ce nombre ne permet pas de caractériser correctement la dispersion, en particulier dans le cas d'essais où les fibres ont subi une transformation textile. Dans ces travaux, 50 essais exploitables ont été réalisés pour chaque changement de paramètre. Afin d'atteindre ce nombre, entre 65 et 80 fibres doivent être préparées.

L'une des premières sources de variabilité dans les essais de traction est cependant liée à la morphologie des fibres [143]. Toute erreur de mesure sur le diamètre induit une erreur quadratique sur la contrainte. Seules les fibres présentant une géométrie régulière ont été retenues (sans résidus de colle ou de poussières), selon le protocole décrit au chapitre précédent.

L'alignement de la fibre est également une autre source d'erreur pour l'essai de traction. Un mauvais alignement provoque une réduction de la charge effectivement transmise à la fibre, car seule la composante axiale est sollicitée. Islam et al. [143] ont montré que cet effet devient non négligeable en particulier pour les faibles longueurs de jauge. A 25 mm de longueur de jauge, ce phénomène n'est pas significatif.

Enfin, la déformation mesurée pendant l'essai inclut la déformation propre au système d'essai. Ce déplacement biaise la mesure de déformation, et donc l'estimation du module, s'il n'est pas corrigé. La section suivante décrit la méthode utilisée pour mesurer la complaisance machine, et l'effet de la nature des fibres et de la taille de l'échantillon sur les valeurs obtenues.

3.3.2. Étude de la complaisance machine et de son échantillonnage sur des fibres de carbone recyclées et vierges

Lors des essais de traction sur fibre unitaire, le déplacement est mesuré au niveau de la traverse de la machine. Cette mesure inclut non seulement la déformation réelle de la fibre, mais également celle du dispositif d'essai lui-même, appelée complaisance machine. Elle doit être soustraite pour obtenir la déformation propre à la fibre.

Engelbrecht-Wiggans et al. [144] montrent que les corrections proposées dans les normes ASTM D3822 et C1557 n'améliorent pas toujours la précision des mesures de déformation. Leurs essais et leurs simulations montrent que l'erreur associée à cette correction peut rester importante. Huguet et al. soulignent néanmoins l'importance de la correction du déplacement. En effet pour des fibres végétales à fort diamètre, les erreurs sur le module peuvent atteindre plus de 50 % si la complaisance n'est pas corrigée [145]. De plus ils montrent qu'il est nécessaire de mesurer la complaisance à chaque changement de type de fibre. Dans une étude en collaboration avec plusieurs laboratoires, Jeannin et al. [146] montrent que les variations entre laboratoires dans les valeurs de module, contrainte et allongement à rupture sont, entre autres, liées à la méthode de correction de la déformation.

Ainsi, avant de présenter les résultats liés à l'impact des paramètres de cardage, une étude préliminaire est proposée sur l'échantillonnage nécessaire pour mesurer la complaisance, ainsi que sur l'effet du changement de nature des fibres testées (fibres vierges et fibres recyclées).

3.3.2.1. Mesures de la complaisance et résultats sur fibres de carbone vierges et recyclées

La complaisance totale du système, notée C_t , correspond à la somme de la complaisance propre à la machine de traction C_m et celle de la fibre testée C_f , avec $C_t = C_m + C_f$.

Par définition, la complaisance totale C_t est l'inverse de la rigidité totale K_t , soit $C_t = \frac{1}{K_t} = \frac{\delta_t}{F}$ où δ_t la déformation totale mesurée et F la charge appliquée correspondante.

La complaisance totale C_t est déterminée à partir des valeurs de déformation et de force mesurées sur la machine pour une longueur de jauge donnée l_0 . Conformément à la norme NF ISO 11566 [147], la pente utilisée pour ce calcul est mesurée entre 0,1 % et 0,6 % d'allongement. Afin d'isoler la complaisance propre à la fibre C_f , la norme NF ISO 11566 propose une méthode consistant à réaliser des essais de traction sur fibre unitaire pour différentes longueurs de jauge l_0 . La complaisance de la machine C_m étant indépendante de la longueur de jauge, seule la composante liée à la longueur fibre varie avec l_0 . En reportant les valeurs mesurées de complaisance obtenues en fonction de l_0 , une droite de régression passe par tous les points expérimentaux. L'ordonnée à l'origine de cette droite correspond à la complaisance machine, c'est-à-dire la complaisance pour une fibre de longueur nulle.

Dans ce travail les essais ont été réalisés aux longueurs de jauge 15, 25 et 35 mm, sur un banc de traction MTS Criterion équipée d'une cellule de force de 10 N. La Figure 3.10 présente les valeurs mesurées sur deux types de fibres de carbone.

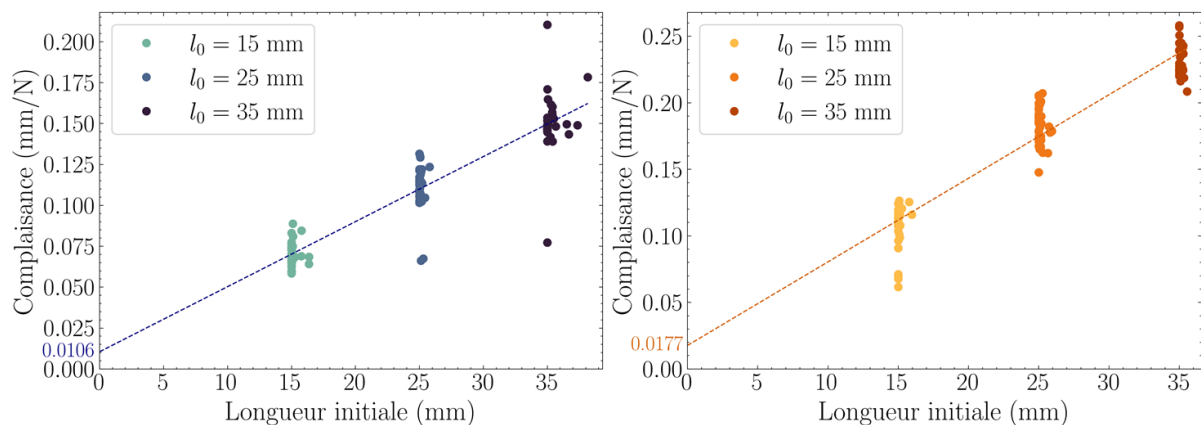


Figure 3.10 : Points expérimentaux mesurés à différentes longueurs de jauge (15, 25 et 35 mm), droite de régression dont l'ordonnée à l'origine est la complaisance machine, FCr NO (gauche), TORAY T800 (droite).

Le comportement en traction des fibres recyclées NO (à gauche Figure 3.10) et des fibres vierges issues d'un lot de fibres Toray T800 (à droite Figure 3.10) est identifié aux trois longueurs de jauge l_0 . Ces mesures montrent des écarts dans les valeurs de complaisance à l_0 constant.

Ces écarts s'expliquent en partie par les différences de diamètre entre fibres individuelles. Les longueurs initiales l_0 sont divisées par le diamètre unitaire de chaque fibre, mesuré suivant le protocole présenté dans le chapitre 2.

Le Tableau 3.4 présente les valeurs de complaisance machine obtenues avant et après régularisation par le diamètre de chaque fibre.

Tableau 3.4 : Valeurs de complaisance mesurées sur les deux types de fibres avant et après régularisation de la longueur par le diamètre

Type de fibre	C_m avant régularisation (mm/N)	C_m après régularisation (mm/N)
FCr NO	0,01055	0,01417
Toray T800	0,01770	0,01603

Les résultats diffèrent entre les deux types de fibres avant régularisation par le diamètre. Après régularisation les écarts se réduisent. Les valeurs restent toutefois distinctes avec une valeur 11,6 % plus élevée pour les fibres Toray T800. Ces différences après régularisation pourraient refléter, sans exclure un effet des conditions de mesure, une différence dans la valeur de complaisance entre fibres vierges et recyclées.

La section suivante examine dans quelle mesure la taille de l'échantillon influe sur cette détermination de la complaisance.

3.3.2.2. Analyse de la dispersion des mesures de la complaisance machine

La justification d'une différence entre deux valeurs nécessite l'estimation d'un écart-type associé à chaque mesure. L'unique régression linéaire utilisée pour extraire la complaisance machine ne fournit pas cette information. Deux méthodes ont été utilisées pour évaluer la dispersion des valeurs : la validation croisée et le bootstrap.

La validation croisée divise les données en cinq sous-groupes équilibrés. Une régression est réalisée pour chaque sous-groupe. La moyenne et l'écart-type des cinq valeurs obtenues sont ensuite calculés. Le bootstrap repose sur des tirages aléatoires avec remise dans l'ensemble de données, répétés 1000 fois dans ces travaux, et permettant d'obtenir une distribution des valeurs de complaisance s'apparentant à une distribution normale, autour de laquelle peuvent être extraits la moyenne et l'écart-type. Contrairement à une régression unique sur l'ensemble des données, ces approches permettent de mesurer un écart-type à la valeur de complaisance. Les résultats sont regroupés dans le Tableau 3.5.

Tableau 3.5 : Valeurs moyennes et écart-types de la complaisance C_m obtenues par validation croisée et bootstrap

Validation croisée (5 sous-groupes)				
	Sans régularisation du diamètre		Avec régularisation du diamètre	
	Moyenne	Ecart-type	Moyenne	Ecart-type
FCr NO	0,01143	0,0059	0,01416	0,0011
Toray T800	0,01899	0,0124	0,01599	0,0014
Bootstrap (1000 tirages aléatoires)				
FCr NO	0,01053	0,0036	0,01429	0,0033
Toray T800	0,01785	0,0053	0,01591	0,0064

Sans régularisation, les fibres vierges présentent un écart-type de 0,0124 mm/N en validation croisée, contre 0,0059 mm/N pour les fibres recyclées. Après régularisation par le diamètre, les écarts-types passent à 0,0014 mm/N et 0,0011 mm/N respectivement. Les moyennes deviennent plus proches, avec 0,01599 mm/N pour les fibres vierges et 0,01416 mm/N pour les fibres recyclées soit des valeurs proches de celles obtenues dans la section précédente (Tableau 3.4), de même que les moyennes mesurées par bootstrap. En revanche, l'écart-type reste élevé après régularisation dans le cas du bootstrap, ce qui indique une dispersion plus marquée avec cette méthode d'échantillonnage. Après régularisation, un écart d'environ 9 % subsiste entre les deux types de fibres. Les essais étant indépendants, un test-T réalisé sur des échantillons de 6 valeurs donne une p-valeur de 0,032. Cet écart peut donc être considéré comme statistiquement significatif.

3.3.2.3. Effet de la taille de l'échantillon sur la valeur de complaisance machine

La norme NF ISO 11566 ne fixe pas de nombre minimal d'essais pour déterminer la valeur de complaisance. Dans ce travail, 30 essais de traction ont été réalisés pour chaque longueur de jauge (15, 25 et 35 mm) et, pour les deux types de fibres suivant le protocole présenté dans le chapitre 2 section 2.3.1. À partir de cet ensemble de données, l'effet de la taille de l'échantillon est évalué sur la valeur extraite de complaisance machine.

Pour simuler des situations avec moins d'essais, des sous-groupes de tailles comprises entre 2 et 30 ont été extraits aléatoirement, sans remise, pour chaque longueur de jauge. À chaque itération, un sous-échantillon est tiré, et la complaisance machine est recalculée à partir de la régression linéaire sur ces données. Cette méthode est répétée 500 fois pour chaque taille d'échantillon afin d'observer la variabilité des résultats en fonction du nombre de fibres sélectionnées. L'essai permet d'évaluer ce qui aurait pu se produire si l'étude avait été menée avec un échantillonnage plus réduit. L'objectif est d'identifier à partir de combien de mesures la valeur de complaisance devient suffisamment stable pour être exploitable avec les données expérimentales.

La Figure 3.11 montre l'évolution de la moyenne des valeurs de complaisance obtenues, les intervalles associés, et le coefficient de variation par type de fibre avec les longueurs régularisées.

Pour un coefficient de variation fixé à 30 %, il faut au moins 10 essais par classe de longueur de jauge pour les fibres issues du lot NO, et 17 pour les fibres Toray T800. Ces résultats montrent qu'avec peu de données, la valeur de complaisance obtenue peut varier fortement d'un tirage à l'autre. Pour les fibres vierges, il aurait été possible de réduire cette dispersion en retirant certaines valeurs extrêmes. Aucun filtrage n'a été appliqué sur ces valeurs, afin de ne pas modifier les résultats.

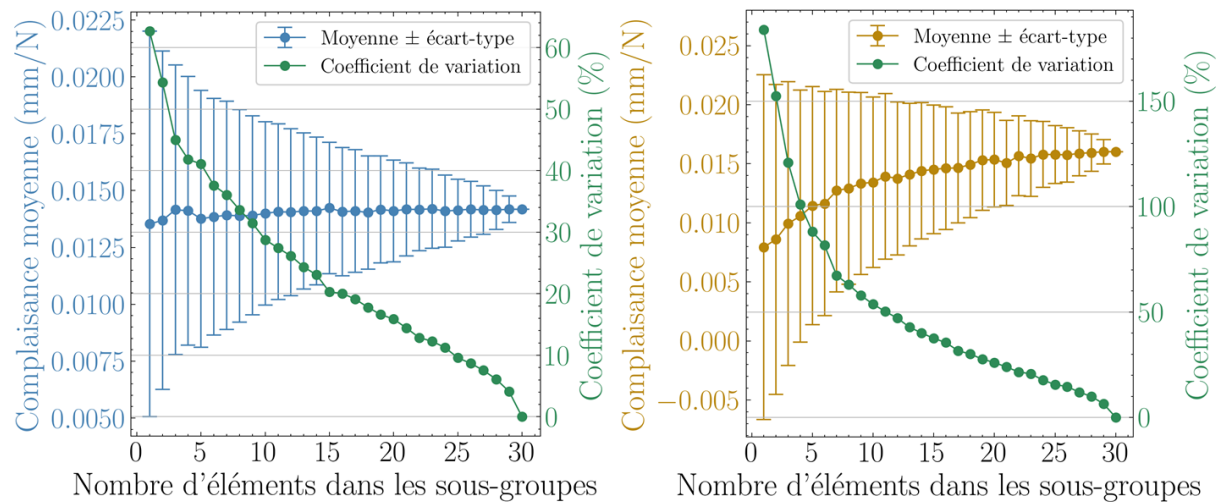


Figure 3.11 : Évolution de la complaisance machine moyenne et du coefficient de variation en fonction du nombre d'éléments tirés aléatoirement dans chaque sous-groupe. Lot NO (à gauche), Toray T800 (à droite).

3.3.2.4. Correction du module de traction avec les valeurs mesurées de complaisance machine

À partir des valeurs de complaisance machine mesurées précédemment, il est possible de corriger la part du déplacement due au système d'essai dans les mesures de traction.

La déformation mesurée entre les mors de la machine s'écrit alors $\delta_t = \delta_m + \delta_f$. En modélisant l'ensemble comme un système à deux ressorts en série, l'un représentant la machine de traction, l'autre la fibre, et en supposant un comportement élastique fragile de la fibre de carbone, la loi de Hooke permet d'écrire : $\delta_f = \frac{Fl_0}{E_f A}$ et pour la déformation machine : $\delta_m = FC_m$. Ce qui donne : $C_t = \frac{\delta_t}{F} = \frac{l_0}{E_f A} + C_m$.

Ainsi en remplaçant la complaisance totale par $C_t = \frac{l_0}{E_t A}$ on a : $\frac{l_0}{E_t A} = \frac{l_0}{E_f A} + C_m$ en divisant par l_0 et en multipliant par $A = \pi \frac{d^2}{4}$, la section transverse de la fibre, cela donne l'Equation 11 :

$$\frac{1}{E_f} = \frac{1}{E_t} - \frac{C_m A}{l_0} \quad (11)$$

Cette relation est utilisée pour recalculer les modules corrigés E_f à partir des modules mesurés E_t après essai de traction. La Figure 3.12 présente les valeurs de modules mesurés avant et après correction de la complaisance machine mesurée avec $C_m = 0,01417 \text{ mm/N}$, sur les lots avant cardage de fibres de carbone recyclées NO et O.

Le Tableau 3.6 précise les valeurs moyennes et les écarts-types des modules de traction mesurés avant et après correction de la complaisance machine.

Les résultats corrigés montrent une augmentation très faible des valeurs de module de traction après prise en compte de la complaisance machine. Pour les fibres FCr NO, la moyenne passe de 186,2 GPa à 187,1 GPa, et pour les fibres FCr O, de 205,0 GPa à 206,1 GPa. Les écarts-types augmentent également très légèrement. Ces écarts limités indiquent que, dans les conditions d'essai, la contribution de la complaisance machine sur le module de traction mesuré reste faible.

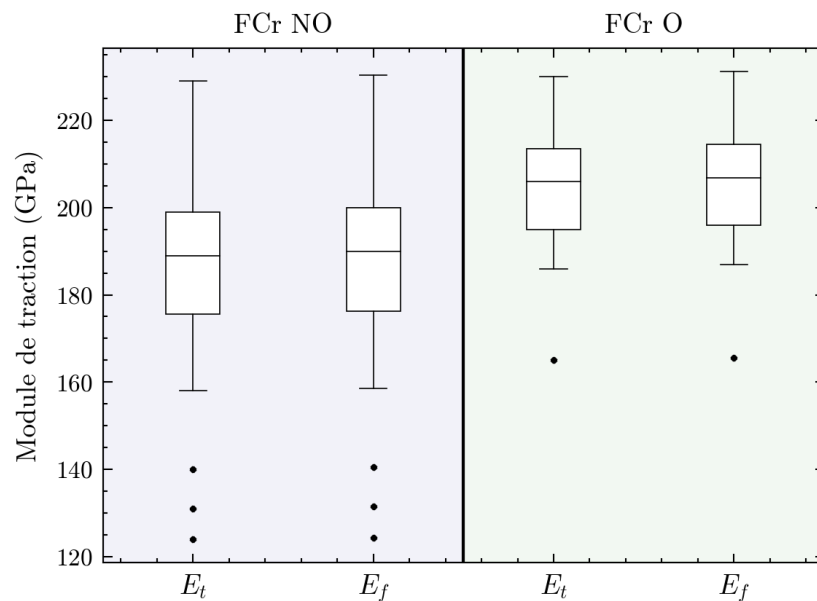


Figure 3.12 : Comparaison des modules de traction mesurés et corrigés pour les fibres FCr NO (à gauche) et FCr O (à droite)

Concernant les fibres vierges T800, Tableau 3.6, une légère augmentation du module de traction moyen est également observée après correction de la complaisance, en utilisant une valeur de complaisance $C_m = 0,01603 \text{ mm/N}$.

Tableau 3.6 : Modules de traction mesurés E_t , et corrigés E_f pour les fibres FCr NO et FCr O avant cardage et T800

Type de fibre	E_t (GPa)		E_f (GPa)	
	Moyenne	Ecart-type	Moyenne	Ecart-type
Lot NO	186,2	20,6	187,1	20,8

Lot O	205,0	12,3	206,1	12,4
T800	140,4	17,7	140,9	17,8

Les résultats montrent que la correction par la complaisance machine n'implique qu'une faible variation sur les modules de traction mesurés, sans modifier les tendances observées entre lots. La suite de ce chapitre examine comment les paramètres du procédé de cardage influencent les propriétés mécaniques des fibres recyclées.

3.3.3. Effets des paramètres de cardage sur les propriétés mécaniques des fibres

La caractérisation mécanique des fibres extraites des voiles permet d'évaluer l'influence des paramètres de cardage sur les propriétés des fibres unitaires. Les grandeurs mesurées comme la contrainte à rupture, le module de traction et l'allongement à rupture sont analysées selon les paramètres du plan d'expérience. Contrairement aux mesures réalisées sur les lots initiaux, les fibres testées après cardage ont été soumises à des sollicitations multiples, susceptibles d'endommager ou d'éliminer certaines fibres. Il en résulte une modification possible des valeurs de résistance ou de module de traction ce qui justifie une analyse par paramètre. Les données présentées dans cette section permettent d'identifier les tendances selon les variations de vitesse de cardage, de densité d'alimentation, de taux de fibres thermoplastiques, de nombre de passages et de niveau d'ouvraison. Cette section présente une analyse des valeurs moyennes et écarts-types, sans modélisation statistique, afin d'identifier les effets des différents paramètres. Le Tableau 3.7 résume les propriétés mécaniques des fibres extraites des différentes configurations de voile ainsi que pour les lots avant cardage. Dans la suite de cette section, les effets des paramètres sont évalués à partir de sous-groupes de configurations ne différant que d'un seul paramètre à la fois.

Tableau 3.7 : Récapitulatif des données de traction sur les fibres de carbone recyclées avant et après cardage

Essai	Contrainte à rupture (MPa)		Module de traction (GPa)		Allongement à rupture (%)		Diamètre (µm)	
	Moyenne	E-T	Moyenne	E-T	Moyenne	E-T	Moyenne	E-T
NO, avant cardage	3143,12	773,22	186,24	20,80	1,58	0,37	7,46	0,25
O, avant cardage	3421,73	632,20	205,04	12,39	1,58	0,28	7,16	0,30
V1_M50_P1_DB_NO	3409,58	778,99	212,68	17,94	1,53	0,34	7,14	0,31
V1_M50_P2_DB_NO	3301,00	798,80	202,52	17,52	1,54	0,31	7,23	0,34
V1_M70_P1_DB_NO	3465,00	578,89	198,96	16,20	1,65	0,28	7,30	0,42

Chapitre 3 : Influence du procédé de cardage sur les propriétés morphologiques et mécaniques des fibres de carbone recyclées

V2_M100_P1_DB_NO	3221,38	768,62	192,82	13,66	1,57	0,36	7,36	0,45
V2_M100_P1_DB_O	3296,88	689,62	198,00	15,16	1,56	0,29	7,22	0,27
V2_M100_P3_DB_O	3084,37	810,91	200,45	22,16	1,44	0,35	7,27	0,30
V2_M50_P1_DB_NO	3413,20	685,44	206,36	15,96	1,54	0,27	7,10	0,48
V2_M50_P1_DE_NO	3337,55	1047,00	194,28	13,23	1,60	0,45	7,36	0,42
V2_M70_P1_DB_NO	3563,53	656,37	198,53	13,60	1,69	0,30	7,18	0,35
V2_M85_P1_DB_NO	3536,65	801,77	195,47	12,10	1,68	0,34	7,34	0,54

3.3.3.1. Contrainte à rupture des fibres de carbone recyclées avant et après cardage

La contrainte moyenne à rupture pour les lots avant cardage est de 3143 MPa pour le lot NO, contre 3422 MPa pour le lot O. Cet écart peut s'expliquer par la différence de diamètre entre les deux lots, comme vu à la section 3.2.c, ou par un effet de sélection dû à l'ouvrison appliquée au lot O. L'écart reste modéré compte tenu du recouvrement des écarts-types. Après cardage, les fibres extraites des voiles présentent des valeurs de contrainte à rupture similaires ou légèrement supérieures à celles du lot NO. Dans plusieurs configurations, les valeurs mesurées se situent à l'intérieur de l'intervalle défini par les écarts-types des lots de référence. Aucune diminution marquée de contrainte n'est observée, ce qui suggère que les sollicitations exercées par les cylindres de la carde ne dégradent pas significativement la résistance à rupture des fibres individuelles. Ce résultat est confirmé par la comparaison des contraintes moyennes avec le lot O, dont la distribution est déjà modifiée par l'ouvrison.

En augmentant le nombre de passages, une baisse de la contrainte à rupture est observée. La configuration à trois passages (V2_M100_P3_DB_O) montre une valeur inférieure à celle mesurée pour un seul passage (V2_M100_P1_DB_O), avec un écart-type parmi les plus élevés observés. Un nombre de passages répétés, en plus de dégrader les longueurs, peut endommager la surface des fibres, ce qui peut expliquer en partie cette baisse.

À taux de fibres de carbone recyclées identique, la densité d'alimentation a été multipliée par quatre entre DE et son équivalent DB. Les contraintes moyennes mesurées sont proches, mais l'écart-type est presque deux fois plus élevé en condition DE. Une densité plus élevée augmente les efforts exercés sur les fibres au moment de leur transfert entre les cylindres, ce qui peut augmenter la variabilité sur la résistance à rupture. Les mesures de diamètre réalisées sur cette configuration montrent également la plus forte dispersion, mais cet élément ne suffit pas à expliquer à lui seul l'augmentation observée de la variabilité sur la contrainte à rupture.

La vitesse du grand tambour ne modifie pas de manière marquée la contrainte à rupture. Les valeurs obtenues dans les configurations V1_M50_P1_DB_NO et V2_M50_P1_DB_NO restent similaires.

L'ouvrison a un effet mesurable dans certaines comparaisons. À configuration identique, les fibres issues de lots ouverts (O) présentent des contraintes moyennes légèrement supérieures à celles

des fibres non ouvertes (NO). Cet écart est également observé entre les lots initiaux O et NO. Bien que la différence reste faible, elle est constante d'une configuration à l'autre.

Enfin, concernant le taux de fibres recyclées dans le mélange, une légère augmentation de la contrainte moyenne est observée entre M50, M70 et M85. Ces valeurs restent dans les écart-type du lot de référence NO, mais les quartiles représentés en Figure 3.13 montrent moins de valeurs faibles à partir de M50 jusqu'à M85.

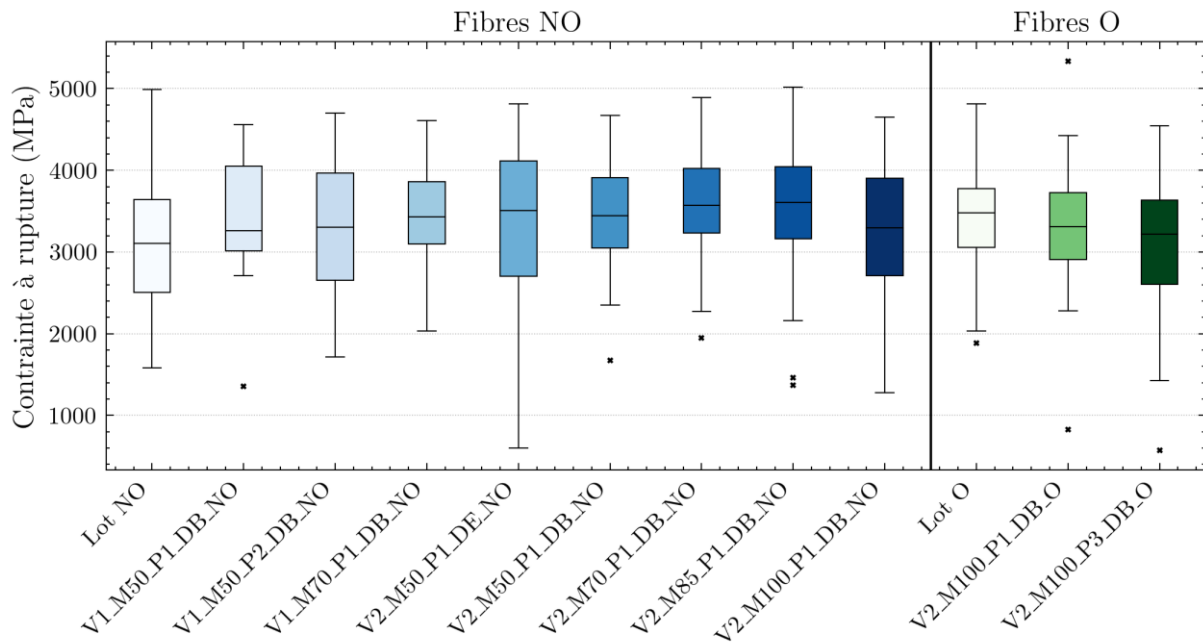


Figure 3.13 : Evolution des valeurs de contrainte à rupture par configurations de voile

Dans la configuration V2_M100_P1_DB_NO, sans fibres thermoplastiques, la moyenne est plus faible et la dispersion plus importante. Dans l'ensemble, le cardage n'affecte pas de manière défavorable la contrainte à rupture des fibres de carbone recyclées, sachant, comme vu précédemment, que le diamètre évolue peu, à condition que les paramètres soient maîtrisés. Seules certaines conditions comme le nombre élevé de passages ou une densité d'alimentation importante peuvent modifier la dispersion ou réduire légèrement les valeurs moyennes. La dispersion des mesures reste néanmoins importante, avec des écarts-types compris entre 580 et plus de 1000 MPa selon les configurations. Cette variabilité rend difficile l'interprétation des différences de moyenne seule, et justifie une analyse statistique plus approfondie des distributions, qui sera menée dans le chapitre 4.

3.3.3.2. Allongement à rupture des fibres de carbone recyclées avant et après cardage

L'allongement à rupture reste stable après cardage, avec des valeurs comprises entre 1,44 % et 1,69 % selon les configurations. Les lots avant cardage NO et O présentent une moyenne identique de 1,58 %,

de déformation à rupture, servant de référence. Dans la majorité des fibres extraites des voiles testés, les valeurs mesurées restent proches de cette moyenne, à l'exception de la configuration à trois passages (V2_M100_P3_DB_O), qui présente un allongement moyen plus faible. Les écarts-types sont comparables en amplitude à ceux observés pour la contrainte à rupture, avec des valeurs allant de 0,27 % à 0,45 %.

La comparaison des quartiles présentés dans la Figure 3.14 montre des profils similaires à ceux observés pour la contrainte à rupture, avec une réduction des valeurs faibles dans certaines configurations à taux élevé de fibres recyclées. L'ajout de fibres thermoplastiques ne modifie pas sensiblement la moyenne de l'allongement à rupture. Le nombre de passages semble être le paramètre ayant l'effet le plus marqué, avec une baisse légère de la moyenne et une dispersion plus importante. Aucun paramètre ne produit d'effet marqué sur l'allongement, en dehors du nombre de passages, dont l'augmentation s'accompagne d'une légère baisse de la moyenne et d'une dispersion plus importante.

Les valeurs restent globalement similaires avec celles mesurées avant cardage et cohérentes avec l'évolution, également faible, des valeurs de contrainte à rupture.

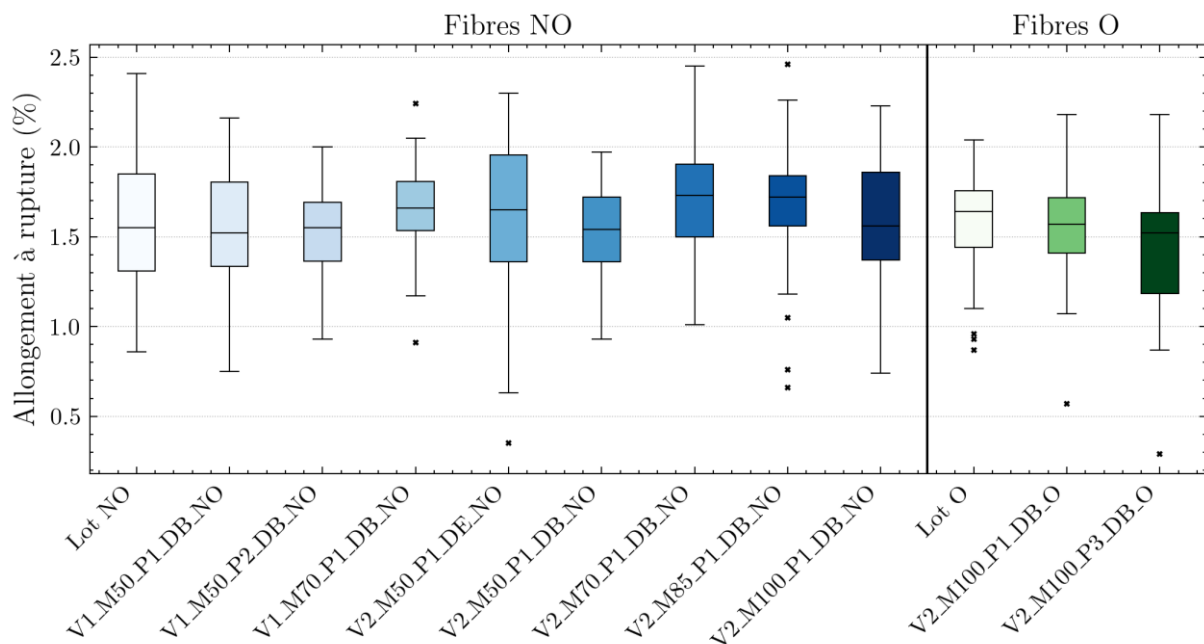


Figure 3.14 : Evolution des valeurs d'allongement à rupture par configurations de voile

3.3.3.3. Module de traction des fibres de carbone recyclées avant et après cardage

Le module de traction moyen des lots avant cardage est de 186 GPa pour le lot NO et de 205 GPa pour le lot O (Tableau 3.7). Cette différence peut s'expliquer par la différence de diamètre mesurée entre les deux lots (7,46 μm contre 7,16 μm), mais également par un effet de sélection induit par l'ouvrison appliquée au lot O, comme pour la contrainte à rupture. La dispersion reste modérée avec des écarts-types de 20,8 GPa et 12,4 GPa respectivement. Concernant ces écarts-types sur le module, comme pour

ceux associés à la contrainte et à la déformation à rupture, on peut constater que les dispersions sont plus faibles pour le lot O que pour le lot NO.

Après cardage, les valeurs de module de traction mesurées sur les fibres extraites des voiles apparaissent majoritairement plus élevées que celles du lot NO, et dans certains cas, supérieures à celles du lot O. Les valeurs moyennes atteignent jusqu'à 213 GPa et restent comprises entre 193 et 213 GPa selon les configurations, avec des écarts-types qui tendent à se réduire comparativement au lot NO. Cette tendance indique une augmentation globale du module après transformation par cardage. Deux hypothèses peuvent être avancées pour expliquer cette rigidification. D'abord, une sélection mécanique des fibres les plus rigides, ou alors, une modification progressive de la structure sous l'effet des sollicitations mécaniques répétées, l'étude sur les diamètres n'ayant cependant pas montré de diminution de la section transversale. Ces hypothèses seront examinées dans la suite du manuscrit, d'une part à l'aide de l'analyse statistique des distributions des modules conduite au chapitre 4, et par ailleurs par des essais de traction cyclique visant à reproduire les contraintes appliquées dans la carte.

L'augmentation du taux de fibres thermoplastiques entre les configurations M100 et M50 s'accompagne d'une hausse du module de traction moyen, et médian (Figure 3.15). La présence de fibres thermoplastiques frisées augmente le nombre de points de contact entre les fibres. L'extraction d'une fibre de carbone devient alors plus difficile sans rupture, ce qui implique que seules les fibres les plus résistantes pourraient être conservées. Ce mécanisme peut induire une sélection indirecte, comme le suggèrent aussi les tendances observées sur la contrainte à rupture.

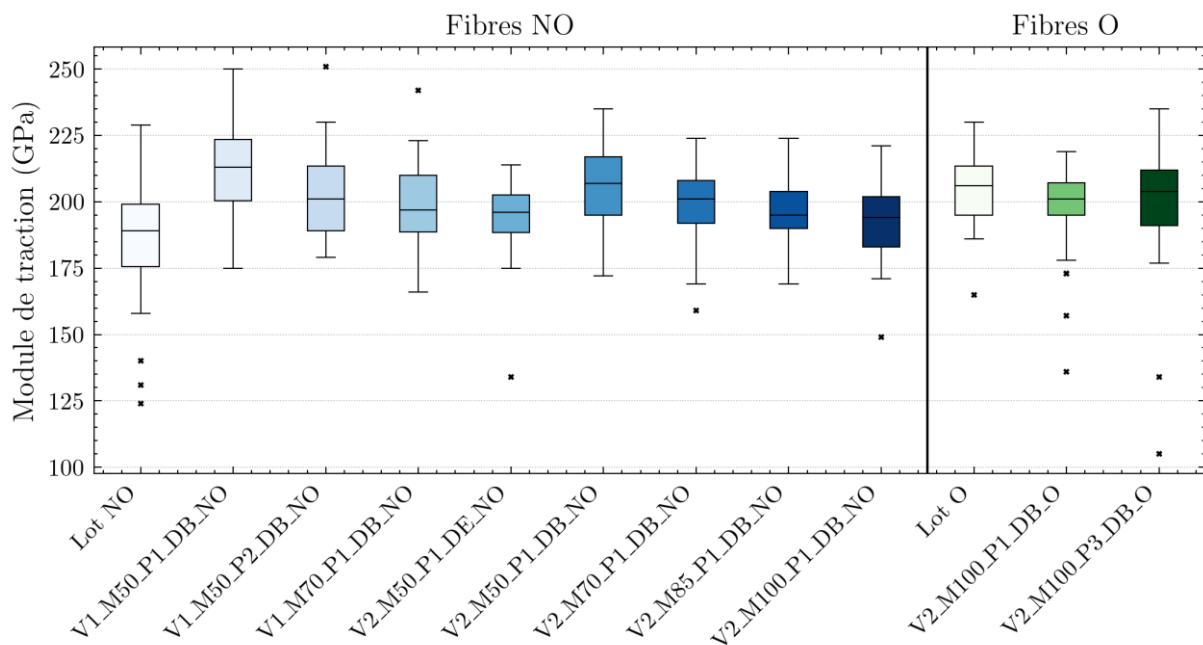


Figure 3.15 : Evolution des valeurs de module de traction par configurations de voile

L'augmentation du nombre de passages n'entraîne pas de diminution nette du module pour les fibres issues de lots ouverts, bien qu'une variabilité plus importante soit observée à trois passages. Pour

les fibres non ouvertes, une diminution du module est mesurée entre les configurations V1_M50_P1_DB_NO et V1_M50_P2_DB_NO, avec une diminution de la dispersion.

La densité d'alimentation modifie également l'évolution. La configuration à densité élevée (V2_M50_P1_DE_NO) présente un module plus faible que la configuration équivalente à densité normale (V2_M50_P1_DB_NO), avec une dispersion réduite. Une densité plus importante pourrait accentuer les efforts de séparation, mais également éliminer les fibres les moins résistantes.

Dans l'ensemble, les résultats montrent que le cardage ne dégrade pas significativement pas propriétés mécaniques des fibres de carbone recyclées. Une augmentation du module est néanmoins observée par rapport aux lots avant cardage. Les effets relevés peuvent résulter de phénomènes de sélection ou de modification structurelle. Cette hypothèse est examinée dans la section suivante à partir d'essais de traction cyclique visant à reproduire une partie des sollicitations appliquées dans la carte.

Le Tableau 3.8 présente une synthèse des écarts absolus mesurés entre niveaux de chaque paramètre de cardage. Il ne s'agit pas de comparaisons avec les lots avant cardage, mais de différences entre configurations au plan d'expérience. Les valeurs indiquées sont des écarts absolus ($|\Delta|$) entre moyennes et entre écarts-types.

Tableau 3.8 : Écarts absolus entre configurations de chaque paramètre de cardage

Paramètre	Contrainte à rupture (MPa)		Module de traction (GPa)		Allongement à rupture (%)	
	Δ Moyenne	Δ E-T	Δ Moyenne	Δ E-T	Δ Moyenne	Δ E-T
V	98,53	77,48	0,43	2,6	0,04	0,02
M	123,45	116,33	10,89	3,86	0,14	0,07
P	212,51	121,29	2,45	7	0,12	0,06
D	75,65	361,56	12,08	2,73	0,06	0,18
O	75,5	79	5,18	1,5	0,01	0,07

Les résultats confirment les tendances décrites précédemment. Le nombre de passages (P) influe fortement sur la contrainte à rupture et l'allongement, avec peu d'effet sur le module de traction. Le taux de mélange (M) entraîne des écarts importants sur l'ensemble des propriétés mécaniques. La densité (D) agit principalement sur la dispersion des valeurs de contrainte à rupture et sur le module, avec un effet plus limité sur l'allongement. Les effets liés à l'ouvraison (O) restent plus modérés.

Malgré certaines différences entre configurations, aucune condition testée ne montre de dégradation nette des propriétés mécaniques par rapport aux plages de valeurs mesurées avant cardage.

3.3.4. Essais de traction cyclique sur les fibres de carbone recyclées

Les essais présentés dans cette section ont pour objectif d'évaluer l'évolution du module de traction des fibres de carbone recyclées soumises à des sollicitations cycliques. Cette étude fait suite à l'observation d'une augmentation du module après cardage. Afin de mieux comprendre ce résultat, deux types d'essais ont été réalisés sur des fibres issues du lot NO avant cardage : des essais à charge constante, sur 100 et 200 cycles, et des essais à incrément de charge jusqu'à la rupture.

3.3.4.1. Contexte et hypothèses

L'augmentation du module observée après cardage peut être expliquée par deux mécanismes. Le premier est une élimination des fibres les plus fragile ou dégradées lors du traitement par la carde. Le second mécanisme envisagé correspond à une modification progressive de la structure de certaines fibres, provoquée par les efforts appliqués lors de leur extraction dans la carde. Dans certains cas, les fibres peuvent être soumises à des efforts proches de leur résistance à rupture au moment de leur extraction des lots de fibres enchevêtrées. Ce type de sollicitation pourrait s'apparenter à une traction cyclique. Cette section a pour objectif d'évaluer cette hypothèse.

Des travaux antérieurs ont montré que des essais cycliques appliqués à des fibres de carbone pouvaient conduire à une augmentation du module de traction. Les travaux de Bunsell et al. [137] ont montré qu'une augmentation du module de traction pouvait apparaître au cours d'essais de traction cyclique sur fibres de carbone unitaires. Cet effet a été attribué à une réorganisation de la microstructure des fibres de carbone. À la connaissance de l'auteur, il n'existe pas d'autre étude consacrée à la traction cyclique de fibres de carbone unitaires, les autres portant généralement sur des faisceaux de fibres ou des structures composites.

3.3.4.2. Essais à incrément de charge

Des essais de traction cyclique à incrément de charge ont été réalisés afin d'évaluer l'effet d'une sollicitation croissante sur le module de traction des fibres de carbone recyclées. Le protocole consiste à augmenter progressivement la charge appliquée par paliers de 2 mN à une vitesse de 2 mm/mn, chaque palier correspondant à un cycle complet de charge et de décharge. L'essai continue jusqu'à la rupture de la fibre. À chaque cycle, le module est calculé dans la plage de déformation comprise entre 0,1 % et 0,6 %. Ainsi, seules les fibres avec une déformation $\geq 0,006$ sont retenues pour l'analyse. La Figure 3.16 montre l'évolution des modules de traction calculés à chaque cycle, en phase de charge (gauche) et de décharge (droite), pour un essai à charge incrémentale mené jusqu'à rupture. Les légendes des deux graphes indiquent la régression linéaire sur tous les points de module de traction mesurés par cycle.

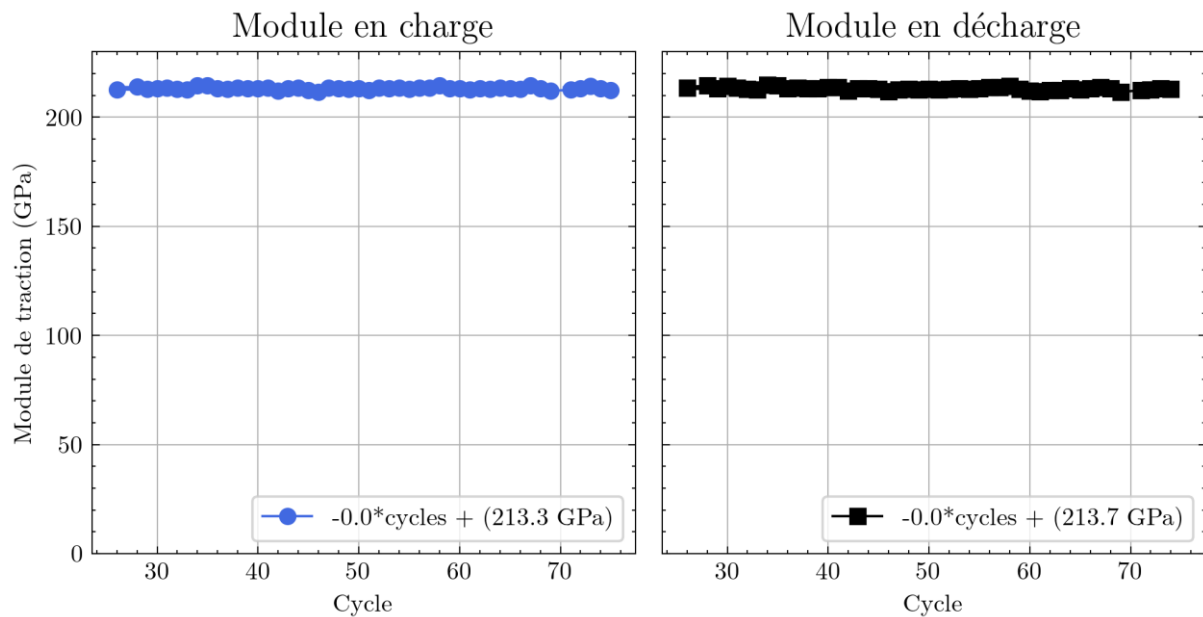


Figure 3.16 : Module de traction en charge et en décharge par cycle pour un essai à charge incrémentale.

Aucune variation progressive du module n’a été observée en fonction du nombre de cycle. Cette absence de tendance à la hausse s’observe aussi bien en phase de charge qu’en phase de décharge.

3.3.4.3. Essais de traction cyclique à charge constante

D’autres essais de traction cyclique à charge constante ont été menés sur deux fibres issues du lot NO avant cardage, afin d’évaluer l’effet d’une répétition prolongée de cycles de charge-décharge sur le module de traction. Chaque fibre a été soumise à un nombre fixé de cycles (100 ou 200), avec une charge maximale de 10 cN. Cette valeur a été choisie de manière à rester proche mais inférieure à la contrainte de rupture moyenne mesurée sur ce lot. Le protocole appliqué consiste à imposer un cycle de charge/décharge complet à vitesse constante, sans modification de l’amplitude au cours de l’essai contrairement à l’essai à incrément de charge. De façon similaire, le module de traction est estimé par régression linéaire dans la plage de déformation 0,1 % à 0,6 %.

La Figure 3.17 présente les courbes contrainte/déformation obtenues pour une fibre soumise à 100 cycles, avec quatre cycles représentatifs (25, 50, 75, 100). Aucune différence n’est observée entre les courbes au cours de l’essai, et les modules mesurés en charge et en décharge restent proches d’un cycle à l’autre.

L’absence d’évolution du module et la superposition des courbes de charge et de décharge, indique un comportement élastique, sans apparition d’hystérésis ni rigidification.

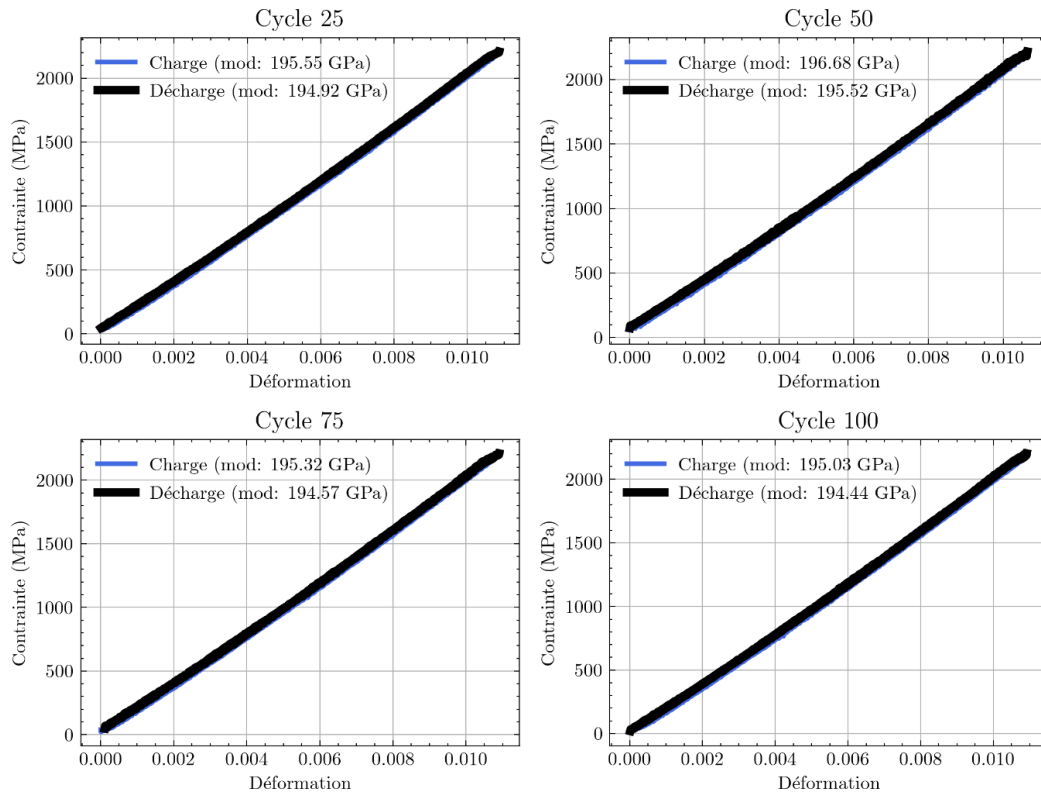


Figure 3.17 : Courbes contrainte/déformation pour différents cycles pour l'essai à charge constante (100 cycles).

La Figure 3.18 présente les courbes contrainte/déformation obtenues pour une fibre soumise à 200 cycles, avec affichage de quatre cycles répartis régulièrement jusqu'à 200 (50, 100, 150, 200).

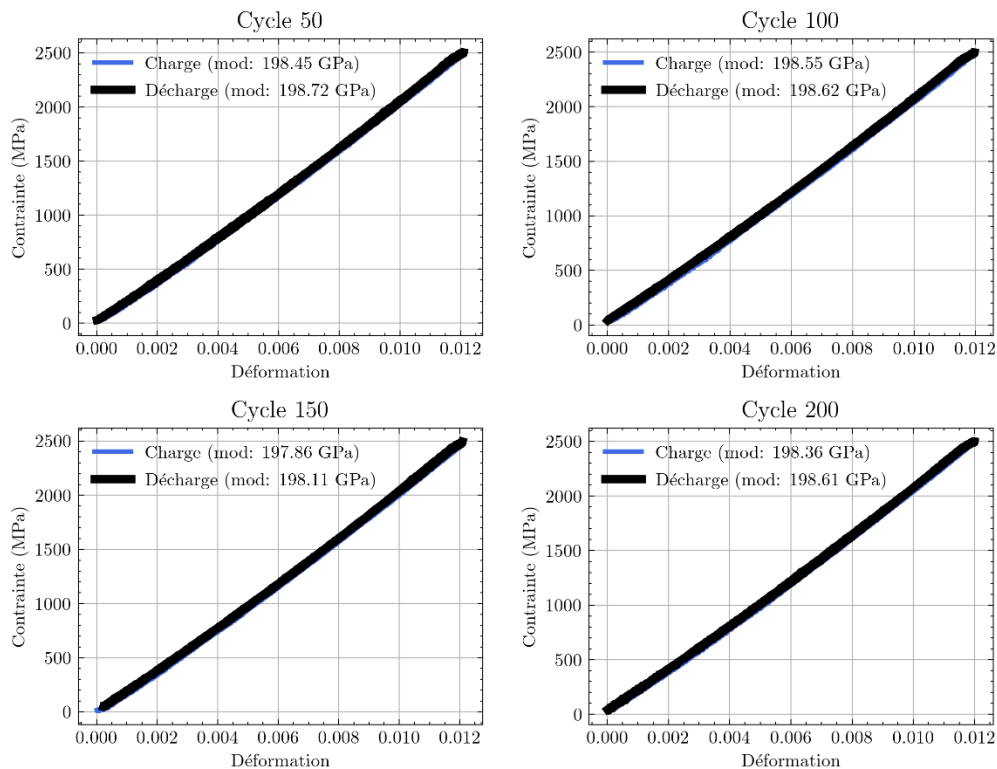


Figure 3.18 : Courbes contrainte/déformation pour différents cycles pour l'essai à charge constante (200 cycles).

De façon similaire à l'essai à 100 cycles, aucune variation n'est observée au cours de l'essai, que ce soit sur la forme des courbes ou sur les valeurs des modules mesurés. Les modules calculés en charge et en décharge sont très proches, et aucune hystérésis n'est détectée. La légère différence de module par rapport à l'essai à 100 cycles s'explique par un diamètre de fibre inférieur pour l'essai à 200 cycles.

Néanmoins, une diminution progressive de l'allongement maximal est observée autour du cycle 75, alors même que l'essai est piloté à charge constante. Cette diminution de l'allongement maximal n'est pas accompagnée d'une baisse de la contrainte à rupture, ce qui suggère une tendance à la réduction de la déformation. Un tel comportement pourrait conduire à une augmentation du module de traction, cependant dans le protocole utilisé ici, le module est estimé sur la première portion de la courbe (entre 0,1 % et 0,6 % de déformation), peut ne pas être détecté. La diminution progressive de l'allongement maximal au cours de l'essai à 200 cycles est illustrée en Figure 3.19.

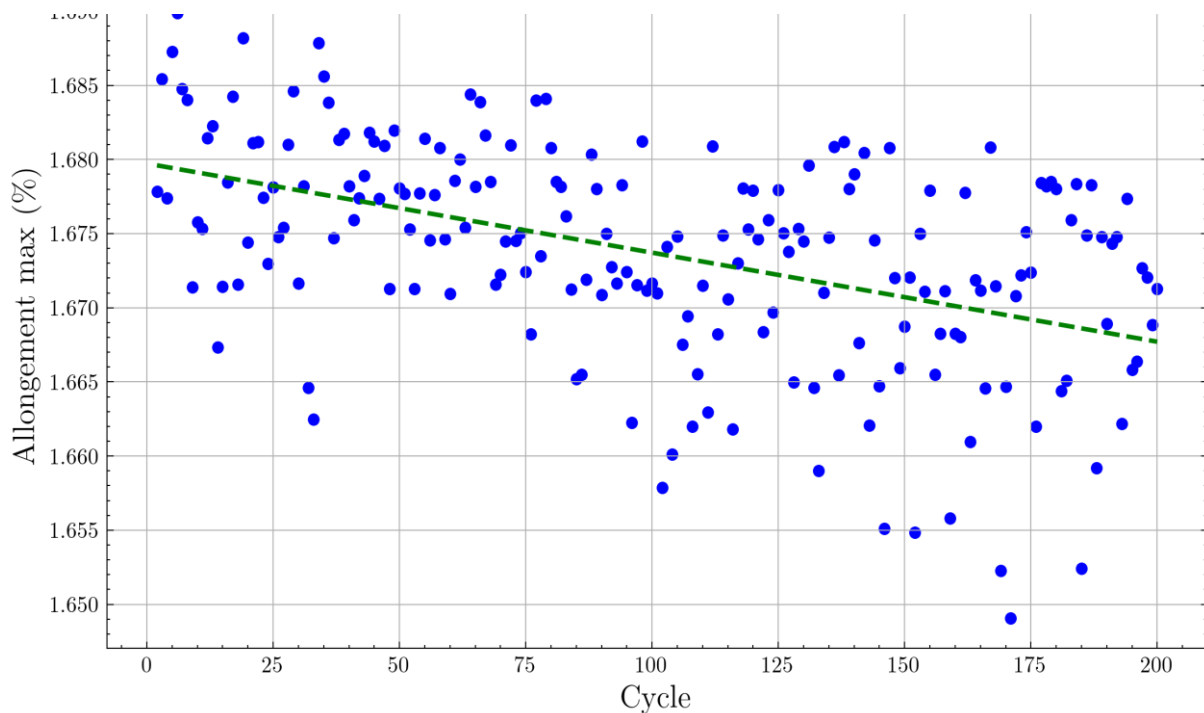


Figure 3.19 : Évolution de l'allongement maximal en fonction du nombre de cycles pour l'essai à charge constante (200 cycles).

Des essais complémentaires pourraient être envisagés pour confirmer ces premiers résultats, utiliser des fibres plus sollicitées (par exemple après trois passages dans la cardé), afin d'identifier ces phénomènes au cours des premiers cycles. Ou bien, augmenter le nombre de cycles et la charge avant rupture appliqués aux fibres FCr NO.

3.3.4.4. Conclusion sur les essais de traction cyclique

Les essais menés, que ce soit à charge constante (jusqu'à 200 cycles) ou à incrément de charge (par paliers de 2 mN jusqu'à rupture), ne mettent pas en évidence une évolution du module de traction dans les conditions testées. Les modules de traction calculés en phase de charge et de décharge restent constants sans rigidification.

Ces résultats diffèrent de ceux rapportés par Bunsell et al. [137] qui observaient une augmentation du module au cours d'essais cycliques sur des fibres de carbone vierges. Cette différence peut s'expliquer par les protocoles expérimentaux. Dans leur étude, les sollicitations étaient appliquées à une fréquence de 50 Hz, ce qui conduit à des cycles de charge et de décharge très rapides. À l'inverse, les essais menés ici ont été réalisés à vitesse constante de 2 mm/mn. L'objectif étant de s'approcher des sollicitations susceptibles d'être rencontrées lors du passage des fibres dans la carde, où les efforts appliqués ne correspondent pas à une sollicitation à 50 cycles par seconde en traction.

Par ailleurs, une diminution progressive de l'allongement maximal a été observée à partir du cycle 75 lors de l'essai à 200 cycles, sans modification de la charge maximale. Ceci pourrait refléter une modification du comportement mécanique, sans toutefois affecter les modules calculés dans la première portion de la courbe. Ces résultats restent à confirmer par des essais complémentaires.

3.4. Conclusion

Ce chapitre a concerné l'impact des paramètres de cardage sur les propriétés morphologiques et mécaniques des fibres de carbone recyclées. L'analyse s'est appuyée sur un plan d'expérience multifactoriel : proportion de fibres recyclées, vitesse du grand tambour, nombre de passages, densité d'alimentation et ouvraison. Chaque configuration a donné lieu à une série de caractérisations morphologiques et mécaniques à l'échelle des fibres unitaire ou des voiles produits.

Les résultats montrent que le cardage s'accompagne de pertes de matière. Le rapport masse en sortie / masse engagée reste inférieur à 1 dans tous les cas. Parmi les paramètres testés, seul le nombre de passages a entraîné une baisse progressive de ce rapport. La densité d'alimentation, la proportion de fibres recyclées, la vitesse du tambour et l'ouvraison n'ont pas modifié sensiblement la masse collectée, ce qui démontre la bonne robustesse du banc de cardage développé. L'homogénéité massique des voiles reste, elle aussi, peu influencée par ces paramètres. Les écarts mesurés sont majoritairement attribuables à l'alimentation manuelle des fibres en entrée de carde.

Concernant la longueur des fibres, une diminution est observée après cardage. Le nombre de passages constitue ici le facteur influent avec une réduction de la médiane de près de 50% mesurée après trois passages et un taux de fibres courtes pouvant dépasser 39%. L'ajout de fibres thermoplastiques diminue partiellement cette réduction, en protégeant une partie des fibres de carbone. L'ouvraison modifie la distribution, mais n'influence pas la moyenne dans les conditions testées. Les tendances observées sont cohérentes avec celles rapportées par Manis et al [6]. L'analyse de variance confirme l'effet significatif du nombre de passages et du taux de fibres recyclées, mais pas de l'ouvraison.

Le diamètre des fibres reste globalement stable d'une configuration à l'autre. Les écarts mesurés, inférieurs à 0,3 μm , sont de l'ordre des écarts-types. Deux effets significatifs ont été identifiés : la densité d'alimentation et la proportion de fibres recyclées. Toutefois, l'interprétation de ces écarts reste limitée par la variabilité inter-échantillon et les incertitudes de mesure.

Les essais de traction statique sur fibres unitaires montrent que le cardage, dans les conditions maîtrisées, n'entraîne pas de dégradation marquée des propriétés mécaniques. La contrainte à rupture est stable, voire légèrement supérieure à celle du lot avant cardage NO. Seules certaines conditions, comme celle à trois passages ou une avec densité d'alimentation élevée, entraînent une baisse des valeurs moyennes et une augmentation de la dispersion. L'allongement à rupture reste proche de 1,5 % dans la majorité des cas.

En revanche, une augmentation du module de traction est observée après cardage, atteignant jusqu'à 213 GPa contre 186 GPa pour le lot NO. Deux hypothèses ont été envisagées. Une sélection mécanique des fibres les plus rigides ou une modification structurelle liée aux sollicitations mécaniques. Pour tester cette seconde hypothèse, des essais de traction cyclique ont été menés. Ils n'ont pas mis en évidence d'effet de rigidification, indiquant que les sollicitations cycliques, dans ces conditions expérimentales, ne reproduisent pas les conditions du cardage et ne suffisent pas à modifier les propriétés mécaniques. Néanmoins, une diminution progressive de l'allongement maximal a été observée après 75 cycles. Ceci reste à confirmer par des essais complémentaires.

Une étude a été consacrée à la complaisance machine. Elle a montré que compte tenu de la variabilité sur les lots de fibre, une estimation fiable de la valeur de complaisance nécessite un échantillonnage d'au moins 10 à 17 fibres par longueur de jauge pour chaque type de fibre. La correction du module à partir de la complaisance mesurée n'a entraîné qu'une faible variation des valeurs, sans modifier les distributions ou les tendances. Contrairement aux études sur la complaisance concernant d'autres natures de fibres, par exemple naturelles [145,146] pour lesquelles la complaisance apportait une correction plus importante.

En conclusion, le cardage modifie la longueur et la dispersion des fibres, mais n'affecte pas défavorablement leurs propriétés mécaniques dans les conditions testées. L'analyse présentée ici repose sur des valeurs moyennes et des écarts-types, ce qui permet de dégager des tendances mais ne permet pas d'expliquer l'ensemble des variations observées, en particulier sur le module de traction.

Le chapitre suivant présentera une modélisation des distributions de contrainte à rupture, d'allongement à rupture et de module de traction, pour deux lots de fibres recyclées avant et après cardage. Cinq lois statistiques seront comparées (Weibull à 2 et 3 paramètres, normale, lognormale) pour décrire la dispersion des résultats. Cette analyse visera à mieux comprendre les effets du cardage et à identifier le modèle le plus adapté pour les fibres de carbone recyclées avant et après transformation.

4. Modélisation statistique des propriétés mécaniques des fibres de carbone recyclées avant et après cardage

4.1. Introduction

Les résultats du chapitre précédent ont montré que la régénération des fibres de carbone recyclées par cardage modifie les propriétés morphologiques des fibres de carbone recyclées. Une réduction de la longueur moyenne a été observée. Ce qui indique une casse des fibres lors de leur passage entre les cylindres de la cardé. Les relevés de masses ont aussi montré que le procédé de cardage s'accompagne d'une perte de matière, liée aux fibres courtes tombées de la machine ou restées accrochées aux garnitures des cylindres. L'ensemble de ces observations indique que le procédé agit à la fois sur la longueur et la quantité de fibres dans le voile.

Les propriétés en traction mesurées sur fibres unitaires extraites des voiles présentent également des différences avec les propriétés avant cardage, en particulier une modification des écarts-types. Dans certains cas, la dispersion est réduite par rapport au lot initial (avant cardage). Cela peut être lié à un effet de présélection dans la cardé, qui pourrait éliminer les fibres les plus courtes ou les plus fragiles. Une sélection manuelle est aussi possible, l'opérateur étant amené à écarter certaines fibres lors de la préparation des échantillons pour la traction. Ces phénomènes peuvent avoir pour conséquence une distribution des propriétés en traction différente de celle du lot initial.

L'interprétation de ces effets ne peut pas se baser uniquement sur des comparaisons de moyennes ou d'écarts-types. Une analyse statistique des distributions est nécessaire pour identifier d'éventuels changements de forme, de seuil ou d'homogénéité. Cette approche, par analyse statistique, permet de mieux comprendre les mécanismes de rupture à l'échelle fibre et d'évaluer l'influence des paramètres de cardage sur la répartition des valeurs mesurées.

La rupture des fibres de carbone est principalement liée à la présence de défauts en surface [59], qui agissent comme des zones de concentration de contraintes et amorcent la rupture. Ce comportement fragile en rupture des fibres de carbone peut être modélisé à partir de l'hypothèse selon laquelle la fibre se comporte comme un assemblage de maillons, la rupture intervenant dès que le maillon le plus faible cède [148]. Pour comprendre comment ces défauts influencent la variabilité des propriétés en traction, il peut être utile d'utiliser des modèles probabilistes.

La loi de Weibull est le modèle le plus utilisé dans la littérature pour décrire la rupture des fibres fragile, c'est-à-dire sans déformation plastique, ce qui est le cas des fibres de carbone, et découle directement du modèle du maillon faible [148]. Elle permet de représenter la variabilité des résistances en tenant compte de la distribution statistique des défauts. Deux variantes du modèle de Weibull sont couramment utilisées, à deux ou trois paramètres, selon les conditions expérimentales et pour

caractériser l'influence de différentes métriques sur les propriétés en traction, comme la longueur de jauge par exemple [58,149–152].

L'ajustement des distributions est réalisé par la méthode du maximum de vraisemblance (MLE), qui permet de trouver les paramètres d'un modèle statistique qui rendent les données observées les plus cohérentes avec la distribution choisie. Cette méthode cherche à ajuster au mieux le modèle aux données mesurées. La méthode des moindres carrés (LS) a également été comparée dans d'autres travaux, mais les performances du MLE sont jugées plus fiables pour l'ajustement de Weibull [153] notamment lorsque le nombre d'échantillon est suffisant (entre 30 et 50). Trois indicateurs sont utilisés pour évaluer la qualité d'ajustement : la statistique du test de Kolmogorov-Smirnov (KS-test), la p-valeur associée, et la somme des carrés des écarts (SSE) entre les données mesurées et les valeurs prédites par le modèle. Le KS-test permet de quantifier la distance maximale entre la distribution empirique et la loi théorique, et la SSE indique l'écart global entre les observations et le modèle.

L'objectif est d'identifier, pour chaque propriété en traction, (module de traction, contrainte et déformation à rupture), le modèle qui permet la meilleure représentation statistique, et de vérifier si ce modèle varie selon le traitement subi par les fibres. Le modèle retenu sera ensuite utilisé pour analyser l'effet des paramètres de cardage sur les paramètres des distributions. Cette approche vise à identifier un modèle qui soit à la fois pertinent statistiquement, et cohérent avec le comportement mécanique des fibres, pour permettre une comparaison entre lots et analyser l'effet du cardage sur les distributions de propriétés.

Plusieurs travaux sur des fibres naturelles [154–156] ont comparé les modèles de Weibull à deux et trois paramètres pour décrire la contrainte à rupture, l'allongement à rupture et le module de traction en fonction de la longueur de jauge. Amroune et al. [155] ont montré que, malgré la dispersion des valeurs mesurées lors d'essais de traction sur fibres de lin, les méthodes d'ajustement par maximum de vraisemblance (MLE) et moindres carrés (LS) permettent d'estimer les paramètres des lois de distribution. Ils concluent que la loi de Weibull à deux paramètres décrit mieux les données que la loi à trois paramètres. Belaadi et al. [154], sur des fils en jute, ont montré que la loi à deux paramètres, malgré une surestimation de certaines valeurs, permet de mieux modéliser les probabilités de rupture par rapport au modèle à trois paramètres, selon les métriques du test d'ajustement d'Anderson-Darling. Pepi et al. [156], sur des fibres de chanvre, montrent que la loi de Weibull à trois paramètres donne de meilleurs ajustements sur leurs données que la loi normale.

Dans le cas des fibres de carbone vierges, Wang et al. [157] ont utilisé la loi de Weibull à deux paramètres pour analyser la dispersion de la contrainte à rupture en lien avec le rayon des micropores à l'intérieur des fibres de carbone. Ils observent une corrélation linéaire entre le rayon de ces défauts et le module de Weibull. Abu El Azm et al. [158] ont comparé plusieurs méthodes classiques d'estimation pour ajuster la loi de Weibull à des données de contrainte à rupture de fibres de jute et de carbone. En s'appuyant sur le test de Kolmogorov-Smirnov (KS), les p-valeurs et les écart-type, ils concluent que l'ajustement des distributions avec le maximum de vraisemblance (MLE) présente les meilleures performances, quelle que soit la taille de l'échantillon. Mesquita et al. [132] ont par ailleurs étudié

l'influence de la taille d'échantillon sur la stabilité des paramètres de Weibull, et montrent qu'un jeu de 50 données peut entraîner une déviation du module de Weibull de ± 1 par rapport à un ajustement sur un échantillon de 200 données. Ils ont utilisé un modèle de Weibull à deux paramètres ajustés par MLE. Islam et al. [150] montrent que la sélection des fibres lors de leur préparation pour les essais de traction unitaire entraîne l'exclusion des fibres les plus faibles avant mesure, ce qui tronque les données. Ils proposent alors une loi de Weibull tronquée, intégrant un seuil de troncature pour mieux représenter la distribution des résistances à rupture de fibres de carbone vierges T700.

Les travaux de la littérature montrent qu'il n'existe pas de choix de modèle probabiliste unique adapté à tous les types de fibres ou de jeux de données. Le choix dépend du type de fibres, de la taille de l'échantillon et des conditions d'essai. La majorité des études disponibles associe des modèles probabilistes pour le comportement en traction de fibres unitaires et concerne des fibres de carbone vierges ou des fibres naturelles, et les fibres de carbone recyclées restent peu étudiées avec des approches statistiques, en particulier après des étapes de transformation comme le cardage.

Dans ce chapitre, cinq lois de distribution sont utilisées pour représenter les propriétés mécaniques de deux lots de fibres de carbone recyclées. Le premier lot correspond aux fibres de carbone recyclées avant cardage et non ouvertes (noté dans le chapitre précédent lot NO), le second est constitué de fibres identiques après cardage avec les paramètres, notés V2_M100_P1_DB_NO. Les modèles considérés sont la loi de Weibull à deux paramètres, la loi de Weibull à trois paramètres, la loi de Weibull tronquée, la loi normale et la loi lognormale. Ces modèles ont été retenus en raison de leur usage dans la littérature et de leur capacité à représenter le comportement mécanique des fibres de carbone. La loi normale a également été choisie pour sa proximité avec le modèle de Weibull lorsque le module de Weibull est compris entre 3 et 4 [159]. La loi lognormale a été choisie en raison de sa capacité à représenter des données, comme les propriétés en traction des fibres (contrainte à rupture, allongement ou module), dont les valeurs ne sont pas négatives.

4.2. Méthodologie de l'analyse statistique

Comme détaillé au chapitre 3, pour chaque lot de fibre, trois propriétés mécaniques sont mesurées : contrainte à rupture (MPa), module de traction (GPa) et allongement à rupture (%). L'objectif est d'identifier la loi statistique la plus adaptée aux données identifiées pour deux lots de fibres, un avant cardage (lot NO), et un après cardage (V2_M100_P1_DB_NO) puis de l'appliquer aux données des autres configurations.

4.2.1. Distributions de probabilité

4.2.1.1. Lois de Weibull

Le modèle de Weibull est couramment choisi pour modéliser ce comportement statistique. Il suppose que la rupture est gouvernée par le défaut le plus critique présent dans la fibre. Ce modèle est appliqué sous ses formes à deux ou trois paramètres, mais d'autres variantes intégrant la longueur des fibres ou le volume peuvent être trouvées dans la littérature [58,149,160].

La loi de Weibull ne constitue pas à une propriété intrinsèque du matériau, mais un outil statistique pour quantifier la variabilité des résistances à la rupture et prédire les probabilités de rupture des fibres. La fonction de répartition de Weibull permet d'estimer la probabilité de rupture P qu'une valeur choisie aléatoirement soit inférieure ou égale à une valeur donnée.

La fonction de répartition de Weibull à trois paramètres est définie par l'Eq.12 :

$$P(\sigma) = 1 - \exp\left(-\left(\frac{\sigma - \sigma_u}{\sigma_0}\right)^m\right) \quad (12)$$

Avec σ_0 – le paramètre d'échelle, qui correspond à la valeur de contrainte pour laquelle 63,2 % des fibres sont rompues à $P(\sigma_0) = 1 - e^{-1} \approx 0,632$; m – le paramètre de forme, ou module de Weibull qui décrit en mécanique des matériaux la dispersion des valeurs résistances à rupture ; σ_u – le paramètre de position, qui introduit un seuil de rupture en dessous duquel la probabilité de rupture est nulle) et σ – la contrainte appliquée.

La Figure 4.1 illustre l'effet d'un changement de paramètres d'échelle σ_0 et de forme m sur la densité de probabilité de la contrainte à rupture.

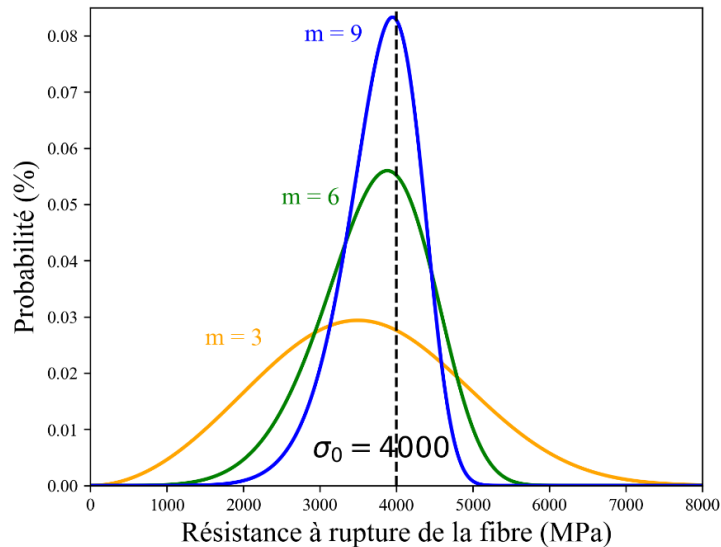


Figure 4.1 : Densité de probabilité du modèle de Weibull avec changement du paramètre de forme m et avec un paramètre d'échelle $\sigma_0 = 4000 \text{ MPa}$.

Comme évoqué précédemment, la loi de Weibull repose sur une hypothèse cohérente avec le comportement fragile des fibres de carbone, où la rupture est gouvernée par le défaut le plus critique.

Néanmoins, en tant que loi de distribution asymétrique, le modèle de Weibull peut être utilisé de manière empirique pour modéliser d'autres distributions de propriétés mécaniques telles que le module de traction E (Figure 3.15) ou l'allongement à rupture ϵ (Figure 3.14)

Une forme simplifiée du modèle de Weibull est obtenue en fixant le paramètre de position σ_u à zéro. Ce qui donne la version du modèle de Weibull à deux paramètres (m, σ_0). L'effet de σ_u sur la courbe de répartition est illustré en Figure 4.2, en comparant les deux modèles de Weibull (à 2 et 3 paramètres) en ayant considéré le module m et le paramètre d'échelle σ_0 constants. Concrètement, pour une valeur de $\sigma_u = 1 \text{ GPa}$ la courbe est décalée de 1 GPa vers les valeurs positives.

Lorsque les données présentent un retard dans l'apparition des premières ruptures, l'introduction d'un seuil peut améliorer la qualité de l'ajustement. Dans ce cas, la loi de Weibull tronquée proposée par Islam et al. [150] permet de représenter cette absence de données dans la zone des faibles contraintes, en intégrant une valeur dite de troncature dans l'équation de Weibull, qui remplace le paramètre de position selon l'Eq. 13 :

$$P(\sigma) = 1 - \exp\left(-\left(\frac{\sigma^m - t^m}{\sigma_0^m}\right)\right)$$

Avec t qui représente la borne inférieure de la distribution à déterminer avec le jeu de données expérimental. L'influence de cette troncature est également illustrée sur la Figure 4.2.

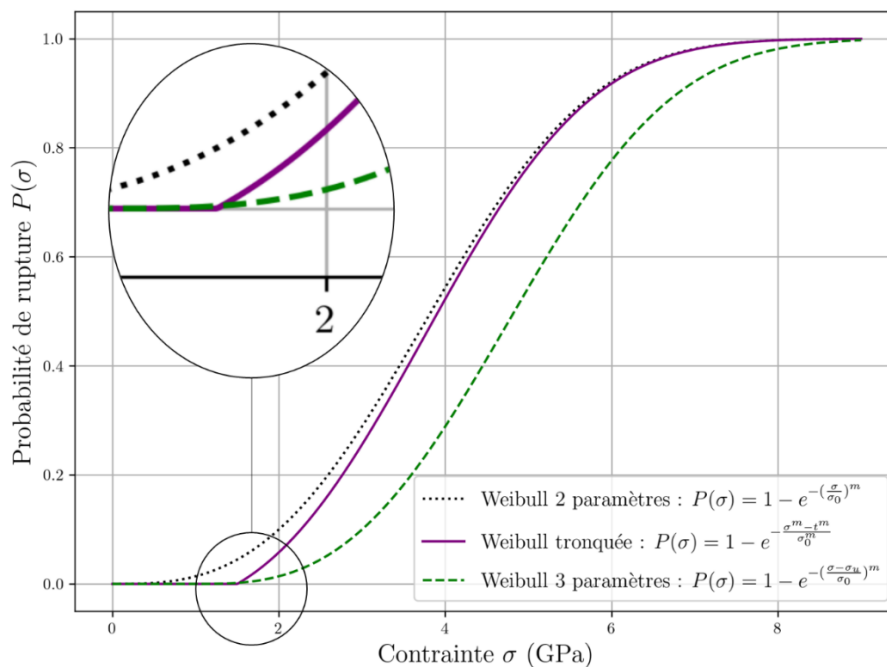


Figure 4.2 : Fonction de répartition Weibull à 2 et 3 paramètres et la loi de Weibull tronquée ($t = 1,5 \text{ GPa}$) [150]

Le modèle de Weibull tronqué d'Islam et al. [150], intègre un rapport $\frac{L}{L_0}$ entre la longueur de jauge considérée et une longueur de référence. Ce rapport de longueur est utilisé dans la littérature notamment quand il s'agit de comparer des modules de Weibull pour des données identifiées à différentes longueurs de jauge. Dans ce travail, tous les essais ont été réalisés à une longueur de jauge de 25 mm, ce terme est donc retiré des équations, de manière similaire à Kumar et al. [160].

4.2.1.2. Les lois, normale et lognormale

La loi normale est souvent utilisée pour modéliser un phénomène résultant de la somme de nombreux effets aléatoires indépendants, en particulier lorsque ces effets s'ajoutent. Cette hypothèse s'appuie sur le théorème central limite, qui dit que la somme de variables aléatoires indépendantes tend vers une distribution normale lorsque le nombre de termes augmente. Elle a été appliquée dans la littérature pour décrire la probabilité de rupture (sur la contrainte à rupture) de fibres [161], et peut approcher une loi de Weibull quand le paramètre de forme m se situe entre 3 et 4, comme mentionné précédemment. Elle est continue et symétrique autour de sa moyenne. Sa fonction de répartition est définie par deux paramètres : la moyenne μ et l'écart-type δ (noté δ ici pour ne pas confondre avec la contrainte σ), selon l'Eq. 14 :

$$F(\sigma) = \frac{1}{2} \left[1 + \operatorname{erf} \left(\frac{\sigma - \mu}{\delta \sqrt{2}} \right) \right] \quad (14)$$

Avec erf qui est la fonction d'erreur définie par : $\operatorname{erf}(\sigma) = \frac{2}{\sqrt{\pi}} \int_0^\sigma e^{-t^2} dt$.

La loi lognormale est utile pour représenter des jeux de données strictement positifs, comme ceux issus d'essais de traction. Contrairement à la loi normale, qui peut attribuer une probabilité à des valeurs négatives, la loi lognormale est définie uniquement pour des valeurs strictement positives, ce qui la rend plus cohérente avec le sens physique des grandeurs étudiées. Elle est continue et asymétrique. L'Eq. 15 donne la fonction de répartition de la loi lognormale :

$$F(\sigma) = \frac{1}{2} \left[1 + \operatorname{erf} \left(\frac{\ln(\sigma) - \mu}{\delta \sqrt{2}} \right) \right] \quad (15)$$

La Figure 4.3 illustre les fonctions de répartition des deux lois normale et lognormale avec la même moyenne et le même écart-type.

Contrairement à la loi de Weibull, les modèles normal et lognormal ne reposent pas sur une hypothèse physique de rupture. Ils sont utilisés ici comme outils descriptifs pour représenter la dispersion observée sur les différentes propriétés en traction (contrainte, module, allongement), dans un contexte où l'impact du recyclage et du cardage sur les distributions des données reste à analyser.

Les cinq modèles statistiques présentés ont donc pour objectif de représenter la variabilité des propriétés mécaniques des fibres de carbone. L'enjeu est d'une part, d'évaluer leur pertinence sur des fibres recyclées avant et après cardage, afin de mieux comprendre l'impact du procédé sur la dispersion des propriétés. Et d'autre part, permettre une description des distributions pour une intégration dans des modèles de comportement. L'étape suivante consiste à ajuster ces modèles aux données expérimentales par des méthodes d'estimation des paramètres, et à comparer leurs performances pour évaluer la pertinence de cet ajustement.

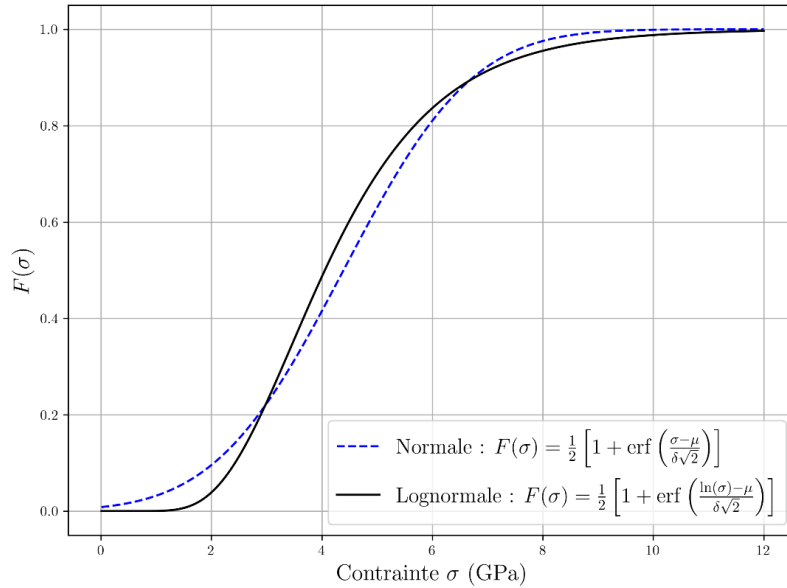


Figure 4.3 : Fonctions de répartition de la loi normale et lognormale

4.2.2. Ajustement des modèles sur les données expérimentales

L'estimation des paramètres des lois statistiques est réalisée par la méthode du maximum de vraisemblance (MLE). Cette méthode permet de déterminer, pour chaque modèle, les paramètres qui rendent les données expérimentales les plus cohérentes avec la forme de la distribution statistique considérée dans le calcul. Si l'on suppose que les valeurs de contrainte à rupture suivent une loi de Weibull à deux paramètres, les paramètres à estimer sont le module de Weibull (ou paramètre de forme) et le paramètre d'échelle respectivement m et σ_0 [162]. Pour un ensemble de mesures de contrainte, noté x_i (avec $i = 1, \dots, n$) la fonction de vraisemblance est définie comme le produit des densités de probabilité évaluées pour chaque valeur selon l'Eq. 16 :

$$L(m, \sigma_0; x_i) = \prod_{i=1}^n \left(\frac{m}{\sigma_0} \left(\frac{x_i}{\sigma_0} \right)^{m-1} \exp \left[- \left(\frac{x_i}{\sigma_0} \right)^m \right] \right) \quad (16)$$

Pour simplifier les calculs, la log-vraisemblance qui permet de transformer le produit en somme est utilisée selon l'Eq. 17 :

$$\ln L(m, \sigma_0; x_i) = n \ln(m) - nm \ln(\sigma_0) + (m + 1) \sum_{i=1}^n \ln(x_i) - \sum_{i=1}^n \ln\left(\frac{x_i}{\sigma_0}\right)^m \quad (17)$$

En dérivant la log-vraisemblance par rapport à chaque paramètre (m, σ_0) et en annulant les dérivées partielles, des extremums locaux sont obtenus [163]. Des algorithmes peuvent être utilisés pour optimiser cette recherche d'extremum, sans néanmoins garantir que le maximum trouvé soit global. La Figure 4.4 montre la surface de log-vraisemblance calculée à partir des données de contrainte à rupture du lot NO avec identification du maximum. Le maximum de vraisemblance est indiqué par le point rouge $m = 4,48$ et $\sigma_0 = 3441,7$ MPa. La courbure autour de ce point donne une première indication sur l'incertitude associée à l'estimation par MLE.

Pour quantifier cette incertitude sur les paramètres estimés, il est possible de calculer les écarts-types à partir de la matrice hessienne [153,164]. C'est une matrice qui contient les dérivées secondes de la log-vraisemblance par rapport aux paramètres de la distribution, au point où la vraisemblance a été mesurée comme maximale. Dans le cadre du maximum de vraisemblance, l'inverse de cette matrice fournit une approximation de la matrice de covariance des paramètres. Les valeurs sur les diagonales de la matrice donnent les variances estimées des paramètres, les écarts-types en sont déduits en prenant la racine carrée de la variance.

Pour une loi de Weibull à deux paramètres, la matrice de covariance est une matrice carrée 2x2 selon l'Eq. 18 :

$$\text{Matrice de covariance} = \begin{bmatrix} \text{Var}(m) & \text{Cov}(m, \sigma_0) \\ \text{Cov}(m, \sigma_0) & \text{Var}(\sigma_0) \end{bmatrix} \quad (18)$$

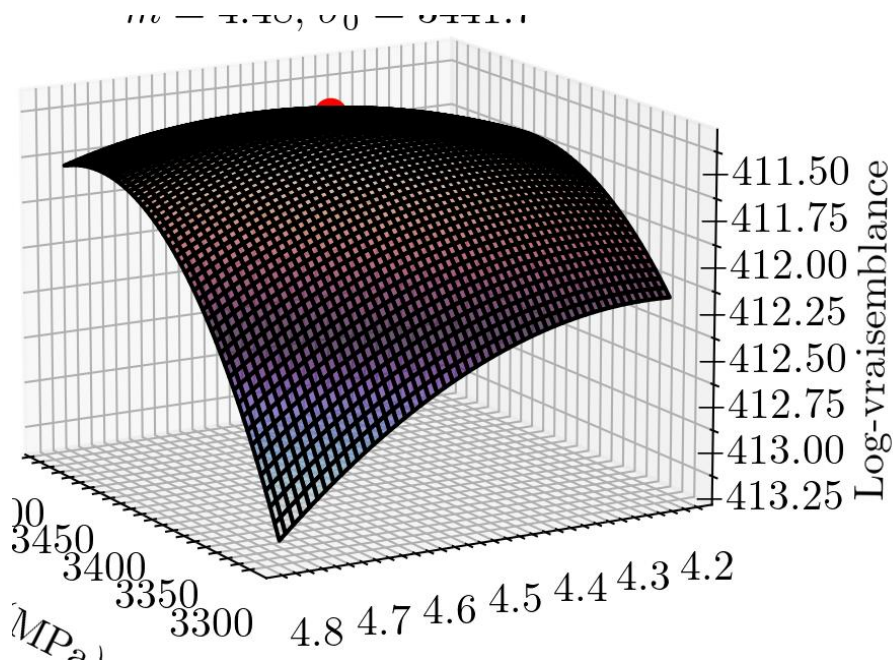


Figure 4.4 : Représentation de la log-vraisemblance pour m et σ_0 sur un modèle de Weibull à 2 paramètres, maximum trouvé au point rouge à -411,51.

Cette méthode est également applicable aux autres modèles testés, comme la loi normale, la loi lognormale ou la loi de Weibull tronquée.

4.2.3. Critères de performance de l'ajustement statistique

Une fois les paramètres estimés par la méthode du maximum de vraisemblance, il reste à évaluer la qualité de l'ajustement obtenu. En effet, la vraisemblance maximale ne garantit pas que le modèle choisi représente correctement les données d'un point de vue physique notamment. Il est possible, par exemple, qu'un ajustement donne des valeurs de paramètres peu cohérentes (comme un paramètre d'échelle négatif), tout en maximisant la vraisemblance. L'évaluation de la qualité de l'ajustement a pour but de déterminer si la distribution choisie représente correctement les données expérimentales, au-delà de l'ajustement réalisé par la méthode du maximum de vraisemblance. Trois critères sont utilisés pour cette évaluation : le test de Kolmogorov-Smirnov (KS), la p-valeur associée, et la somme des carrés des résidus (SCR).

Le test de KS mesure l'écart maximum entre une fonction de répartition empirique construite à partir des données expérimentales [165], et la fonction de répartition théorique associée au modèle choisi avec les paramètres estimés par MLE. Dans cette étude la fonction empirique est obtenue en triant les données par ordre croissant, puis en leur associant une probabilité cumulée allant de $\frac{1}{n}$ à $\frac{n}{n} = 1$, avec n le nombre de données. Pour un même jeu de données, si la valeur du test de KS obtenue pour un modèle est inférieure à celle des autres modèles, cela indique un meilleur ajustement sur ce critère.

Ce test a été utilisé par Song et al. [166] pour ajuster une loi de Weibull à deux paramètres sur des essais de traction statiques et cycliques de mèches de fibres de carbone T300. Rao et al. [167] l'ont également appliqué à des fibres vierges, en utilisant le test de KS avec une méthode de bootstrap pour évaluer les intervalles de confiance sur la fonction de répartition. D'autres exemples de la littérature ont utilisé cette méthode pour vérifier l'ajustement des jeux de données de traction sur des distributions estimées pour des fibres végétales [154] et pour des fibres de carbone [149].

Le test de KS utilise la p-valeur pour déterminer si un échantillon de données suit une distribution statistique. Une p-valeur ($> 0,5$) élevée signifie que les écarts observés entre la fonction de répartition empirique et théorique peuvent être dus à des fluctuations aléatoires, ce qui suggère que les données suivent probablement cette distribution. À l'inverse, une p-valeur faible, généralement en dessous du seuil $\alpha < 0,05$ indique que les écarts sont trop importants pour être attribués au hasard, ce qui conduit au rejet de l'hypothèse selon laquelle les données suivent la distribution testée. Pour un même jeu de données, plusieurs distributions peuvent être testées, et la comparaison des p-valeurs permet alors d'évaluer la qualité des ajustements en plus de la statistique du test de KS.

La Figure 4.5 montre l'ajustement d'une loi de Weibull à deux paramètres sur les données de contrainte à rupture du lot NO avec les paramètres de la distribution estimés par MLE dans la section précédente. La statistique du test de KS (D) et la p-valeur associée indiquent que la loi de Weibull ajustée

est statistiquement compatible avec les données. La valeur de $D = 0,0598$ correspond à l'écart maximal entre la répartition empirique et le modèle, et reste inférieure à celle obtenue pour les autres lois testées.

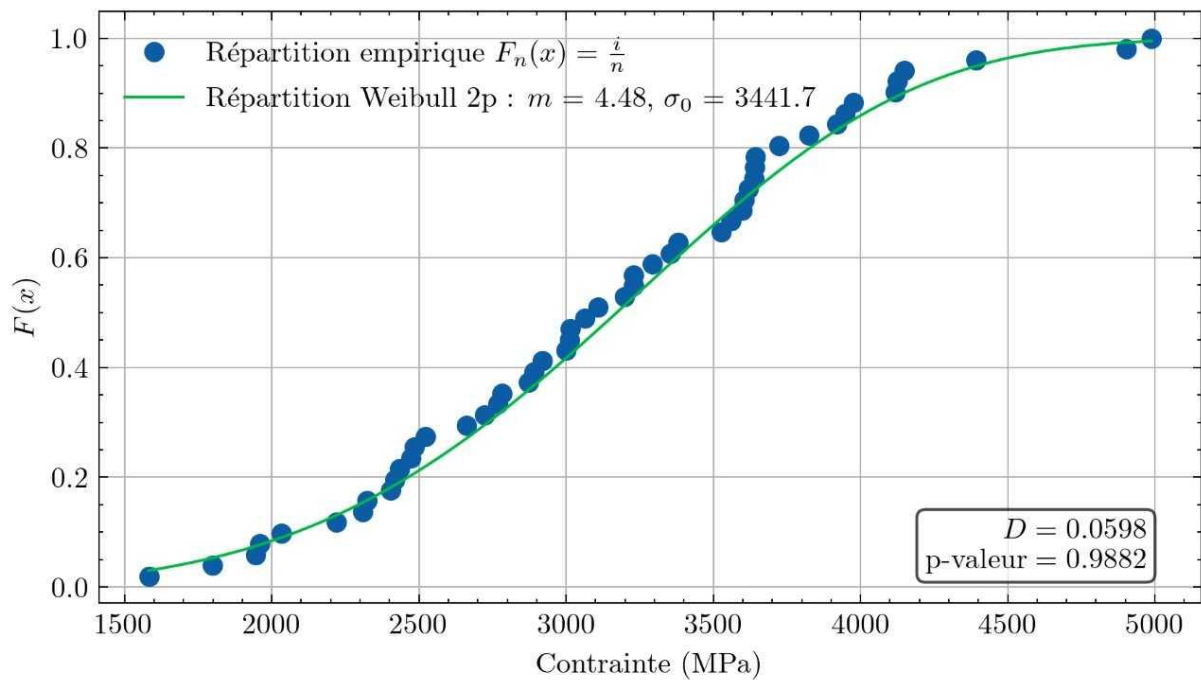


Figure 4.5 : Vérification de l'ajustement de Weibull à 2 paramètres sur le jeu de données de contrainte à rupture du lot NO selon la méthode du test de KS, avec D la distance maximum du test de KS.

La SCR (somme des carrés des résidus) mesure l'écart global entre les données expérimentales et celles prévues par la distribution ajustée. Elle est calculée comme la somme des carrés des différences entre la fonction de répartition empirique, construite de la même façon que pour le test de KS, et la fonction de répartition théorique du modèle choisi. Plus cette valeur est faible, plus l'ajustement entre les données expérimentales et le modèle est bon. Contrairement au test de KS qui mesure l'écart maximal entre les deux fonctions, la SCR prend en compte l'ensemble des écarts sur toutes les données, ce qui en fait un critère de plus pour évaluer la qualité de l'ajustement et pénalise davantage les grands écarts avec l'élévation au carré de la différence.

La Figure 4.6 permet de visualiser les différentes étapes de l'acquisition des données de traction jusqu'à l'ajustement des distributions et aux analyses réalisées.

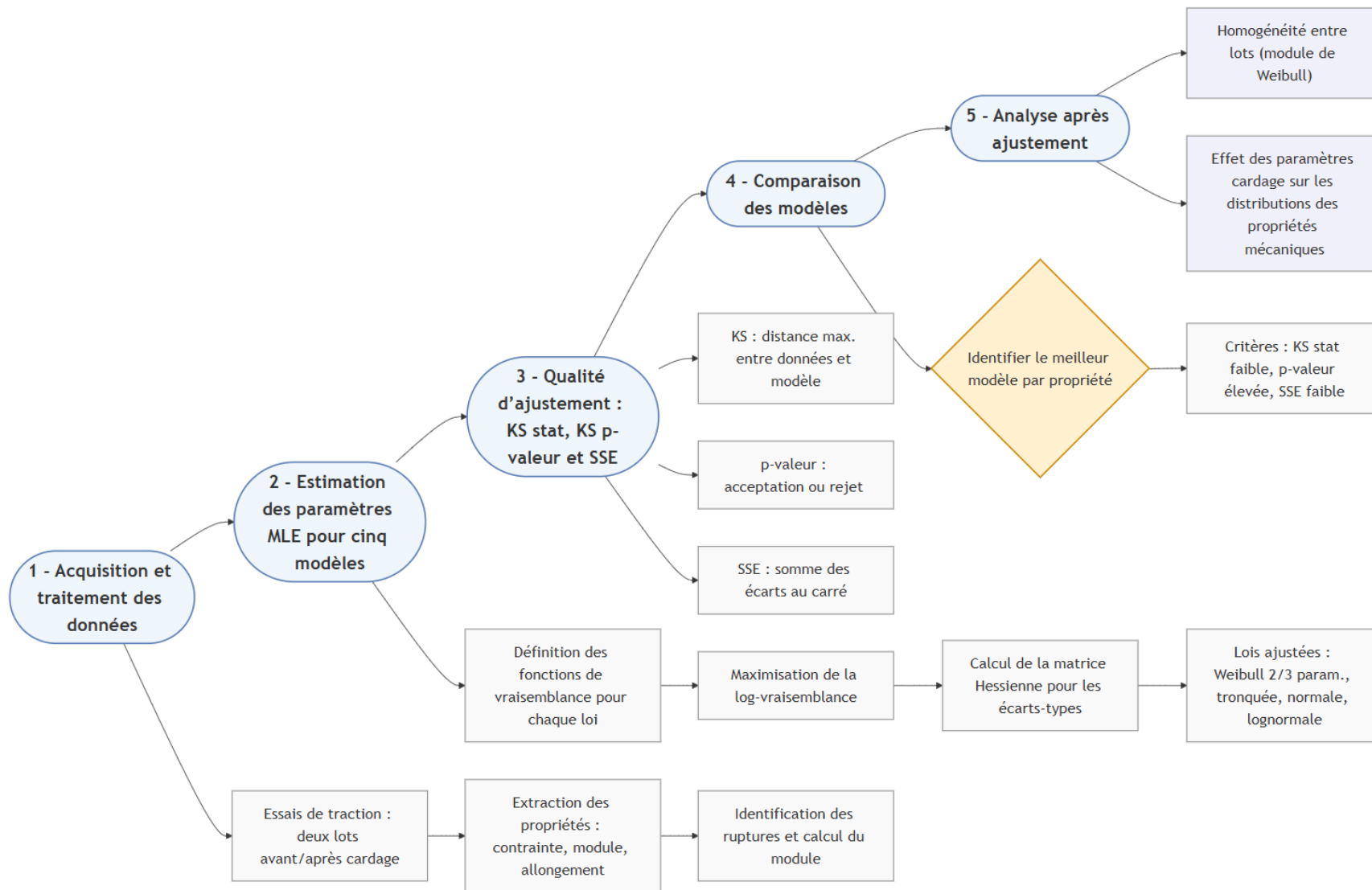


Figure 4.6 : Schéma récapitulatif de la démarche de modélisation statistique appliquée aux propriétés mécaniques des fibres de carbone recyclées

4.3. Comparaison de l'ajustement des lois de distributions sur un lot de fibres de carbone recyclées avant et après cardage

Les résultats de l'ajustement sont présentés pour deux lots NO et V2_M100_P1_DB_NO. Le premier correspond aux fibres de carbone recyclées avant cardage, le second aux mêmes fibres après un passage dans la carte. Ces deux lots ont été choisis pour représenter les distributions des propriétés en traction avant et après l'étape de cardage. L'analyse porte sur le module, la contrainte à rupture et l'allongement à rupture, pour lesquels les performances des cinq lois statistiques sont comparées. L'objectif est d'identifier une loi de distribution capable de modéliser correctement l'ensemble de ces propriétés mécaniques, afin de pouvoir ensuite comparer les distributions de chaque lot selon les différents paramètres de cardage.

4.3.1. Performance de l'ajustement des données d'allongement à rupture

Les résultats obtenus pour les cinq modèles sont présentés dans la Figure 4.7, et les paramètres estimés par MLE dans le Tableau 4.1. Les cinq lois ont été comparées selon trois critères : le test de Kolmogorov-Smirnov (KS), la p-valeur et la somme des carrés des résidus (SCR). Les codes couleur dans la figure indiquent les performances relatives de chaque modèle sur ces trois indicateurs, du vert pour le modèle qui performe le mieux sur la métrique considérée, au rouge pour celui qui performe le moins bien.

Avant cardage (lot NO), le test de KS est le plus faible pour le modèle de Weibull à deux paramètres (0,0574), suivi du modèle de Weibull tronqué (0,0689), puis de la loi normale (0,0718). Ces trois modèles obtiennent les p-valeurs les plus élevées, respectivement 0,993, 0,955 et 0,938. Ces deux métriques indiquent que le modèle de Weibull à deux paramètres est le plus proche de la distribution empirique, suivi par le modèle de Weibull tronqué, puis la loi normale. Pour la SCR, l'ordre est différent. Le modèle de Weibull à trois paramètres atteint la valeur la plus faible (0,0403), juste devant le modèle de Weibull à deux paramètres (0,0406), puis la loi normale (0,0447). Le modèle de Weibull tronqué a une SCR plus élevée (0,0831), ce qui indique des écarts plus importants entre les fonctions cumulées empiriques et théoriques. Cette différence entre les métriques de KS et la SCR s'explique par la nature quadratique de la SCR qui prend en compte les écarts sur toute la distribution.

La loi lognormale a la plus grande valeur du test de KS (0,102), la p-valeur la plus basse (0,622) la seconde valeur de SCR la plus élevée (0,0673). Elle performe moins bien que la loi normale, ce qui indique que les données ne présentent pas une asymétrie marquée.

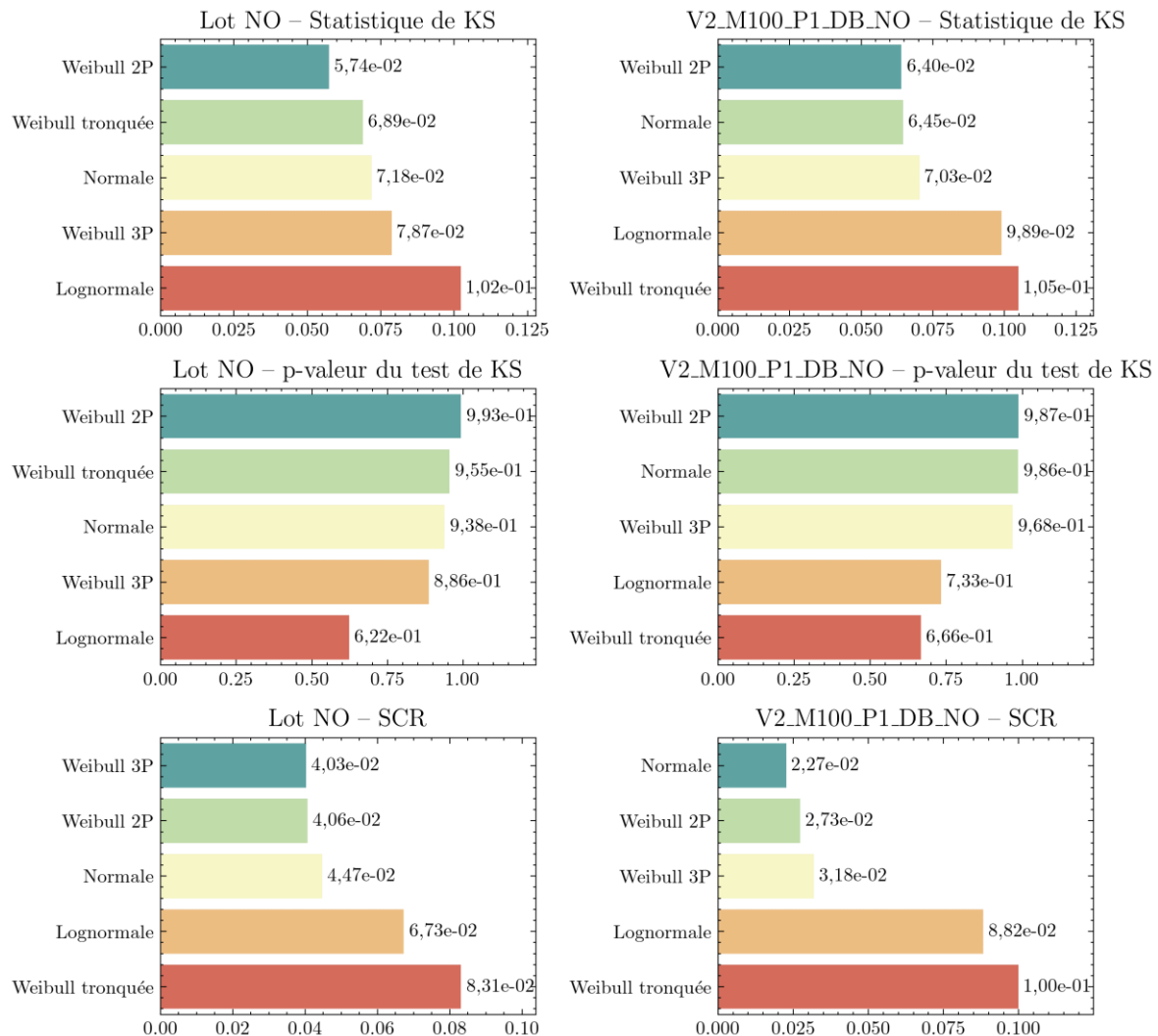


Figure 4.7 : Métriques pour l'ajustement des modèles statistiques sur l'allongement à rupture

Après cardage (lot V2_M100_P1_DB_NO), les valeurs du test de KS sont très proches pour le modèle de Weibull à deux paramètres (0,0640) et la loi normale (0,0645). Ces deux modèles donnent également les p-valeurs les plus élevées, respectivement 0,987 et 0,986, ce qui indique un bon ajustement entre la fonction empirique et la fonction théorique sur l'ensemble de la distribution. Le modèle de Weibull à trois paramètres a une valeur du test de KS légèrement plus élevée (0,0703) avec une p-valeur encore élevée (0,968), mais il est écarté en raison de l'estimation d'un seuil négatif ($\epsilon_u = -0,32$), qui n'a pas de sens physique.

Sur la SCR, la loi normale obtient la plus faible valeur (0,0227), suivie du modèle de Weibull à deux paramètres (0,0273), puis du modèle à trois paramètres (0,0318). Les écarts sont nettement plus marqués pour la loi lognormale (0,0882) et surtout pour le modèle de Weibull tronqué (0,100), ce qui indique une mauvaise concordance avec la distribution empirique sur l'ensemble des données.

Parmi les cinq modèles testés, le modèle de Weibull tronqué est le moins adapté sur l'ensemble des critères. Il donne la valeur de SCR la plus élevée, la statistique de KS la plus forte, et la p-valeur la

plus faible. Il est systématiquement dépassé par le modèle de Weibull à deux paramètres et par la loi normale.

Tableau 4.1 : Résultats d'ajustement des paramètres de distribution pour l'allongement à rupture

Modèle	m	ϵ_u	ϵ_0	t	Moyenne	Ecart-type
Lot NO						
weibull_2p	4,794050		1,722959			
weibull_3p	2,806089	0,639831	1,054514			
weibull_tronq	4,389623		1,695223	0,8514		
normale					1,577843	0,367393
lognormale					1,577843	0,371049
V2_M100_P1_DB_NO						
weibull_2p	5,236785	0,000000	1,703487			
weibull_3p	6,322325	-0,319789	2,029051			
weibull_tronq	5,585774		1,721336	0,7326		
normale					1,566222	0,352233
lognormale					1,566222	0,356213

Parmi les modèles testés, celui de Weibull à deux paramètres est celui qui s'ajuste le mieux aux distributions, à la fois avant et après cardage. La loi normale donne également de bons résultats sur l'ajustement. Avant cardage, le modèle de Weibull tronqué donne des valeurs correctes sur les métriques de KS, mais montre des écarts plus importants sur l'ensemble des données. Après cardage, il devient moins adapté. La loi lognormale reste la moins performante sur l'ensemble des critères, y compris avant cardage. Elle ne permet pas de mieux représenter les distributions observées.

La Figure 4.8 permet de comparer visuellement les courbes ajustées à la distribution empirique.

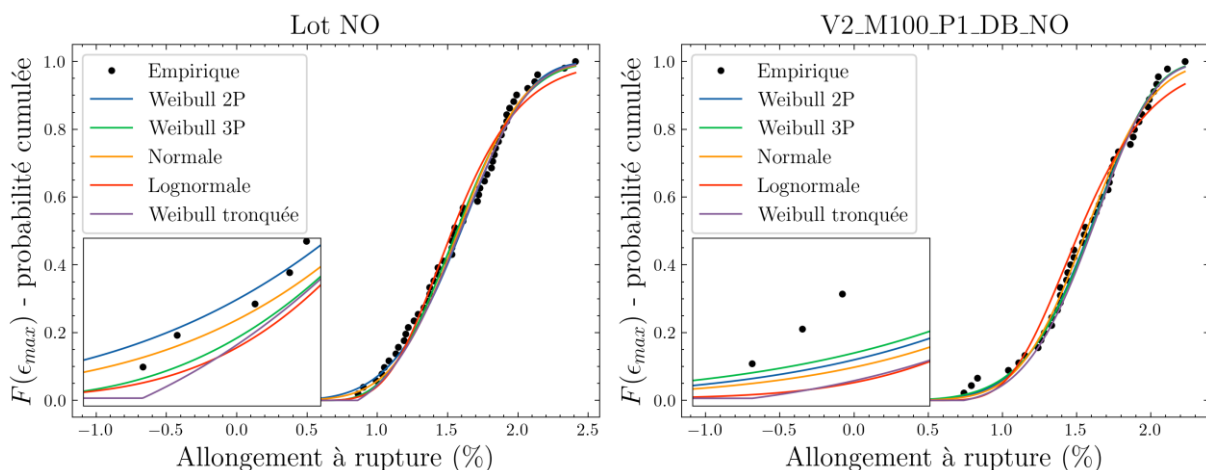


Figure 4.8 : Courbes de distribution cumulée empirique et ajustements par cinq lois statistiques sur l'allongement à rupture (ϵ_{max}) pour les lots NO et V2_M100_P1_DB_NO

Sur les deux lots, le modèle de Weibull à deux paramètres et la loi normale suivent bien la courbe empirique sur la majeure partie de la distribution. Les écarts les plus visibles apparaissent en début de courbe, où la loi lognormale et le modèle de Weibull tronqué sous-estiment systématiquement les premières valeurs. Ces écarts sont cohérents avec les valeurs élevées de SCR observées pour ces deux modèles sur les deux lots.

4.3.2. Performance de l'ajustement des données de contrainte à rupture

Les résultats obtenus pour la contrainte à rupture sont présentés dans la Figure 4.9, et les paramètres estimés par MLE dans le Tableau 4.2.

Avant cardage (lot NO), le modèle de Weibull à deux paramètres donne la statistique de KS la plus faible (0,0598) et une p-valeur élevée (0,988). La loi normale et le modèle à trois paramètres obtiennent des valeurs proches de ce modèle, mais légèrement supérieures. En revanche, la SCR est plus faible avec le modèle à trois paramètres (0,0254), devant celui à deux paramètres (0,0375). Le modèle de Weibull tronqué obtient une valeur du test de KS et une p-valeur correcte, en deuxième position derrière le modèle à deux paramètres, mais une SCR nettement plus élevée. La loi lognormale reste la moins bien ajustée sur l'ensemble des critères.

Après cardage (lot V2_M100_P1_DB_NO), le modèle de Weibull à deux paramètres et la loi normale conservent de bons ajustements, avec des valeurs de KS proches (autour de 0,082) et les deux meilleures SCR (0,0445 et 0,0386). Le modèle Weibull 3P donne un paramètre de localisation négatif ($\sigma_u = -1164$) pour ce lot, ce qui n'a pas de sens physique, de façon similaire au paramètre de localisation pour l'allongement. Pour le lot NO, le paramètre reste positif ($\sigma_u = 1247$) et la SCR est la plus faible parmi les distributions testées, mais l'ajustement reste moins satisfaisant que celui obtenu avec la loi de Weibull à deux paramètres. La loi lognormale et le modèle de Weibull tronqué donnent les p-valeurs les plus faibles et les SCR les plus élevées.

Dans l'ensemble, le modèle de Weibull à deux paramètres reste le plus cohérent sur les deux lots. La loi normale donne également de bons ajustements, en particulier après cardage. L'ajustement du modèle de Weibull à trois paramètres, bien que performant sur certaines métriques, a défini un seuil négatif sur le lot après cardage. La loi lognormale et le modèle tronqué s'écartent davantage de la distribution empirique, en particulier dans les zones de faibles et fortes contraintes, ce qui se reflète dans les valeurs de KS et de SCR.

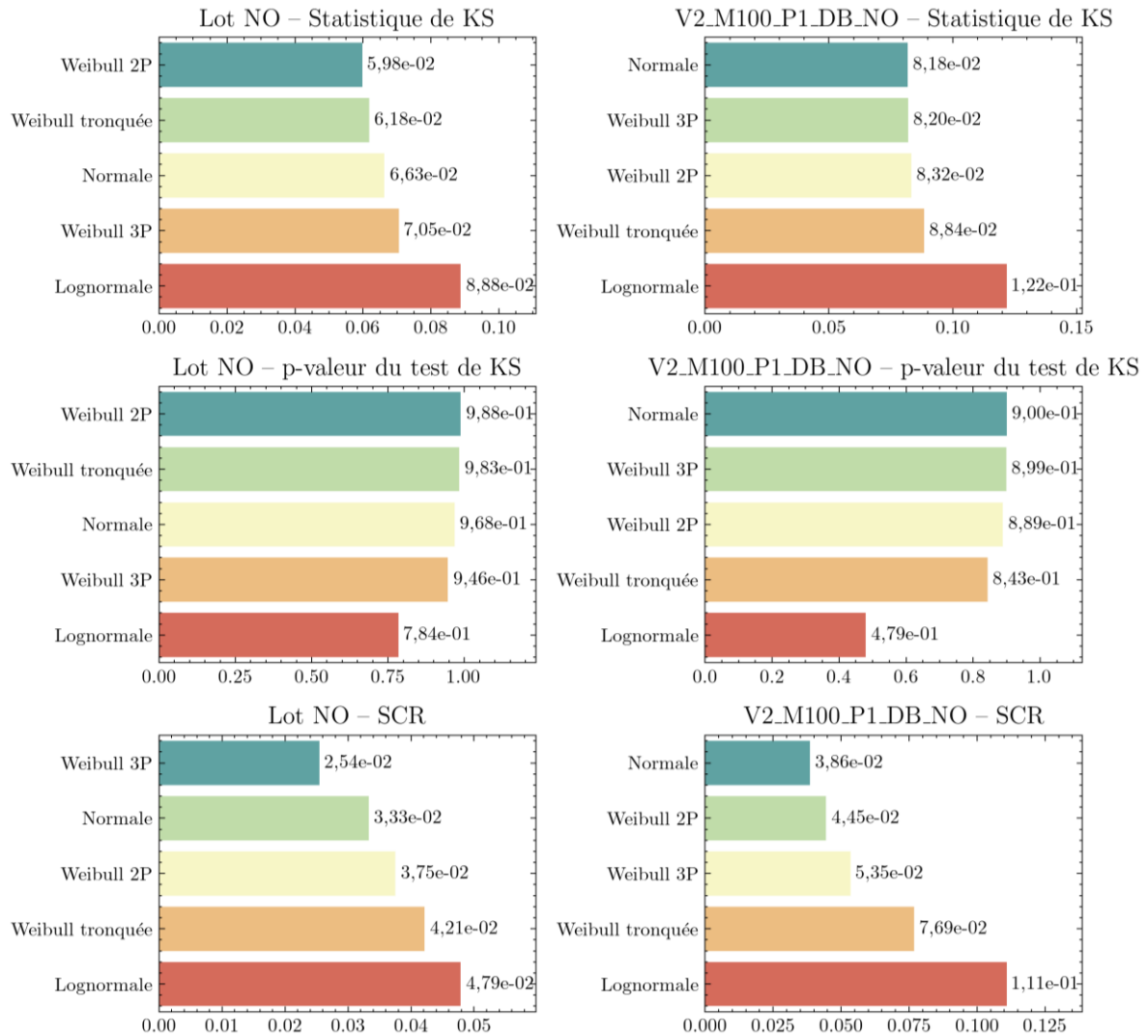


Figure 4.9 : Métriques pour l'ajustement des modèles statistiques sur la contrainte à rupture

Tableau 4.2 : Résultats d'ajustement des paramètres de distribution pour la contrainte à rupture

Modèle	m	σ_u	σ_0	t	Moyenne	Ecart-type
Lot NO						
weibull_2p	4,480256		3442,135100			
weibull_3p	2,681489	0,639831	2132,524194			
weibull_tronq	4,247062		3408,744526	1583,0		
normale					3143,117647	765,597848
lognormale					3143,117647	773,215924
V2_M100_P1_DB_NO						
weibull_2p	4,989604		3512,858500			
weibull_3p	6,828347	-1163,93418	4697,453746			
weibull_tronq	5,235434		3538,489357	1278,0		
normale					3221,377778	760,033633
lognormale					3221,377778	768,621857

La Figure 4.10 permet de confirmer les écarts observés dans les métriques d'ajustement. En début de distribution, avant comme après cardage, les deux modèles qui s'écartent le plus de la courbe empirique sont la loi lognormale et le modèle de Weibull tronqué, avec des valeurs systématiquement plus faibles que les données. Après cardage, une divergence plus nette apparaît également en fin de courbe, où la loi lognormale passe nettement sous la distribution empirique. Ces écarts en début et fin de distribution expliquent les valeurs plus élevées de la statistique KS et de la SCR obtenues pour ces deux modèles.

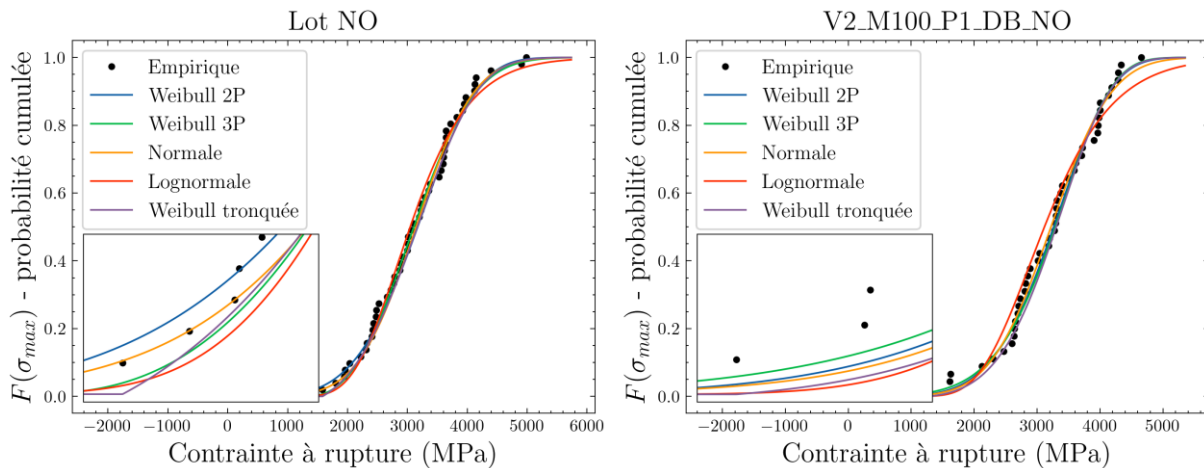


Figure 4.10 : Courbes de distribution cumulée empirique et ajustements par cinq lois statistiques sur les données de contrainte à rupture pour les lots NO et V2_M100_P1_DB_NO

4.3.3. Performance de l'ajustement des données de module de traction

Pour clôturer la comparaison de l'ajustement des modèles, le module de traction a également été ajusté avec les cinq lois de distribution. Les résultats sont regroupés dans la Figure 4.11 et le

Avant cardage (lot FCr NO), le modèle de Weibull à deux paramètres donne la statistique de KS la plus faible (0,0928) et une p-valeur élevée (0,737), ce qui indique une bonne proximité avec la fonction empirique. Le modèle à trois paramètres obtient des valeurs similaires pour ces deux métriques (KS = 0,0934, p-valeur = 0,730), et une SCR légèrement plus faible (0,0551 contre 0,0547). Toutefois, ce modèle donne un seuil de localisation négatif, ce qui limite encore une fois son interprétation. La loi normale donne une p-valeur plus faible que celles des modèles de Weibull à deux et trois paramètres (0,599 contre 0,737 et 0,730 respectivement) et une SCR plus élevée (0,0977), ce qui indique une concordance moins bonne avec la distribution empirique, en particulier comparée au modèle de Weibull à deux paramètres. Le modèle de Weibull tronqué et de façon plus importante la loi lognormale ont des valeurs de KS et de SCR encore plus élevées, traduisant des écarts visibles entre les courbes ajustées et les données, notamment en début et fin de courbe Figure 4.12.

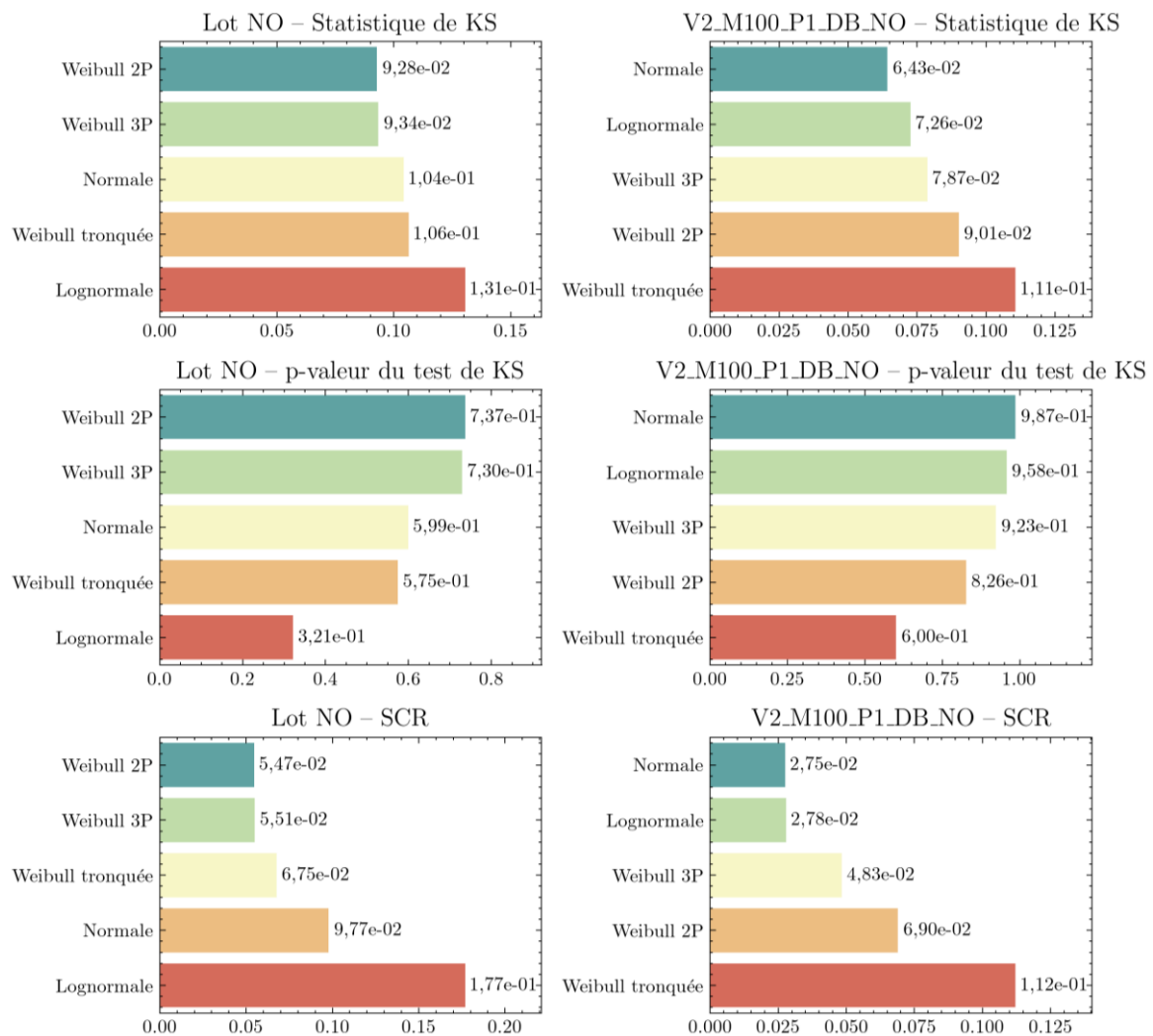


Figure 4.11 : Métriques pour l'ajustement des modèles statistiques sur le module de traction

Après cardage (lot V2_M100_P1_DB_NO), la loi normale donne les meilleures valeurs sur l'ensemble des critères : statistique de KS la plus faible (0,0643), p-valeur la plus élevée (0,987) et plus faible SCR (0,0275). La loi lognormale reste proche de la loi normale, avec une statistique de KS légèrement plus élevée (0,0726) et une SCR comparable (0,0278). Le modèle de Weibull à deux paramètres a une p-valeur de 0,826, mais une SCR plus élevée (0,0690), ce qui reflète des écarts plus marqués avec les autres fonctions de répartition. Le modèle à trois paramètres atteint une SCR intermédiaire de 0,0535, mais ne dépasse aucune des lois normale et lognormale, malgré un seuil positif ($E_u = 109 \text{ GPa}$). Le modèle de Weibull tronqué reste le plus éloigné de la distribution empirique, avec une SCR élevée et une p-valeur plus faible (0,600).

Dans l'ensemble, le modèle de Weibull à deux paramètres donne les meilleurs ajustements avant cardage, avec des écarts faibles sur l'ensemble des métriques. Après cardage, la loi normale devient la plus adaptée, avec les meilleures valeurs de KS, de p-valeur et de SCR. Au global les lois lognormale et tronquée sont celles qui s'écartent le plus des données expérimentales même si après cardage la distribution lognormale est proche de la loi normale sur certains indicateurs.

Tableau 4.3 : Résultats d’ajustement des paramètres de distribution pour le module de traction

Modèle	m	E_u	E_0	t	Moyenne	Ecart-type
Lot NO						
weibull_2p	10,994207		194,915155			
weibull_3p	11,366356	-6,412414	201,356593			
weibull_tronq	11,369559		195,412368	124,0		
normale					186,235294	20,596581
lognormale					186,235294	20,801527
V2_M100_P1_DB_NO						
weibull_2p	16,327605		198,928269			
weibull_3p	7,177126	109,377970	89,022217			
weibull_tronq	16,860870		199,282435	149,0		
normale					192,822222	13,510965
lognormale					192,822222	13,663636

La Figure 4.12 montre les distributions cumulées empiriques et les ajustements obtenus pour le module de traction sur les deux lots. Avant cardage (lot NO), les modèles de Weibull à deux et trois paramètres sont les plus proches des points expérimentaux en début de courbe. Les deux distributions suivent correctement la montée initiale, tandis que la loi normale et la loi lognormale s’en écartent davantage, en particulier en fin de courbe. Cette observation est cohérente avec les valeurs de KS et de SCR plus élevées obtenues pour ces deux lois. Après cardage (lot V2_M100_P1_DB_NO), les premiers points de la distribution empirique sont initialement proches du modèle de Weibull à deux paramètres, mais la suite des valeurs suit davantage la loi normale et la loi lognormale.

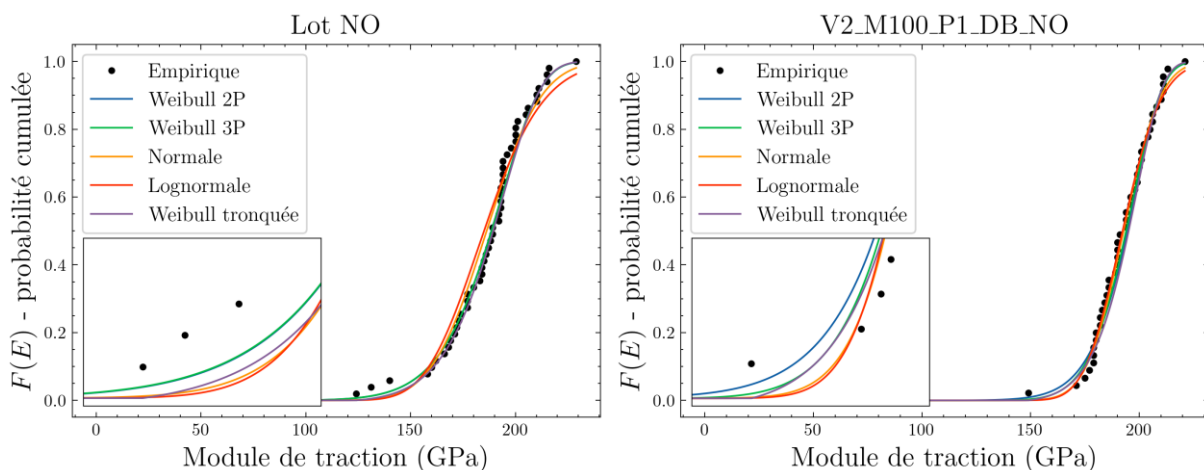


Figure 4.12 : Courbes de distribution cumulée empirique et ajustements par cinq lois statistiques pour le module de traction des lots NO et V2_M100_P1_DB_NO

4.4. Discussion et choix du modèle pour la suite de l'analyse

L'ajustement statistique des trois propriétés mécaniques a permis d'évaluer les performances de cinq lois de distribution sur les deux lots de fibres recyclées. Les comparaisons ont été conduites à partir des valeurs de KS et de la somme des carrés des résidus.

Pour l'allongement à rupture, la loi de Weibull à deux paramètres ajuste le mieux les données sur les deux lots. La loi normale donne des résultats proches après cardage, alors que les lois lognormale et de Weibull tronquée s'éloignent davantage de la distribution empirique.

Pour la contrainte à rupture, la loi de Weibull à deux paramètres reste la plus proche des données avant cardage. Après cardage, les lois normale, Weibull à deux et trois paramètres donnent des résultats assez proches sur les critères d'ajustement. Le modèle de Weibull à trois paramètres conduit toutefois à des valeurs négatives du paramètre de localisation, ce qui n'a pas de sens physique.

Pour le module de traction, la loi normale a les plus faibles écarts sur les métriques avec la distribution empirique après cardage. Avant cardage, la loi de Weibull à deux paramètres reste parmi les modèles les mieux ajustés aux données. La Weibull tronquée s'écarte davantage des observations sur le module de traction.

L'estimation par maximum de vraisemblance appliquée au modèle de Weibull à trois paramètres a conduit dans plusieurs cas à des valeurs négatives du paramètre σ_u . Une analyse complémentaire a été conduite sur les données de contrainte à rupture du lot après cardage V2_M100_P1_DB_NO, en faisant varier manuellement la valeur du paramètre de localisation σ_u autour de la valeur minimum du jeu de données de contrainte à rupture sur ce lot. La fonction de log-vraisemblance a été calculée pour chaque valeur de σ_u jusqu'à ce minimum, au-delà duquel la distribution n'est plus définie [168].

Aucune valeur de σ_u strictement inférieure au minimum des données ne permet d'obtenir une p-valeur ou une statistique de KS supérieure à celles obtenues par maximum de vraisemblance avec $\sigma_u = -1163 \text{ MPa}$. La p-valeur atteint son maximum à 0,924 avec une statistique KS de 0,079 à $\sigma_u = 1624 \text{ MPa}$, soit au-dessus du minimum $\min(\sigma) = 1273 \text{ MPa}$, et supérieure aux valeurs obtenues par maximum de vraisemblance. Cependant, avec cette valeur de σ_u , une partie des données les plus faibles n'est plus intégrée dans le modèle. De plus, comme le montre la Figure 4.13, en limitant σ_u à l'intervalle $[0, \min(\sigma)[$ la valeur la plus élevée de log-vraisemblance et la valeur minimum de la statistique de KS est obtenue à $\sigma_u = 0 \text{ MPa}$, soit la loi de Weibull à deux paramètres.

Ainsi, la loi de Weibull à deux paramètres est retenue pour la suite de l'étude afin d'analyser l'influence des paramètres de cardage sur les distributions des propriétés mécaniques. Ce choix permet de limiter le nombre de paramètres sans dégrader l'ajustement des données.

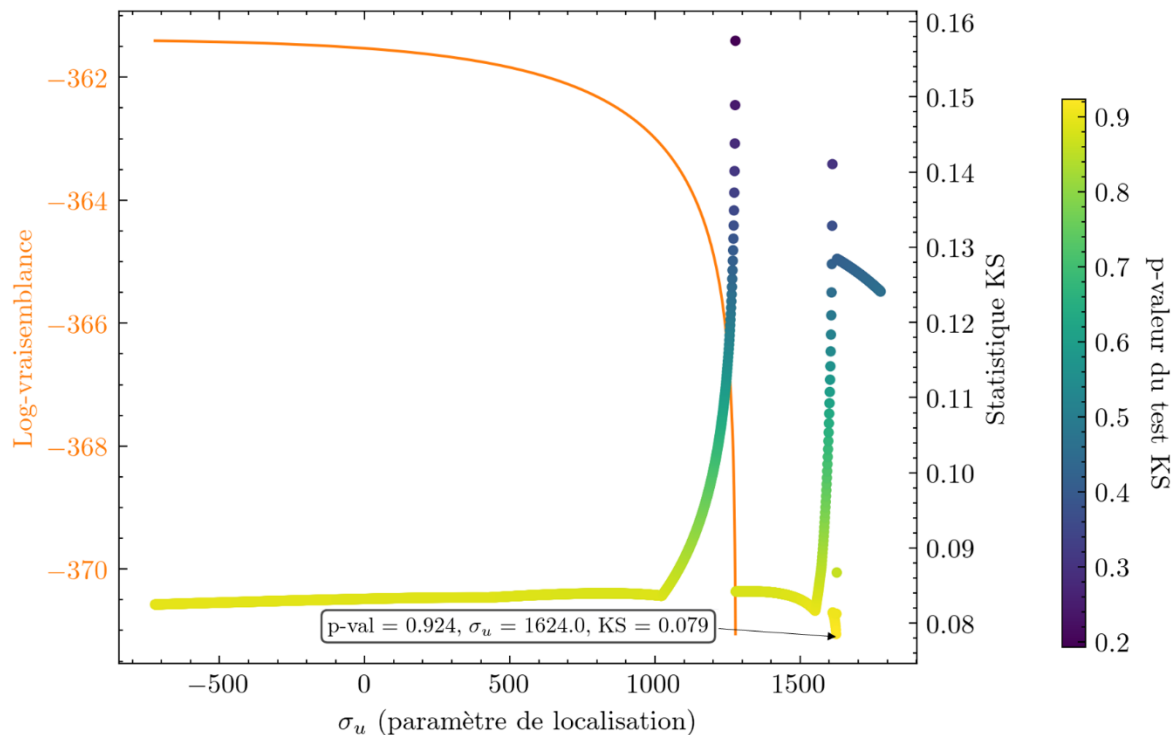


Figure 4.13 : Évolution de la log-vraisemblance, de la statistique KS et de sa p-valeur, en fonction du paramètre de localisation σ_u pour la loi de Weibull à trois paramètres sur le lot V2_M100_P1_DB_NO

4.5. Analyse des évolutions des paramètres m et σ_0 de la loi de Weibull à deux paramètres selon les conditions de cardage

L'analyse statistique des propriétés mécaniques a été conduite en utilisant la loi de Weibull à deux paramètres. Ce modèle comporte un paramètre de forme m , associé à la dispersion des valeurs (module de Weibull) et un paramètre d'échelle, noté selon la propriété étudiée ϵ_0 pour l'allongement à rupture, σ_0 pour la contrainte à rupture et E_0 pour le module de traction. Le paramètre d'échelle correspond à la valeur en dessous de laquelle se trouvent 63,2 % des données, quelle que soit la propriété considérée.

L'évolution de ces deux paramètres de la loi de Weibull est analysée en fonction des différentes configurations de cardage appliquées qui sont pour rappel, la vitesse de cardage (V), la proportion de FCr dans le mélange avec des fibres de PP (M), le nombre de passages dans la carde (P), la densité d'alimentation (D) et l'ouvrison des fibres (O).

Les paramètres de forme et d'échelle sont étudiés pour chacune des trois propriétés mécaniques à l'échelle fibre. Les valeurs obtenues après ajustement de la loi de Weibull à deux paramètres, ainsi que les écarts-types (ET) associés aux deux paramètres, calculés à partir de la matrice de covariance, sont présentés dans le Tableau 4.4.

Tableau 4.4 : Résultats des ajustements des paramètres de Weibull et de leurs écarts-types ET pour la contrainte à rupture, l'allongement à rupture et le module de traction selon les différentes configurations de cardage.

Configuration	<i>m</i>	<i>ET(m)</i>	<i>Echelle</i>	<i>ET(Echelle)</i>
Contrainte à rupture (MPa)				
Lot NO	4,48	0,475	3441,7	113,7
Lot O	6,417	0,698	3674,9	84,4
V1_M70_P1_DB_NO	6,675	1,019	3703,9	119,8
V2_M100_P1_DB_NO	4,99	0,595	3512,9	110,3
V2_M100_P1_DB_O	5,176	0,538	3559,9	104,5
V2_M100_P3_DB_O	4,488	0,505	3376,5	110,3
V2_M50_P1_DB_NO	5,903	0,92	3681,9	131,3
V2_M50_P1_DE_NO	3,786	0,462	3694,2	148,6
V2_M70_P1_DB_NO	6,291	0,709	3830	93,6
V2_M85_P1_DB_NO	5,256	0,593	3841,1	109,6
Allongement à rupture (%)				
Lot NO	4,794	0,518	1,7	0,1
Lot O	6,998	0,776	1,7	0
V1_M70_P1_DB_NO	6,913	1,059	1,8	0,1
V2_M100_P1_DB_NO	5,237	0,623	1,7	0,1
V2_M100_P1_DB_O	6,288	0,697	1,7	0
V2_M100_P3_DB_O	4,784	0,524	1,6	0
V2_M50_P1_DB_NO	6,942	1,102	1,6	0
V2_M50_P1_DE_NO	4,397	0,536	1,8	0,1
V2_M70_P1_DB_NO	6,358	0,694	1,8	0
V2_M85_P1_DB_NO	5,868	0,639	1,8	0
Module de traction (GPa)				
Lot NO	10,994	1,183	194,9	2,6
Lot O	19,026	2,021	210,6	1,6
V1_M70_P1_DB_NO	11,931	1,692	206,5	3,8
V2_M100_P1_DB_NO	16,327	1,849	198,9	1,9
V2_M100_P1_DB_O	19,764	2,32	203,8	1,6
V2_M100_P3_DB_O	12,609	1,387	208,9	2,4
V2_M50_P1_DB_NO	14,4	2,189	213,6	3,1
V2_M50_P1_DE_NO	20,176	2,303	199,6	1,5
V2_M70_P1_DB_NO	17,666	1,989	204,5	1,8
V2_M85_P1_DB_NO	17,847	1,89	201	1,7

4.5.1. Distributions des contraintes à rupture selon les paramètres de cardage

Après cardage, une diminution de la dispersion des contraintes à rupture est observée dans plusieurs configurations par rapport au lot NO. Cette tendance se retrouve sur les valeurs du module de Weibull m du Tableau 4.4. Une augmentation de la valeur moyenne du module de Weibull m est observée pour les lots non ouverts NO après cardage, passant de 4,48 avant cardage (lot NO) à 5,78. Cette augmentation indique une réduction globale de la dispersion des contraintes à rupture. Elle reste visible malgré l'inclusion de configurations susceptibles de dégrader davantage les fibres, comme une forte densité d'alimentation ou un nombre élevé de passages.

La Figure 4.14 montre l'évolution des distributions de contrainte à rupture ajustées à la loi de Weibull à deux paramètres selon les différents paramètres de cardage. Les différences de σ_0 entre les lots sont visibles par le décalage horizontal des distributions, tandis que les variations du paramètre de forme m modifient la forme des courbes : à échelle constante, une distribution plus étroite et plus haute indique une valeur de m plus élevée, tandis qu'un élargissement et un abaissement du pic indiquent une dispersion plus importante (valeur de m plus faible). Les valeurs exactes de m sont reportées dans le Tableau 4.4.

Sur le paramètre de vitesse de cardage V , les valeurs de σ_0 sont plus élevées sur les lots V1_M70_P1_DB_NO et V2_M100_P1_DB_NO que sur le lot avant cardage NO. Par exemple, σ_0 atteint 3704 MPa pour V1_M70_P1_DB_NO. En comparant V1 et V2, on observe un décalage supplémentaire de σ_0 vers des valeurs plus hautes et une diminution de m . Ces différences restent dans la variabilité mesurée sur V1, qui comporte un nombre limité d'échantillons (30 fibres). Les distributions de contrainte à rupture restent néanmoins assez proches.

Pour le paramètre associé au taux de fibres de carbone recyclées dans le voile, M , l'augmentation du taux de fibres thermoplastiques s'accompagne d'une hausse de σ_0 et de m . La distribution tend vers des valeurs plus élevées et devient plus homogène, avec moins de faibles valeurs que dans le lot avant cardage (NO). À l'inverse, le lot V2_M100_P1_DB_NO, cardé sans fibres thermoplastiques, présente une distribution de contrainte à rupture proche de celle du lot NO. Dans cette configuration, la dispersion reste comparable et les propriétés mécaniques ne sont pas améliorées.

Sur le nombre de passage dans la carde P , la comparaison est faite avec le lot O, qui a, avant cardage, une distribution déjà plus homogène que le lot NO ($m = 6,42$, $\sigma_0 = 3675$ MPa), du fait de l'étape d'ouvraison. Après un passage de cardage, m passe de 6,42 à 5,18 et σ_0 de 3675 à 3560 MPa. Après trois passages, m diminue encore jusqu'à 4,49 et σ_0 jusqu'à 3377 MPa. Le nombre de passages entraîne ainsi une diminution progressive des propriétés avec une dispersion qui s'élargit. Cette tendance doit toutefois être nuancée, les essais en P3 ayant été menés uniquement sur des lots 100 % fibres de carbone, pour lesquels le cardage, réalisé sans fibres thermoplastiques, est plus agressif. Des tests complémentaires sur des mélanges contenant des fibres thermoplastiques seraient nécessaires pour confirmer cette tendance.

Pour le paramètre de densité d'alimentation D, l'augmentation de la densité d'alimentation par un facteur 4 entraîne une dispersion plus large des contraintes à rupture. Le lot V2_M50_P1_DE_NO montre une diminution de m à 3.79 par rapport au lot V2_M50_P1_DB_NO alors que σ_0 reste autour de 3694 MPa. La hausse de la densité favorise les contacts et les contraintes mécaniques entre fibres pendant le traitement, ce qui augmente la probabilité de retrouver des fibres plus fragiles et réintroduit des faibles valeurs dans la distribution avec une dispersion encore plus importante que le lot avant cardage.

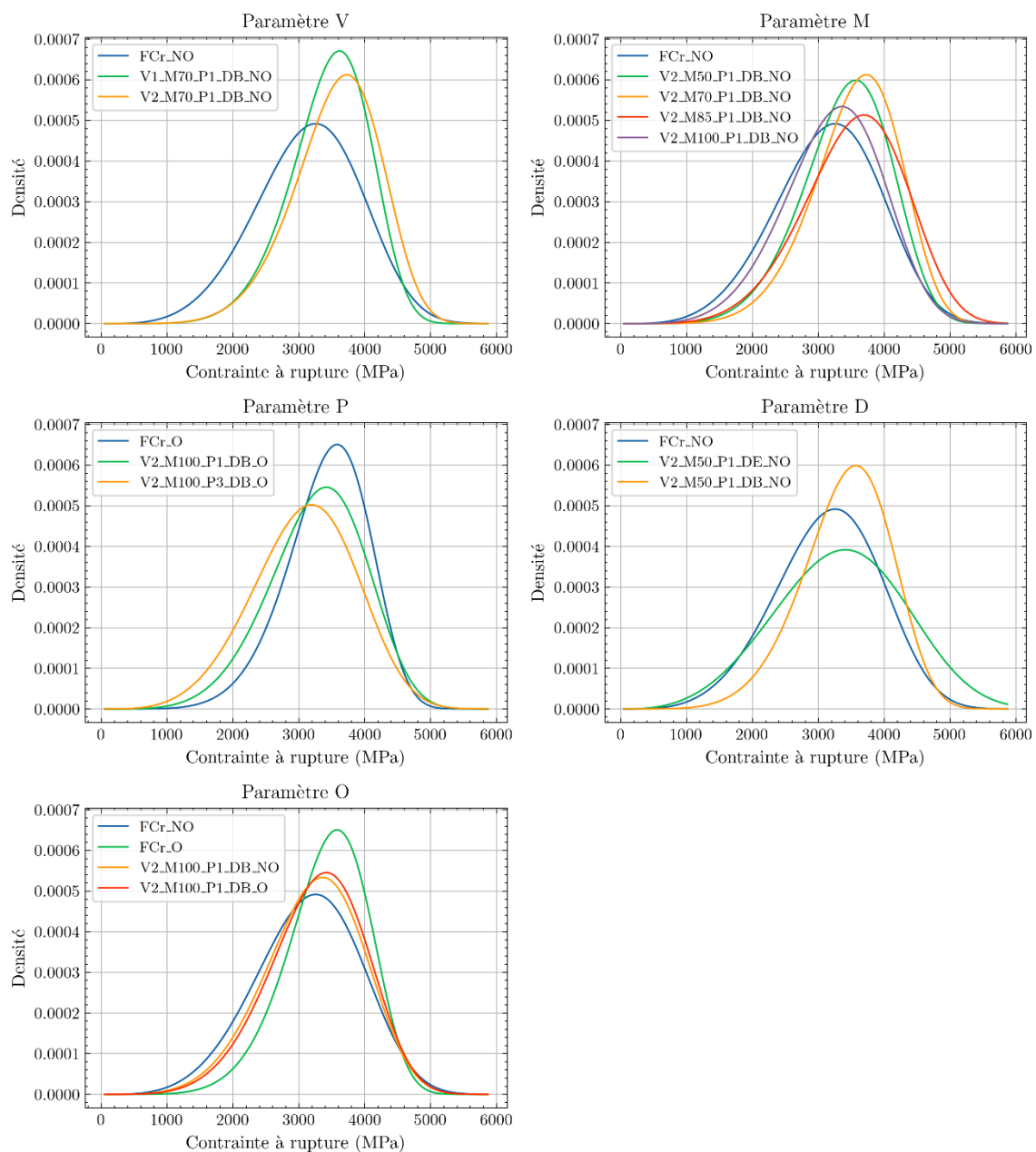


Figure 4.14 : Ajustement de la loi de Weibull à 2 paramètres sur les contraintes à rupture par condition de cardage

Concernant le paramètre d'ouvrison des fibres O, les distributions obtenues après un passage de cardage sur les lots ouverts (O) et non ouvert (NO) sont très proches. Les valeurs de σ_0 et m sont similaires. En revanche, avant cardage, l'effet de l'ouvrison est visible car la valeur de m passe de 4,48 (lot NO) à 6,42 (lot O), ce qui indique une réduction importante de la dispersion des valeurs de contraintes à rupture. Cette étape, qui peut être considérée comme un traitement des fibres avant cardage, influence donc la distribution initiale des valeurs de contrainte. Après cardage, les différences s'atténuent, mais les essais réalisés concernent uniquement des fibres 100 % carbone (M100).

D'un point de vue statistique, les différentes configurations de cardage conduisent dans l'ensemble à un resserrement des distributions de contrainte à rupture, avec une réduction des faibles valeurs. L'augmentation de σ_0 et de m observée dans plusieurs cas traduit un déplacement des distributions vers des contraintes plus élevées et une diminution de la dispersion. Ce comportement est plus marqué dans les configurations de « faible sollicitation » mélange avec fibres thermoplastiques, faible vitesse, débit bas. Dans ces cas, les fibres les plus fragiles semblent éliminées, soit au cours du cardage, soit lors de la préparation des éprouvettes, sans qu'une dégradation visible des propriétés des fibres ne soit observée. À l'inverse, les configurations plus sévères, combinant plusieurs passages et une densité élevée, tendent à accroître la dispersion des valeurs de contraintes à rupture, ce qui pourrait traduire une réintroduction de défauts. Une vérification par microscopie électronique à balayage (SEM) pourrait permettre de confirmer la présence ou non de défauts de surface sur les fibres issues de voiles cardés avec des sollicitations plus importantes.

4.5.2. Distributions des allongements à rupture selon les paramètres de cardage

Après cardage, une diminution de la dispersion des allongements à rupture est majoritairement observée par rapport au lot NO ($m = 4,79, \epsilon_0 = 1,7 \%$). Toutefois, cet effet apparaît moins marqué que pour la contrainte à rupture. La Figure 4.15 montre l'évolution des distributions d'allongement à rupture ajustées à une loi de Weibull à deux paramètres selon les différents paramètres de cardage.

Pour le paramètre V, il y a une homogénéisation des valeurs comparable à celle observée sur la contrainte à rupture. Les valeurs de ϵ_0 restent proches, avec $\epsilon_0 = 1,8 \%$ et $m = 6,91$ pour le lot V1_M70_P1_DB_NO. Les variations restent dans les écarts-types des mesures.

Pour le paramètre M, l'augmentation du taux de fibres thermoplastiques mène également à une réduction des faibles valeurs d'allongement, traduite par une augmentation de m , comme sur V2_M70_P1_DB_NO ($m = 6,36, \epsilon_0 = 1,8 \%$). En revanche, ϵ_0 n'évolue pas par rapport au lot initial FCr_NO. La distribution des allongements à rupture du lot V2_M100_P1_DB_NO, sans fibres thermoplastiques, reste aussi proche de FCr_NO ($m = 5,24, \epsilon_0 = 1,7 \%$).

L'augmentation du nombre de passages P entraîne la diminution progressive de m . Avant cardage, la distribution FCr_O a pour paramètres $m = 6,99$ et $\epsilon_0 = 1,7 \%$. Après un passage, ces

valeurs passent de $m = 6,29$ et $\epsilon_0 = 1,7\%$, à $m = 4,78$ et $\epsilon_0 = 1,6\%$ après trois passages. Tout comme pour la contrainte à rupture il y a une dispersion croissante des valeurs d'allongement à rupture avec l'augmentation du nombre de passages.

De façon similaire, l'augmentation de la densité D d'alimentation accroît la dispersion des valeurs. Sur le lot V2_M50_P1_DE_NO, m diminue à 4,40, tandis que ϵ_0 reste à 1,8 %.

Enfin, pour l'ouvrison des fibres O, ϵ_0 ne change pas entre les lots ouverts et non ouverts (1,7 %). m est cependant un peu plus élevé sur le lot ouvert ($m = 6,29$) que sur le lot non ouvert ($m = 5,24$), ce qui indique une dispersion légèrement plus faible après ouvrison mais de façon cohérente avec la dispersion des valeurs des lots avant cardage.

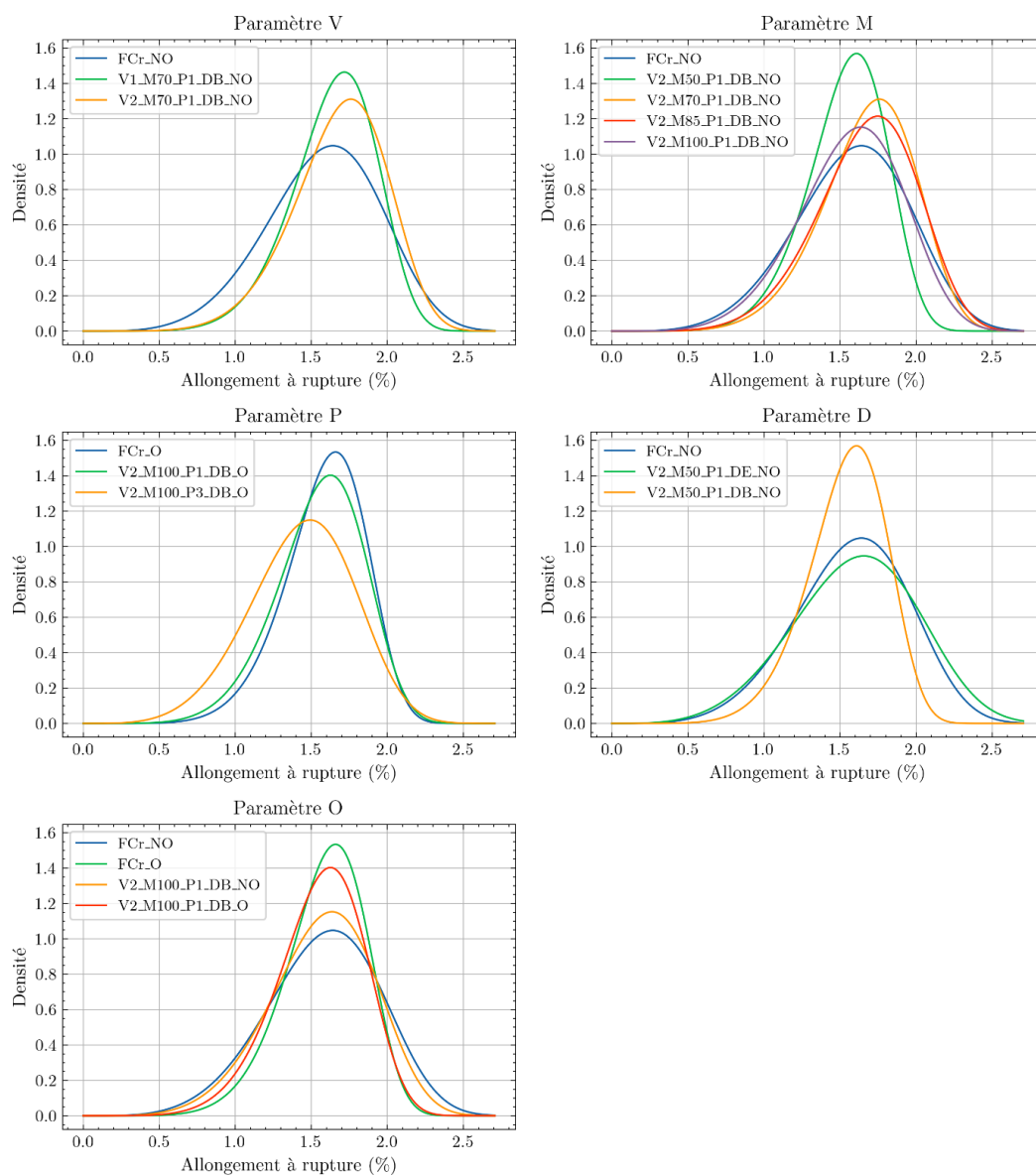


Figure 4.15 : Ajustement de la loi de Weibull à 2 paramètres sur les allongements à rupture par condition de cardage

Les valeurs d'allongement à rupture diminuent en dispersion après cardage, sans décalage important des valeurs de paramètre d'échelle ϵ_0 . Ce résultat est cohérent avec le comportement attendu sur des fibres

rigides, où l’allongement à rupture reste corrélé à la contrainte à rupture. Les modifications observées sur l’allongement à rupture suivent donc globalement celles constatées sur la contrainte à rupture, sans changement de tendance significatif.

4.5.3. Distributions des modules de traction selon les paramètres de cardage

La Figure 4.16 montre les distributions de module de traction ajustées à une loi de Weibull à deux paramètres selon les différentes configurations de cardage. La présence des faibles valeurs de module de traction diminue après cardage, dans toutes les configurations à l’exception de celle comportant trois passages (P3). Cela se traduit par des distributions plus étroites et décalées vers des modules plus élevés, ce qui reflète une augmentation quasi-systématique de E_0 et du module de Weibull m .

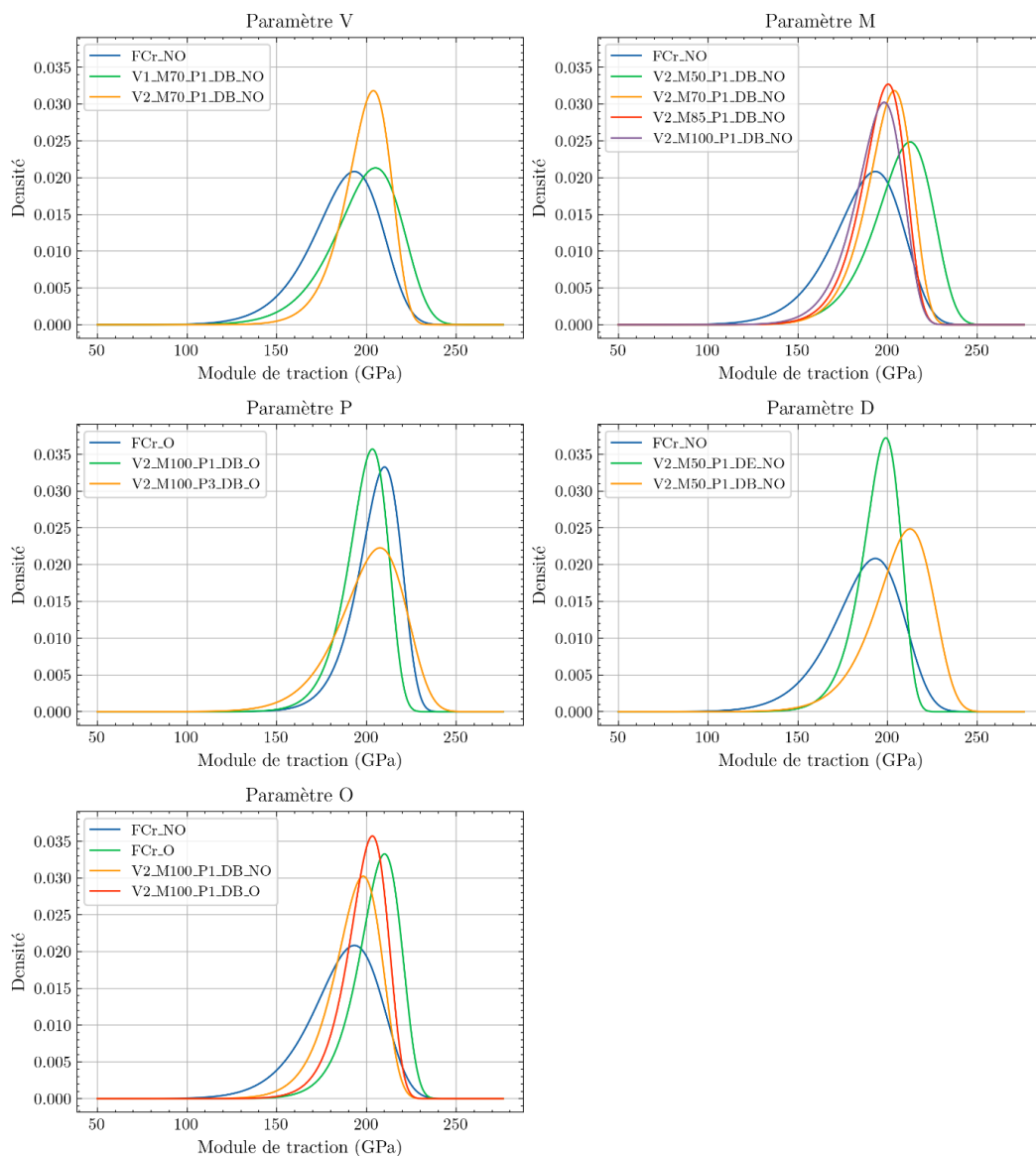


Figure 4.16 : Ajustement de la loi de Weibull à 2 paramètres sur les modules de traction par condition de cardage

Ce comportement est particulièrement visible pour les configurations de cardage correspondant à des sollicitations plus importantes sur les fibres, comme une vitesse de cardage élevée ou une densité d'alimentation élevée. Dans ces cas, les valeurs de E_0 et m augmentent nettement. Cette modification des distributions pourrait indiquer une tendance à la rigidification des fibres, sans qu'un mécanisme précis puisse être identifié à ce stade, compte tenu des résultats des essais de traction cyclique présentés au chapitre 3. Bien qu'une diminution progressive de l'allongement maximal ait été observée à partir du 75e cycle lors de l'essai à 200 cycles, sans réduction des valeurs de contrainte à rupture.

Puisque le cardage tend à éliminer une partie des fibres présentant les plus faibles contraintes à rupture, il peut être pertinent d'examiner si ce sont celles qui présentent également les modules les plus faibles. Pour cela, les 20 fibres ayant les plus faibles contraintes à rupture ont été extraites, en excluant les configurations à trois passages. Leurs modules de traction ont été représentés en Figure 4.16, avec une distinction des conditions expérimentales. Les fibres issues du lot NO y apparaissent en bleu clair. En proportion du nombre total de configurations, ce lot est surreprésenté dans cet échantillon, ce qui suggère qu'une part non négligeable des fibres les plus fragiles provient du gisement non cardé. À l'inverse, les fibres issues des configurations après cardage sont moins représentées. Une légère tendance à des modules plus élevés est observée dans ce sous-groupe, en particulier pour les fibres à contrainte plus élevée. Cette représentation vise uniquement à visualiser la répartition des modules parmi les fibres les moins résistantes, sans établir de lien direct entre module et contrainte à rupture, ces deux grandeurs étant mesurées à des endroits différents de l'essai.

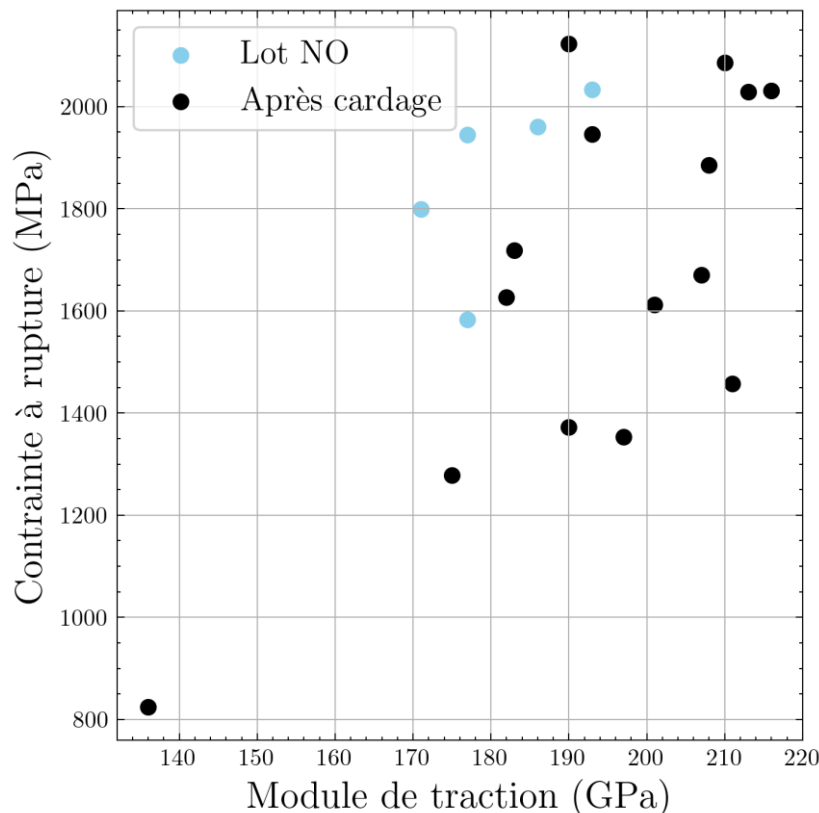


Figure 4.17 : Répartition des modules de traction pour les 20 fibres présentant les plus faibles contraintes à rupture

Les valeurs de modules de traction deviennent plus homogènes après cardage en réduisant progressivement les fibres aux modules de traction les plus faibles. Cette homogénéisation est observée dans toutes les configurations avec l'augmentation de E_0 et m . Seule la condition comportant trois passages présente une dispersion plus marquée, avec une valeur de $m = 12,609$, nettement inférieure à celles des autres configurations après cardage. Une exploration plus détaillée de l'effet de la vitesse de la densité sur la distribution des modules pourrait être envisagée. L'analyse des fibres à faibles contraintes à rupture suggère que la disparition des fibres fragiles contribue à l'homogénéisation observée sans toutefois pouvoir conclure. En revanche, la chute du module et la hausse de dispersion observées après trois passages pourraient refléter un autre mécanisme, encore non identifié, et dont l'effet sur la rigidité des fibres semble moins trivial que pour l'augmentation de la dispersion de contrainte à rupture observée après trois passages et à densité élevée.

Afin de mieux caractériser ces effets, des analyses complémentaires pourraient être menées par diffraction des rayons X aux grands angles (WAXS) et spectroscopie Raman. La WAXS permettrait d'évaluer d'éventuelles modifications de l'orientation des plans graphitiques dans la microstructure des fibres de carbone. En complément, la spectroscopie Raman pourrait fournir des indications sur la quantité de défauts dans la structure [169].

4.6. Conclusion

La modélisation statistique des propriétés mécaniques des fibres de carbone recyclées avant et après cardage a permis d'évaluer différentes lois de distribution. Les comparaisons menées sur les données d'allongement à rupture, de contrainte à rupture et de module de traction montrent que la loi de Weibull à deux paramètres fournit majoritairement les ajustements les plus cohérents avec les distributions empiriques, avant comme après cardage. La loi normale donne des ajustements parfois proches à celle de Weibull à deux paramètres, notamment pour le module de traction après cardage.

Toutefois, les modifications observées sur les distributions semblent en partie liées à un effet de sélection, avec d'une part la casse des fibres les plus fragiles pendant le cardage et donc trop courtes pour être testées, et la sélection opérée lors de la préparation des échantillons. Cette double sélection pourrait expliquer une partie resserrement des distributions observées sur les trois propriétés mécaniques, et sans exclure la contribution d'autres mécanismes, qui restent à être mieux caractérisés.

Les paramètres du modèle de Weibull évoluent différemment selon les conditions de cardage. Alors que certaines configurations conduisent à un resserrement des distributions, le nombre de passages dans la carte, et pour la contrainte à rupture la densité d'alimentation, entraînent une augmentation de la dispersion des propriétés mécaniques, avec un élargissement des distributions et la réapparition de valeurs plus faibles.

Le choix de la loi de Weibull à deux paramètres permet de décrire correctement les distributions observées et pourra être utilisé directement dans des modèles mécaniques de comportement des non-

tissés cardés. Il sera possible de coupler ces distributions statistiques à des modèles de comportement macroscopiques des voiles ou des composites ayant comme renfort ces voiles.

Cependant, l'exploitation de ces modèles reste limitée par la quantité de données disponibles. La variabilité naturelle des fibres et des procédés implique des jeux de données de taille encore insuffisante pour alimenter des modèles prédictifs plus complexes ou des approches d'apprentissage automatique, comme cela était prévu dans les premiers objectifs de ce projet. Le développement de bases de données plus larges permettrait d'intégrer des approches d'intelligence artificielle et d'améliorer la modélisation des non-tissés en fibres de carbone recyclés.

La démarche statistique conduite dans ce travail permet de caractériser l'effet du cardage sur les distributions de propriétés et servira à alimenter des modèles numériques de prédiction du comportement des non-tissés issus de la régénération par voie cardée.

Conclusions et perspectives

Les travaux de cette thèse ont porté sur l'impact des paramètres de cardage sur les propriétés morphologiques et mécaniques de fibres de carbone recyclées issues de vapo-thermolyse. L'objectif principal était de déterminer dans quelle mesure le cardage pouvait structurer ces fibres discontinues en structures continues en limitant la dégradation des propriétés mécaniques, et de développer des méthodes de caractérisation et de modélisation statistiques adaptées à leur variabilité. L'étude s'inscrit dans un contexte où les fibres de carbone recyclées, mais discontinues, présentent un potentiel de réutilisation dans des structures textiles ou composites, mais où les mécanismes propres aux procédés, tels que le cardage, sont encore peu documentés à l'échelle des fibres individuelles.

Ces travaux se sont appuyés en premier lieu sur le développement de technologies textiles (cardage, étirage) à l'échelle laboratoire et adaptées aux fibres de carbone.

Sur le procédé de cardage un plan d'expérience a été établi et a permis d'étudier cinq paramètres : nombre de passages (P), densité d'alimentation (D), taux de fibres thermoplastiques (M), vitesse du tambour (V) et type d'ouvrison initiale (O). L'influence de ces paramètres a porté sur la longueur et la répartition des fibres, leur orientation, leur homogénéité massique, ainsi que leurs propriétés mécaniques à l'échelle individuelle. Ces paramètres ont couvert les principaux leviers susceptibles d'affecter l'orientation, la dispersion et l'intégrité des fibres lors du cardage.

Pour les propriétés morphologiques, plusieurs outils de caractérisation ont été adaptés ou développés afin de rendre compte des effets du changement des paramètres de cardage sur les fibres de carbone recyclées. La longueur des fibres a été mesurée par traitement d'image sur des échantillons de 150 fibres. L'orientation des fibres dans une configuration de voile cardé puis étiré a été évaluée à l'aide d'une caméra polarisée. L'homogénéité des voiles a été estimée par pesées sur des tranches de 10 cm, permettant d'estimer l'écart relatif à une répartition idéale et d'en déduire une amplitude d'irrégularité. Le diamètre des fibres a été mesuré par microscopie optique avant chaque essai de traction à l'échelle élémentaire, selon des protocoles définis au chapitre 2.

Les écarts de diamètre observés entre les différentes configurations restent faibles et proches des écarts-types mesurés au sein de chaque lot. Les résultats montrent que la longueur des fibres diminue avec le nombre de passages dans la carde, en raison d'une fragmentation accrue liée aux sollicitations des fibres répétées. À l'inverse, l'ajout de fibres thermoplastiques permet de limiter partiellement cette réduction de longueur, avec une légère augmentation de la longueur médiane et une baisse de la proportion de fibres courtes. L'orientation des fibres est caractérisée selon une méthode développée pour les voiles en fibres de carbone recyclées et permet d'identifier l'orientation des fibres individuelles avec une résolution suffisante. La mesure reste limitée par la présence d'un fond polarisé, qui ne peut pas être totalement corrigé, à l'heure actuelle, par le traitement d'image. Enfin, l'homogénéité massique du voile en sortie de carde ne semble pas significativement influencée par les paramètres étudiés, les variations observées étant principalement liées à l'alimentation manuelle en entrée de machine.

Les propriétés mécaniques des fibres ont été évaluées à partir d'essais de traction sur fibres unitaires, avec un protocole adapté pour corriger la complaisance du système de mesure. La complaisance machine a été mesurée par régression linéaire sur des longueurs de jauge multiples conformément à la norme NF ISO 11566. Une différence de complaisance machine a été mesurée entre les fibres recyclées et les fibres vierges T800. Après régularisation par le diamètre individuel, l'écart entre les deux types de fibres diminue mais reste significatif, avec une différence moyenne de l'ordre de 9 % et une p-valeur de 0,032. Toutefois, lorsque les modules de traction sont corrigés à partir des complaisances mesurées, les écarts entre modules bruts et corrigés restent faibles : de l'ordre de 1 GPa pour les fibres recyclées des lots NO et O, et de 0,5 GPa pour les fibres vierges T800.

Dans l'ensemble, les résultats montrent que le cardage, lorsque les paramètres sont maîtrisés, n'entraîne pas de dégradation significative des propriétés mécaniques des fibres de carbone recyclées. Les valeurs mesurées de contrainte à rupture, module de traction et allongement à rupture, après cardage, restent comprises dans les plages observées des caractéristiques des fibres avant cardage. Certaines configurations présentent même une légère augmentation du module. Une variabilité plus marquée est toutefois observée sur la contrainte à rupture dans les configurations soumises à de fortes sollicitations, notamment après trois passages, une diminution de la moyenne s'accompagne d'une hausse de l'écart-type, suggérant une augmentation de la dispersion de la contrainte à rupture. Des essais de traction cyclique ont été réalisés pour explorer l'une des pistes avancées concernant l'augmentation du module observée après cardage. L'objectif était de simuler, à l'échelle de la fibre unitaire, les effets de sollicitations répétées similaires à celles subies par les fibres dans la carte. Sur ces premiers tests, aucune évolution du module n'a été observée dans la zone élastique initiale, mais une diminution progressive de l'allongement maximal à partir du 75^e cycle a été relevée sur l'essai à 200 cycles. Cette tendance, associée à des contraintes à rupture qui restent stables, pourrait conduire à une augmentation apparente du module, qui devra être confirmée par des essais complémentaires.

La forte variabilité observée entre fibres rend l'interprétation des évolutions des caractéristiques, par les moyennes, moins triviale. Dans cette optique, une analyse par distributions statistiques a été menée sur l'ensemble des lots, avant et après cardage. Il s'est avéré que la loi de Weibull à deux paramètres était la plus adaptée pour représenter les propriétés mécaniques. Ce résultat justifie d'autant plus le recours à une analyse statistique complémentaire aux seules valeurs moyennes et écarts-types, qui reposent sur l'hypothèse d'une distribution normale des données, moins adaptée ici que la loi de Weibull. L'ajustement par la loi de Weibull a permis de mettre en évidence l'évolution des distributions des données de traction selon les paramètres de cardage. L'augmentation du taux de fibres thermoplastiques conduit à un resserrement des distributions de contrainte à rupture et du module de traction, traduisant une homogénéisation des propriétés des fibres. À l'inverse, l'augmentation du nombre de passages et de la densité d'alimentation entraîne un élargissement des distributions, avec une réapparition de valeurs faibles, en particulier sur la contrainte à rupture.

L'ensemble des résultats obtenus montre qu'en maîtrisant les paramètres de cardage, il est possible de structurer des fibres de carbone recyclées sous forme de voile sans altérer significativement leurs propriétés mécaniques en traction. Le procédé permet, sous certaines configurations, d'obtenir des fibres

individualisées, dont les propriétés morphologiques, en longueur notamment ne sont pas énormément dégradées, tout en conservant un module de traction et une contrainte à rupture comparables à ceux des fibres initiales. Ce travail souligne néanmoins la nécessité de trouver un équilibre entre l'amélioration de l'individualisation des fibres et de l'homogénéité du mélange, favorisées par l'augmentation du nombre de passages, et la conservation des propriétés mécaniques et morphologiques, qui peuvent s'altérer au-delà d'un passage, comme l'ont montré les résultats obtenus à trois passages.

Cette étude contribue ainsi à combler un manque dans la littérature concernant l'impact du cardage sur les propriétés morphologiques et mécaniques fibres de carbone recyclées. Elle s'appuie sur des outils de caractérisation développés spécifiquement pour ce type de fibres, notamment pour le protocole d'analyse de l'orientation par caméra polarisée, adaptée à l'échelle microscopique pour une fibre unitaire, et encore peu explorée pour ces matériaux.

Enfin, un banc d'étirage a été conçu et assemblé spécifiquement pour ce projet, afin de permettre un meilleur alignement des fibres et une homogénéisation des voiles en sortie de cardage. Cette machine permettra la formation de structures encore plus orientées, en vue de leur transformation ultérieure par tissage ou de leur intégration dans des structures composites.

Plusieurs prolongements de ces travaux sont envisagés. Sur le plan expérimental, il s'agira d'abord de compléter certains essais afin de confirmer les tendances observées. Des essais de traction cyclique devront notamment être réalisés sur des fibres issues des configurations les plus sollicitées (par exemple à trois passages), afin de vérifier si les effets de fatigue observés sur les fibres non cardées se manifestent également après cardage, mais plus rapidement. Parallèlement, le développement des outils de caractérisation sera poursuivi, en particulier pour la caractérisation de l'orientation par image polarisée. L'objectif sera de supprimer le fond des images et automatiser leur traitement. Des mesures supplémentaires seront également nécessaires pour affiner l'analyse des propriétés morphologiques, notamment en longueur, de plus avec un nouveau dispositif de mesure, arrivé en fin de projet, qui permettra de confirmer les résultats mesurés le protocole utilisé dans cette étude.

Un second axe consistera à établir un lien entre les distributions mesurées à l'échelle fibre (morphologiques et mécaniques) et le comportement global des voiles obtenus. Ce qui permettra d'intégrer les résultats dans une logique de modélisation multi-échelle, et de prédire les propriétés mécaniques des voiles produits à partir des paramètres de cardage. Pour cet axe l'utilisation d'outils d'analyses d'images, qui permettront de définir les paramètres morphologiques sur des échantillons (échelle méso) de ces structures fibreuses (voiles, rubans) ainsi que leur dispersion, pourrait être couplée à des modèles décrivant le lien entre ces paramètres et des propriétés (imprégnabilité, caractéristique mécanique, etc...)

Une voie complémentaire concerne l'exploitation de méthodes d'intelligence artificielle pour prédire les propriétés des voiles à partir des paramètres de procédé. Des essais exploratoires ont déjà été menés avec des méthodes telles que SVM et forêts aléatoires, suggérant un potentiel pour la prédiction des distributions statistiques ou du comportement mécanique global. Toutefois, en raison du nombre encore limité de jeux de données disponibles, cette approche n'a pas été approfondie à ce stade.

La création de rubans étirés sera la suite directe de ces travaux. L'objectif sera d'étudier l'influence des paramètres d'étirage sur l'orientation des fibres, la régularité morphologique des structures obtenues, mais également sur les propriétés à l'échelle des fibres comme ça a été conduit dans ces travaux pour l'étape de cardage.

A l'échelle composite, il pourra être envisagé de réaliser des éprouvettes à partir de ces rubans, soit par thermocompression, pour les mélanges avec des fibres thermoplastiques, soit par imprégnation avec des résines thermodurcissables. Les moules IFBT, disponibles au laboratoire pourraient être utilisés. Cet axe de développement permettrait d'évaluer les propriétés mécaniques à l'échelle composite, tout autant que d'identifier des problématiques d'adhésion fibre-résine, associées aux caractéristiques de ces structures fibreuses.

Enfin les potentialités d'utilisation de ces rubans, à base de fibres de carbone recyclées, soit pour les étapes suivantes de la mise en œuvre de semi-produits de renforts (tissage, tressage, NCF) mais également pour ces procédés composites : dépose assistée, placement de fibres, enroulement filamentaire, se devront d'être explorées en fonction de leurs caractéristiques.

Ces perspectives s'inscrivent dans la continuité des travaux menés dans cette thèse, et visent à renforcer la compréhension et la maîtrise des procédés textiles appliqués aux fibres de carbone recyclées, en vue de leur intégration dans des structures performantes et à faible impact environnemental.

Listes des publications et présentations orales

Publications scientifiques :

- J. Ivars, A.R. Labanieh, D. Soulat. Effect of the Fibre Orientation Distribution on the Mechanical and Preforming Behaviour of Nonwoven Preform Made of Recycled Carbon Fibres. *Fibers* 2021, 9, 82. <https://doi.org/10.3390/fib9120082>
- E. Facon, J. Ivars, A.R. Labanieh, M.M. Salem, X, D. Soulat. Measurement Device for tear defects during preforming of non-woven fabrics made of recycled carbon fibres *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*. Volume 177, February 2024, 107961; <https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2023.107961>
- Ivars, J.; Labanieh, A.R.; Soulat, D. Influence of the Thermoplastic Fiber Ratio on the Mechanical Properties of Recycled Carbon Fibers During the Carding Process. *Materials* 2025, 18, 302. <https://doi.org/10.3390/ma18020302>
- Jean Ivars, Kim Phuc Tran, Ahmad Rashed Labanieh, Damien Soulat. Reliability modeling of tensile properties in recycled carbon fibers: a comparative fit of statistical distributions pre- and post-textile processing. *Materials Today Communications*, (2025). <https://doi.org/10.1016/j.mtcomm.2025.111818>

Conférences internationales :

- J. Ivars, A.R. Labanieh , K.P. Tran, D. Soulat. Impact of fiber pre-opening and number of pass on the tensile properties of carded recycled carbon fibers. 12th European Solid Mechanics Conference, 7 - 11 July 2025, Lyon
- J. Ivars, K.P. Tran, A.R. Labanieh, D. Soulat. Comparison of fiber compliance calculation methods and sampling of recycled carbon fiber and virgin carbon fiber. Proceedings of the Fiber Society's Fall 2024 Conference, 23-25 October 2024, Mulhouse, France.
- J. Ivars, A.R. Labanieh, K.P. Tran, D.Soulat. Influence of carding parameters on the mechanical properties of carded recycled carbon fibers with a Weibull statistical approach. Proceedings of the 21th European Conference on Composite Materials, ECCM21. <https://gem.ec-nantes.fr/en/eccm21-proceedings/>; DOI : 10.60691/yj56-np80. Vol. 2 p.209; 2-5th July, 2024, Nantes.
- J. Ivars, A. R. Labanieh, D. Soulat. Preforming behaviour of recycled carbon fibre nonwoven: effect of the fibre orientation in the nonwoven network, 11th European Solid Mechanics Conference, 4 - 8 July 2022, Galway, Ireland

Conférences nationales :

- J. Ivars, A. R. Labanieh, K.P. Tran, D. Soulat, Analyse à l'aide de la distribution de Weibull de l'influence du ratio de fibres de polypropylène sur le comportement en traction de fibres de carbone recyclées mises en œuvre par cardage. JST Fin de Vie des Composites, AMAC - ICA - I2M, IMT Mines Albi, Albi 30 mai 2024
- E. Facon, J. Ivars, A. R. Labanieh, M. M. Salem, D. Soulat, Étude du comportement de mise en forme des renforts non-tissés à base de fibres de carbone recyclé : Identification et quantification des déchirures. JST Fin de Vie des Composites, AMAC - ICA - I2M, IMT Mines Albi, Albi 30 mai 2024.
- J. Ivars, A.R. Labanieh, D. Soulat, K.P. Tran. Maitrise de l'alignement et des propriétés des fibres de carbone recyclées : influence des paramètres de procédé. Comptes Rendus des Journées Nationales des Composites JNC 23 –3-5 juillet 2023, Besançon. hal-04606799v1

Liste des figures

Figure 1.1 : Etapes de production de fibres de carbone à partir de PAN, reproduit de [12]	13
Figure 1.2 : Différents types de fibres de carbone, classées selon le module de traction et la résistance à la traction.....	14
Figure 1.3 : Évolution du module initial en fonction de la déformation pour différentes morphologies de mèches de fibres de carbone, reproduit de [16].....	15
Figure 1.4 : Synthèse de l'impact des paramètres influençant les propriétés mécaniques des composites, a) Influence du taux volumique de fibre sur la résistance à la traction par type de procédé de mise en œuvre [26], b) Influence de l'orientation des fibres dans un composite à fibres courtes sur la résistance à la traction [9], c) Influence de la longueur de fibres dans un composite à fibres discontinues sur la résistance à la traction [10].....	17
Figure 1.5 : Répartition détaillée des fibres utilisées dans les composites dans le monde jusqu'en 2024 [32]	20
Figure 1.6 : Évolution des déchets cumulés de CFRP générés par l'aéronautique commerciale, traduit de [34].	21
Figure 1.7 : Principaux procédés de recyclage des matériaux composites.....	22
Figure 1.8 : Formation du non-tissé par voie humide (milieu) à partir de fibres de carbone recyclées discontinues (gauche) [68]	27
Figure 1.9 : Procédé de filature - Etapes de transformation de la fibre au fil, reproduit de [80].....	30
Figure 1.10 : Structures produites par : MANIFICA (gauche), centrifugation (milieu), HiPerDif (droite)	31
Figure 1.11 : Comparaison des valeurs de résistance à rupture et de module de traction en fonction du procédé de régénération des fibres de carbone recyclées et de la matrice thermoplastique utilisée pour la mise en œuvre composite disponibles dans la littérature, reproduit de [3]	32
Figure 1.12 : Représentation du flux matière dans un "ouvreuse fin"	34
Figure 1.13 : Schéma de la carte à l'échelle laboratoire avec les interactions entre les différents cylindres	35
Figure 1.14 : Formation et configuration des crochets entre le grand tambour et le peigne	37
Figure 1.15 : Transfert de fibre du grand tambour au travailleur	38
Figure 1.16 : Schéma du procédé d'étirage.....	41
Figure 1.17 : Tête d'étirage du banc d'étirage expérimental avec un voile de fibres de carbone recyclées en mélange avec du PP	43
Figure 1.18 : Mesure de l'indice d'anisotropie sur un échantillon de tissu en fibres de carbone, prise au laboratoire.....	46
Figure 1.19 : Outil de mesure par courant de Foucault, avec un échantillon de non-tissé en fibre de carbone [115].....	47

Figure 1.20 : Eclairage en champ noir, a) schéma montrant la position idéale pour le système d'éclairage ($\theta \approx 30^\circ$), b) image du montage expérimental en champ noir avec un échantillon en fibres de carbone au centre, traduit de [116].....	48
Figure 1.21 : Exemple d'analyse faite sur échantillon composite avec caméra polarisée [117].....	49
Figure 1.22 : Fibrogramme indiquant la longueur moyenne, la longueur moyenne de la moitié supérieure, ainsi que les longueurs de pincée à 2,5 % et 50 %.	51
Figure 1.23 : Trieur à peignes et fibres classées par longueur [120].....	52
Figure 1.24 : Principe de mesure par capacité « WIRA » - Exemple de courbe obtenue après essai sur ruban en fibres de carbone recyclées.....	53
Figure 1.25 : Système de mesure « AFIS » (gauche), système de mesure par laser « Fiberlength » (droite), traduit de [121].....	53
Figure 1.26 : Machine "Fibreshape" de ISTAG avec image binarisée.....	54
Figure 1.27 : Scan d'un échantillon de fibres de carbone	55
Figure 1.28 : Principe de mesure à l'aide des courants de Foucault (gauche), et relation entre la mesure de ce courant et la masse surfacique du non-tissé (droite) [114].....	57
Figure 1.29 : Système de mesure de l'intensité transmise à travers le non-tissé embouti, carte de l'illumination après emboutissage.....	57
Figure 2.1 : Faisceaux de fibres extraits du lot initial de fibres de carbone recyclées non ouvertes (NO)	60
Figure 2.2 : Préparation des fibres pour cardage et voile cardé en fibres de carbone recyclées	62
Figure 2.3 : Section transverse des fibres de carbone recyclées avant cardage (gauche), mesure du diamètre d'une fibre de carbone recyclée (droite)	63
Figure 2.4 : Dispositif de filtration Büchner (gauche), échantillon de fibres déposées sur papier filtre (milieu), zoom sur les fibres unitaires (droite)	64
Figure 2.5 : Schéma et photographie du dispositif de mesure de l'orientation des fibres.....	66
Figure 2.6 : Illustration des zones de mesure de l'homogénéité sur les voiles produits	67
Figure 2.7 : Schéma d'un essai de traction sur fibre unitaire, courbes effort-allongement des différents échantillons et cellule de force avec mords de la machine MTS Criterion	69
Figure 3.1 : Différence entre DB et DE sur le tapis d'alimentation de la carde (gauche), et les différents niveaux d'ouvraison (droite).....	73
Figure 3.2 : Paramètres testés et configurations du plan d'expérience.....	74
Figure 3.3 : Effet des paramètres de cardage sur le ratio masse moyenne des voiles / masse en entrée de carde, avec indication des p-valeurs associées à l'analyse des variances.....	76
Figure 3.4 : Effet des paramètres de cardage sur le ratio de masse récupérée moyen à partir des essais réalisés à un seul passage (P1).....	77
Figure 3.5 : Effet des paramètres de cardage sur la moyenne des amplitudes, avec indication des p-valeurs associées à l'analyse des variances	79
Figure 3.6 : Distributions cumulées décroissantes des longueurs de fibres mesurées avant et après cardage, pour différentes configurations de cardage.....	80

Figure 3.7 : Évolution du diamètre des fibres selon les configurations de cardage, les valeurs extrêmes en dehors des intervalles interquartiles sont représentées par une croix.	83
Figure 3.8 : Analyse d'orientation par polarisation, voile cardé après étirage	84
Figure 3.9 : Analyse de l'orientation par polarisation, voile cardé avant étirage.....	85
Figure 3.10 : Points expérimentaux mesurés à différentes longueurs de jauge (15, 25 et 35 mm), droite de régression dont l'ordonnée à l'origine est la complaisance machine, FCr NO (gauche), TORAY T800 (droite).....	88
Figure 3.11 : Évolution de la complaisance machine moyenne et du coefficient de variation en fonction du nombre d'éléments tirés aléatoirement dans chaque sous-groupe. Lot NO (à gauche), Toray T800 (à droite).	91
Figure 3.12 : Comparaison des modules de traction mesurés et corrigés pour les fibres FCr NO (à gauche) et FCr O (à droite).....	92
Figure 3.13 : Evolution des valeurs de contrainte à rupture par configurations de voile	95
Figure 3.14 : Evolution des valeurs d'allongement à rupture par configurations de voile.....	96
Figure 3.15 : Evolution des valeurs de module de traction par configurations de voile	97
Figure 3.16 : Module de traction en charge et en décharge par cycle pour un essai à charge incrémentale.	100
Figure 3.17 : Courbes contrainte/déformation pour différents cycles pour l'essai à charge constante (100 cycles).....	101
Figure 3.18 : Courbes contrainte/déformation pour différents cycles pour l'essai à charge constante (200 cycles).....	101
Figure 3.19 : Évolution de l'allongement maximal en fonction du nombre de cycles pour l'essai à charge constante (200 cycles).	102
Figure 4.1 : Densité de probabilité du modèle de Weibull avec changement du paramètre de forme m et avec un paramètre d'échelle $\sigma_0 = 4000 \text{ MPa}$	108
Figure 4.2 : Fonction de répartition Weibull à 2 et 3 paramètres et la loi de Weibull tronquée ($t = 1.5 \text{ GPa}$) [150].....	109
Figure 4.3 : Fonctions de répartition de la loi normale et lognormale	111
Figure 4.4 : Représentation de la log-vraisemblance pour m et σ_0 sur un modèle de Weibull à 2 paramètres, maximum trouvé au point rouge à -411.51.	112
Figure 4.5 : Vérification de l'ajustement de Weibull à 2 paramètres sur le jeu de données de contrainte à rupture du lot NO selon la méthode du test de KS, avec D la distance maximum du test de KS.	114
Figure 4.6 : Schéma récapitulatif de la démarche de modélisation statistique appliquée aux propriétés mécaniques des fibres de carbone recyclées	115
Figure 4.7 : Métriques pour l'ajustement des modèles statistiques sur l'allongement à rupture.....	117
Figure 4.8 : Courbes de distribution cumulée empirique et ajustements par cinq lois statistiques sur l'allongement à rupture (ϵ_{max}) pour les lots NO et V2_M100_P1_DB_NO	118
Figure 4.9 : Métriques pour l'ajustement des modèles statistiques sur la contrainte à rupture.....	120
Figure 4.10 : Courbes de distribution cumulée empirique et ajustements par cinq lois statistiques sur les données de contrainte à rupture pour les lots NO et V2_M100_P1_DB_NO	121

Liste des figures

Figure 4.11 : Métriques pour l'ajustement des modèles statistiques sur le module de traction	122
Figure 4.12 : Courbes de distribution cumulée empirique et ajustements par cinq lois statistiques pour le module de traction des lots NO et V2_M100_P1_DB_NO.....	123
Figure 4.13 : Évolution de la log-vraisemblance, de la statistique KS et de sa p-valeur, en fonction du paramètre de localisation σu pour la loi de Weibull à trois paramètres sur le lot V2_M100_P1_DB_NO	125
Figure 4.14 : Ajustement de la loi de Weibull à 2 paramètres sur les contraintes à rupture par condition de cardage.....	128
Figure 4.15 : Ajustement de la loi de Weibull à 2 paramètres sur les allongements à rupture par condition de cardage.....	130
Figure 4.16 : Ajustement de la loi de Weibull à 2 paramètres sur les modules de traction par condition de cardage.....	131
Figure 4.17 : Répartition des modules de traction pour les 20 fibres présentant les plus faibles contraintes à rupture.....	132

Liste des tableaux

Tableau 1.1 : Récapitulatif de l'influence des paramètres de cardage sur le voile	39
Tableau 1.2 : Paramètres de cardage et niveaux testés dans l'étude	44
Tableau 2.1 : Propriétés morphologiques et mécaniques de fibres de polypropylène frisées	61
Tableau 2.2 : Propriétés mécaniques des fibres de carbone recyclées issues des lots initiaux (avant cardage)	71
Tableau 3.1 : Résultat des pesées des voiles et ratio de matière conservée après cardage	75
Tableau 3.2 : Résultats des mesures d'homogénéité massique sur les voiles	78
Tableau 3.3 : Paramètres statistiques des longueurs de fibres mesurées avant et après cardage pour chaque configuration.	81
Tableau 3.4 : Valeurs de complaisance mesurées sur les deux types de fibres avant et après régularisation de la longueur par le diamètre	89
Tableau 3.5 : Valeurs moyennes et écart-types de la complaisance C_m obtenues par validation croisée et bootstrap	90
Tableau 3.6 : Modules de traction mesurés E_t , et corrigés E_f pour les fibres FCr NO et FCr O avant cardage et T800	92
Tableau 3.7 : Récapitulatif des données de traction sur les fibres de carbone recyclées avant et après cardage	93
Tableau 3.8 : Écarts absolus entre configurations de chaque paramètre de cardage	98
Tableau 4.1 : Résultats d'ajustement des paramètres de distribution pour l'allongement à rupture....	118
Tableau 4.2 : Résultats d'ajustement des paramètres de distribution pour la contrainte à rupture	120
Tableau 4.3 : Résultats d'ajustement des paramètres de distribution pour le module de traction.....	123
Tableau 4.4 : Résultats des ajustements des paramètres de Weibull et de leurs écarts-types ET pour la contrainte à rupture, l'allongement à rupture et le module de traction selon les différentes configurations de cardage.....	126

Bibliographie

1. Zhang, J.; Chevali, V.S.; Wang, H.; Wang, C.-H. Current Status of Carbon Fibre and Carbon Fibre Composites Recycling. *Composites Part B: Engineering* **2020**, *193*, 108053, doi:10.1016/j.compositesb.2020.108053.
2. ADEME GREC - Guide Du Recyclage et de l'Ecoconception Des Composites 2022.
3. Barnett, P.R.; Ghossein, H.K. A Review of Recent Developments in Composites Made of Recycled Carbon Fiber Textiles. *Textiles* **2021**, *1*, 433–465, doi:10.3390/textiles1030023.
4. Hecker, M.D.; Longana, M.L.; Eloi, J.-C.; Thomsen, O.; Hamerton, I. Recycling End-of-Life Sails by Carbon Fibre Reclamation and Composite Remanufacture Using the HiPerDiF Fibre Alignment Technology. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing* **2023**, *173*, 107651, doi:10.1016/j.compositesa.2023.107651.
5. Faure, A.; Mantoux, O.; Gillet, A.; Cazaurang, G. New Intelligent Semi-Products Based on Recycled Carbon Fibres. *IOP Conf. Ser.: Mater. Sci. Eng.* **2022**, *1226*, 012102, doi:10.1088/1757-899X/1226/1/012102.
6. Manis, F.; Stegschuster, G.; Wölling, J.; Schlichter, S. Influences on Textile and Mechanical Properties of Recycled Carbon Fiber Nonwovens Produced by Carding. *J. Compos. Sci.* **2021**, *5*, 209, doi:10.3390/jcs5080209.
7. Hengstermann, M.; Raithel, N.; Abdkader, A.; Hasan, M.; Cherif, C. Development of New Hybrid Yarn Construction from Recycled Carbon Fibers for High Performance Composites. Part-I: Basic Processing of Hybrid Carbon Fiber/Polyamide 6 Yarn Spinning from Virgin Carbon Fiber Staple Fibers. *Textile Research Journal* **2016**, *86*, 1307–1317, doi:10.1177/0040517515612363.
8. Miyake, T.; Imaeda, S. A Dry Aligning Method of Discontinuous Carbon Fibers and Improvement of Mechanical Properties of Discontinuous Fiber Composites. *null* **2016**, *2*, 117–123, doi:10.1080/20550340.2016.1265693.
9. Sobri, S.A.; Heinemann, R.; Whitehead, D. Carbon Fibre Reinforced Polymer (CFRP) Composites: Machining Aspects and Opportunities for Manufacturing Industries. In *Composite Materials: Applications in Engineering, Biomedicine and Food Science*; Siddiquee, S., Gan Jet Hong, M., Mizanur Rahman, Md., Eds.; Springer International Publishing: Cham, 2020; pp. 35–65 ISBN 978-3-030-45488-3.
10. Brebu, M. Environmental Degradation of Plastic Composites with Natural Fillers—A Review. *Polymers* **2020**, *12*, 166, doi:10.3390/polym12010166.
11. DUPUET, G. Fibres de Carbone. *AM5134 v1* **2008**, *Techniques de l'ingénieur*.
12. Qu'est-ce que la fibre de carbone ? Toray CFE vous explique tout Available online: <https://toray-cfe.com/quest-ce-que-la-fibre-de-carbone/> (accessed on 12 March 2025).
13. Fischer, L.; Ruland, W. The Influence of Graphitization on the Mechanical Properties of Carbon Fibers. *Colloid Polymer Sci* **1980**, *258*, 917–922, doi:10.1007/BF01584920.
14. Calba, J.; Soulat, D.; Legrand, X.; Renauld, S. Damage Investigation on the Carbon Tows during Rewinding and Braiding Processes. *Fibers* **2023**, *11*, 30, doi:10.3390/fib11030030.
15. Jaber, A.A.; Abbas, S.A.; Farah, A.A.; Kopeć, K.K.; Alsalik, Y.M.; Tayeb, M.A.; Verghese, N. Effect of Fiber Sizing Levels on the Mechanical Properties of Carbon Fiber-Reinforced Thermoset Composites. *Polymers* **2023**, *15*, 4678, doi:10.3390/polym15244678.
16. Kant, M.E.; Crabtree, J.D.; Young, S.; Penumadu, D. Concept of Limit Stress for the Tensile Behavior of Carbon Fiber Composite Tows. *Composites Part B: Engineering* **2020**, *201*, 108384, doi:10.1016/j.compositesb.2020.108384.
17. Baritto, M.; Oni, A.O.; Kumar, A. The Development of a Techno-Economic Model for the Assessment of Asphaltene-Based Carbon Fiber Production. *Journal of Cleaner Production* **2023**, *428*, 139489, doi:10.1016/j.jclepro.2023.139489.
18. Le, N.-D.; Trogen, M.; Ma, Y.; Varley, R.J.; Hummel, M.; Byrne, N. Cellulose-Lignin Composite Fibers as Precursors for Carbon Fibers: Part 2 – The Impact of Precursor Properties on Carbon Fibers. *Carbohydrate Polymers* **2020**, *250*, 116918, doi:10.1016/j.carbpol.2020.116918.
19. Wang, S.; Bai, J.; Innocent, M.T.; Wang, Q.; Xiang, H.; Tang, J.; Zhu, M. Lignin-Based Carbon Fibers: Formation, Modification and Potential Applications. *Green Energy & Environment* **2022**, *7*, 578–605, doi:10.1016/j.gee.2021.04.006.

20. Gay, D. *Matériaux composites*; Hermès, 1997; ISBN 978-2-86601-586-2.
21. Wu, Y.; Wei, Y.; Ji, Y. Carbon Material/Vitrimer Composites: Towards Sustainable, Functional, and High-Performance Crosslinked Polymeric Materials. *Giant* **2023**, *13*, 100136, doi:10.1016/j.giant.2022.100136.
22. Sayam, A.; Rahman, A.N.M.M.; Rahman, Md.S.; Smriti, S.A.; Ahmed, F.; Rabbi, Md.F.; Hossain, M.; Faruque, Md.O. A Review on Carbon Fiber-Reinforced Hierarchical Composites: Mechanical Performance, Manufacturing Process, Structural Applications and Allied Challenges. *Carbon Lett.* **2022**, *32*, 1173–1205, doi:10.1007/s42823-022-00358-2.
23. Piggott, M.R. *Load-Bearing Fibre Composites*; International series on the strength and fracture of materials and structures; 1st ed.; Pergamon Press: Oxford New York, 1980; ISBN 978-0-08-024230-9.
24. Bagherpour, S. Fibre Reinforced Polyester Composites. In *Polyester*; Saleh, H.E.-D., Ed.; InTech, 2012 ISBN 978-953-51-0770-5.
25. Ivars, J.; Labanieh, A.R.; Soulat, D. Effect of the Fibre Orientation Distribution on the Mechanical and Preforming Behaviour of Nonwoven Preform Made of Recycled Carbon Fibres. *Fibers* **2021**, *9*, 82, doi:10.3390/fib9120082.
26. Sarfraz, M.S.; Hong, H.; Kim, S.S. Recent Developments in the Manufacturing Technologies of Composite Components and Their Cost-Effectiveness in the Automotive Industry: A Review Study. *Composite Structures* **2021**, *266*, 113864, doi:10.1016/j.compstruct.2021.113864.
27. Madsen, B.; Thygesen, A.; Lilholt, H. Plant Fibre Composites – Porosity and Stiffness. *Composites Science and Technology* **2009**, *69*, 1057–1069, doi:10.1016/j.compscitech.2009.01.016.
28. Gonzalez, A. Développement de Matériaux Composites de Seconde Génération Utilisant Des Fibres de Carbones Recyclées Pour Une Application Nautique, Université de Montpellier, 2022.
29. Selezneva, M.; Roy, S.; Lessard, L.; Yousefpour, A. Analytical Model for Prediction of Strength and Fracture Paths Characteristic to Randomly Oriented Strand (ROS) Composites. *Composites Part B: Engineering* **2016**, *96*, 103–111, doi:10.1016/j.compositesb.2016.04.017.
30. Fukuda, H.; Chou, T.-W. A Probabilistic Theory of the Strength of Short-Fibre Composites with Variable Fibre Length and Orientation. *J Mater Sci* **1982**, *17*, 1003–1011, doi:10.1007/BF00543519.
31. Zhang, J.; Lin, G.; Vaidya, U.; Wang, H. Past, Present and Future Prospective of Global Carbon Fibre Composite Developments and Applications. *Composites Part B: Engineering* **2023**, *250*, 110463, doi:10.1016/j.compositesb.2022.110463.
32. Estin & Co Overview of the Global Composites Market 2024-2029. *JEC Composites Magazine - Special Issue* **2025**, *JEC Observer n°11*.
33. Feki, I.; Shirinbayan, M.; Noura, S.; Bi, R.T.; Maeso, J.-B.; Thomas, C.; Fitoussi, J. Composites in High-Pressure Hydrogen Storage: A Review of Multiscale Characterization and Mechanical Behavior. *Composites Part C: Open Access* **2025**, *16*, 100555, doi:10.1016/j.jcomc.2024.100555.
34. Lefeuvre, A.; Garnier, S.; Jacquemin, L.; Pillain, B.; Sonnemann, G. Anticipating In-Use Stocks of Carbon Fiber Reinforced Polymers and Related Waste Flows Generated by the Commercial Aeronautical Sector until 2050. *Resources, Conservation and Recycling* **2017**, *125*, 264–272, doi:10.1016/j.resconrec.2017.06.023.
35. Li, X.; Bai, R.; McKechnie, J. Environmental and Financial Performance of Mechanical Recycling of Carbon Fibre Reinforced Polymers and Comparison with Conventional Disposal Routes. *Journal of Cleaner Production* **2016**, *127*, 451–460, doi:10.1016/j.jclepro.2016.03.139.
36. Moothoo, J.; Bar, M.; Ouagne, P. Mechanical Properties of Compression Moulded Aggregate-Reinforced Thermoplastic Composite Scrap. *J. Compos. Sci.* **2021**, *5*, 299, doi:10.3390/jcs5110299.
37. Sukanto, H.; Raharjo, W.W.; Ariawan, D.; Triyono, J. Carbon Fibers Recovery from CFRP Recycling Process and Their Usage: A Review. *IOP Conf. Ser.: Mater. Sci. Eng.* **2021**, *1034*, 012087, doi:10.1088/1757-899X/1034/1/012087.
38. Pakdel, E.; Kashi, S.; Varley, R.; Wang, X. Recent Progress in Recycling Carbon Fibre Reinforced Composites and Dry Carbon Fibre Wastes. *Resources, Conservation and Recycling* **2021**, *166*, 105340, doi:10.1016/j.resconrec.2020.105340.
39. Pimenta, S.; Pinho, S.T. Recycling of Carbon Fibers. In *Handbook of Recycling*; Elsevier, 2014; pp. 269–283 ISBN 978-0-12-396459-5.

40. Khurshid, M.F.; Hengstermann, M.; Hasan, M.M.B.; Abdkader, A.; Cherif, C. Recent Developments in the Processing of Waste Carbon Fibre for Thermoplastic Composites – A Review. *Journal of Composite Materials* **2020**, *54*, 1925–1944, doi:10.1177/0021998319886043.
41. López, F.A.; Rodríguez, O.; Alguacil, F.J.; García-Díaz, I.; Centeno, T.A.; García-Fierro, J.L.; González, C. Recovery of Carbon Fibres by the Thermolysis and Gasification of Waste Prepreg. *Journal of Analytical and Applied Pyrolysis* **2013**, *104*, 675–683, doi:10.1016/j.jaap.2013.04.012.
42. Meyer, L.O.; Schulte, K.; Grove-Nielsen, E. CFRP-Recycling Following a Pyrolysis Route: Process Optimization and Potentials. *Journal of Composite Materials* **2009**, *43*, 1121–1132, doi:10.1177/0021998308097737.
43. Dega, C.; Boukhili, R.; Esmaeili, B.; Laviolette, J.-P.; Doucet, J.; Decaens, J. Microwave-Assisted Pyrolysis of Carbon Fiber-Reinforced Polymers and Optimization Using the Box–Behnken Response Surface Methodology Tool. *Materials* **2024**, *17*, 3256, doi:10.3390/ma17133256.
44. Obunai, K.; Fukuta, T.; Ozaki, K. Carbon Fiber Extraction from Waste CFRP by Microwave Irradiation. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing* **2015**, *78*, 160–165, doi:10.1016/j.compositesa.2015.08.012.
45. Lester, E.; Kingman, S.; Wong, K.H.; Rudd, C.; Pickering, S.; Hilal, N. Microwave Heating as a Means for Carbon Fibre Recovery from Polymer Composites: A Technical Feasibility Study. *Materials Research Bulletin* **2004**, *39*, 1549–1556, doi:10.1016/j.materresbull.2004.04.031.
46. Pickering, S.J.; Turner, T.A.; Meng, F.; Morris, C.N.; Heil, J.P.; Wong, K.H.; Melendi-Espina, S. Developments in the Fluidised Bed Process for Fibre Recovery from Thermoset Composites. In Proceedings of the 2nd Annual Composites and Advanced Materials Expo, CAMX 2015; USA, October 2015; pp. 2384–2394.
47. Meng, F.; McKechnie, J.; Turner, T.A.; Pickering, S.J. Energy and Environmental Assessment and Reuse of Fluidised Bed Recycled Carbon Fibres. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing* **2017**, *100*, 206–214, doi:10.1016/j.compositesa.2017.05.008.
48. Oliveux, G.; Bailleul, J.-L.; Le Gal La Salle, E.; Lefèvre, N.; Biotteau, G. Recycling of Glass Fibre Reinforced Composites Using Subcritical Hydrolysis: Reaction Mechanisms and Kinetics, Influence of the Chemical Structure of the Resin. *Polymer Degradation and Stability* **2013**, *98*, 785–800, doi:10.1016/j.polymdegradstab.2012.12.010.
49. Oliveux, G.; Bailleul, J.-L.; Gillet, A.; Mantoux, O.; Leeke, G.A. Recovery and Reuse of Discontinuous Carbon Fibres by Solvolysis: Realignment and Properties of Remanufactured Materials. *Composites Science and Technology* **2017**, *139*, 99–108, doi:10.1016/j.compscitech.2016.11.001.
50. Jiang, J.; Deng, G.; Chen, X.; Gao, X.; Guo, Q.; Xu, C.; Zhou, L. On the Successful Chemical Recycling of Carbon Fiber/Epoxy Resin Composites under the Mild Condition. *Composites Science and Technology* **2017**, *151*, 243–251, doi:10.1016/j.compscitech.2017.08.007.
51. La Vapothermolysé Available online: <https://www.arcomposites.com/> (accessed on 11 March 2025).
52. Boulanghien, M.; da Silva, S.; Berthet, F.; Bernhart, G.; Soudais, Y. Using Steam Thermolysis to Recycle Carbon Fibres from Composite Waste. *JEC Composites Magazine* **2015**, p.68-70.
53. Boulanghien, M.; R'Mili, M.; Bernhart, G.; Berthet, F.; Soudais, Y. Mechanical Characterization of Carbon Fibres Recycled by Steam Thermolysis: A Statistical Approach. *Advances in Materials Science and Engineering* **2018**, *2018*, 1–10, doi:10.1155/2018/8630232.
54. Oshima, K.; Matsuda, S.; Hosaka, M.; Satokawa, S. Rapid Removal of Resin from a Unidirectional Carbon Fiber Reinforced Plastic Laminate by a High-Voltage Electrical Treatment. *Separation and Purification Technology* **2020**, *231*, 115885, doi:10.1016/j.seppur.2019.115885.
55. Karatairi, E.; Bischler, R. Gone with the Wind: The Life and Death of a Wind Turbine Rotor Blade. *MRS Bull.* **2020**, *45*, 178–179, doi:10.1557/mrs.2020.71.
56. Orzol, C.H.M.; Lieberwirth, H. Elektrohydraulische Zerkleinerung von Carbonfaserverstärkten Kunststoffen Für Das Carbonfaser-Recycling. *Chemie Ingenieur Technik* **2019**, *91*, 160–166, doi:10.1002/cite.201800058.
57. Goethals, F.; Demeyer, E.; De Schrijver, I.; Vanneste, M. Pretreating Recycled Carbon Fiber Nonwovens with a Sizing Formulation to Improve the Performance of Thermoplastic Recycled Fiber-Reinforced Composites. *Polymers* **2024**, *16*, 561, doi:10.3390/polym16040561.

58. Islam, F.; Joannès, S.; Bunsell, A.; Laiarinandrasana, L. Adaptation of Weibull Analysis to Represent Strength Behaviour of Brittle Fibres. *Proceedings of the 22th International Conference on Composite Materials (ICCM22)* **2019**, doi:<https://hal.science/hal-02284784v1>.
59. Jang, D.; Lee, M.E.; Choi, J.; Cho, S.Y.; Lee, S. Strategies for the Production of PAN-Based Carbon Fibers with High Tensile Strength. *Carbon* **2022**, *186*, 644–677, doi:10.1016/j.carbon.2021.10.061.
60. KM Raghvendra; L Sravanthi Fabrication Techniques of Micro/Nano Fibres Based Nonwoven Composites: A Review. *Mod Chem Appl* **2017**, *05*, doi:10.4172/2329-6798.1000206.
61. Meng, F.; McKechnie, J.; Pickering, S.J. An Assessment of Financial Viability of Recycled Carbon Fibre in Automotive Applications. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing* **2018**, *109*, 207–220, doi:10.1016/j.compositesa.2018.03.011.
62. Payen, J. Matériaux Non Tissés. *Techniques de l'ingénieur* **2013**, N4601 VI.
63. Heilos, K.; Fischer, H.; Hofmann, M.; Miene, A. Nonwovens Made of Recycled Carbon Fibres (rCF) Used for Production of Sophisticated Carbon Fibre-Reinforced Plastics. *Vlakna a Textil* **2020**, *27*, 65–75.
64. Wong, K.H.; Pickering, S.J.; Turner, T.A.; Warrior, N.A. Compression Moulding of a Recycled Carbon Fibre Reinforced Epoxy Composite. In Proceedings of the SAMPE '09 Spring Symposium Conference Proceedings; 2009.
65. Szpieg, M.; Wysocki, M.; Asp, L.E. Reuse of Polymer Materials and Carbon Fibres in Novel Engineering Composite Materials. *Plastics, Rubber and Composites* **2009**, *38*, 419–425, doi:10.1179/146580109X12540995045688.
66. Pimenta, S.; Pinho, S.T. The Influence of Micromechanical Properties and Reinforcement Architecture on the Mechanical Response of Recycled Composites. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing* **2014**, *56*, 213–225, doi:10.1016/j.compositesa.2013.10.013.
67. Wölling, J.; Schmiege, M.; Manis, F.; Drechsler, K. Nonwovens from Recycled Carbon Fibres – Comparison of Processing Technologies. *Procedia CIRP* **2017**, *66*, 271–276, doi:10.1016/j.procir.2017.03.281.
68. Wetlaid Technology Available online: https://www.igcv.fraunhofer.de/en/research/competences/composite-recycling/wetlaid_technology.html (accessed on 17 March 2025).
69. Akonda, M.H.; Lawrence, C.A.; Weager, B.M. Recycled Carbon Fibre-Reinforced Polypropylene Thermoplastic Composites. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing* **2012**, *43*, 79–86, doi:10.1016/j.compositesa.2011.09.014.
70. Colombo, B.; Gaiardelli, P.; Dotti, S.; Caretto, F. An Innovative Spinning Process for Production and Characterisation of Ring-Spun Hybrid Yarns from Recycled Carbon Fibre. *Journal of Cleaner Production* **2023**, *406*, 137069, doi:10.1016/j.jclepro.2023.137069.
71. Abdkader, A.; Bachor, S.; Hasan, M.M.B.; Cherif, C. Development of Yarns from Recycled Carbon Fiber Based on Friction Spinning Technology with Specific Properties for Thermoset Composites. *Textile Research Journal* **2023**, 00405175231198272, doi:10.1177/00405175231198272.
72. Barnett, P.R.; Gilbert, C.L.; Penumadu, D. Repurposed/Recycled Discontinuous Carbon Fiber Organosheet Development and Composite Properties. *Composites Part C: Open Access* **2021**, *4*, 100092, doi:10.1016/j.jcomc.2020.100092.
73. Pakdel, E.; Kashi, S.; Baum, T.; Usman, K.A.S.; Razal, J.M.; Varley, R.; Wang, X. Carbon Fibre Waste Recycling into Hybrid Nonwovens for Electromagnetic Interference Shielding and Sound Absorption. *Journal of Cleaner Production* **2021**, *315*, 128196, doi:10.1016/j.jclepro.2021.128196.
74. Xiao, B.; Zaima, T.; Shindo, K.; Kohira, T.; Morisawa, J.; Wan, Y.; Yin, G.; Ohsawa, I.; Takahashi, J. Characterization and Elastic Property Modeling of Discontinuous Carbon Fiber Reinforced Thermoplastics Prepared by a Carding and Stretching System Using Treated Carbon Fibers. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing* **2019**, *126*, 105598, doi:10.1016/j.compositesa.2019.105598.
75. Reichert, O.; Ausheyks, L.; Baz, S.; Hehl, J.; Gresser, G.T. Innovative rC Staple Fiber Tapes - New Potentials for CF Recyclates in CFRP through Highly Oriented Carbon Staple Fiber Structures. *Keys Engineering Materials* **2019**, *809*, 509–514, doi:10.4028/www.scientific.net/KEM.809.509.
76. Rimmel, O.; May, D.; Goergen, C.; Poeppel, A.; Mitschang, P. Development and Validation of Recycled Carbon Fiber-Based Binder Tapes for Automated Tape Laying Processes. *Journal of Composite Materials* **2019**, *53*, 3257–3268, doi:10.1177/0021998318820422.

77. Hengstermann, M.; Hasan, M.; Abdkader, A.; Cherif, C. Development of a New Hybrid Yarn Construction from Recycled Carbon Fibers (rCF) for High-Performance Composites. Part-II: Influence of Yarn Parameters on Tensile Properties of Composites. *Textile Research Journal* **2017**, *87*, 1655–1664, doi:10.1177/0040517516658511.
78. Hasan, M.M.B.; Nitsche, S.; Abdkader, A.; Cherif, C. Carbon Fibre Reinforced Thermoplastic Composites Developed from Innovative Hybrid Yarn Structures Consisting of Staple Carbon Fibres and Polyamide 6 Fibres. *Composites Science and Technology* **2018**, *167*, 379–387, doi:10.1016/j.compscitech.2018.08.030.
79. Goergen, C.; Baz, S.; Mitschang, P.; Gresser, G.T. Recycled Carbon Fibers in Complex Structural Parts - Organic Sheets Made of rCF Staple Fiber Yarns. *KEM* **2017**, *742*, 602–609, doi:10.4028/www.scientific.net/KEM.742.602.
80. Alagirusamy, R.; Das, A. Conversion of Fibre to Yarn. In *Textiles and Fashion*; Elsevier, 2015; pp. 159–189 ISBN 978-1-84569-931-4.
81. Pickering, S.; Liu, Z.; Turner, T.; Wong, K. Applications for Carbon Fibre Recovered from Composites. *IOP Conf. Ser.: Mater. Sci. Eng.* **2016**, *139*, 012005, doi:10.1088/1757-899X/139/1/012005.
82. Yu, H.; Potter, K.D.; Wisnom, M.R. A Novel Manufacturing Method for Aligned Discontinuous Fibre Composites (High Performance-Discontinuous Fibre Method). *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing* **2014**, *65*, 175–185, doi:10.1016/j.compositesa.2014.06.005.
83. Sinoimeri, A. Transformation de la fibre de coton. *Techniques de l'Ingénieur* **2022**, N4604 V1.
84. Hutten, I.M. Processes for Nonwoven Filter Media. In *Handbook of Nonwoven Filter Media*; Elsevier, 2007; pp. 195–244 ISBN 978-1-85617-441-1.
85. Errol, W. Principles of Wool Carding. In *Wool Processing*; The Australian Wool Education, 2009; Vol. 9.
86. Martindale, J.G. The Distribution and Movement of Wool on Woollen Cards. *Journal of the Textile Institute Transactions* **1945**, *36*, T213–T228, doi:10.1080/19447024508659718.
87. Lawrence, C.A. *Fundamentals of Spun Yarn Technology*; 0 ed.; CRC Press, 2003; ISBN 978-0-429-21449-3.
88. De Barr, A.E.; Watson, K.J. Some Experiments with Radioactive Tracer Fibres in Flat Card. *Journal of the Textile Institute Transactions* **1958**, *49*, T588–T607, doi:10.1080/19447025808662468.
89. Roy, R.; Ishtiaque, S.; Dixit, P. Impact of Fibre Orientation on Thickness and Tensile Strength of Needle-Punched Nonwoven: Optimization of Carding Parameters. *Journal of Industrial Textiles* **2022**, *51*, 4801S–4817S, doi:10.1177/1528083720910706.
90. Sengupta, A.K.; Chattopadhyay, R. Change in Configuration of Fibers During Transfer from Cylinder to Doffer in a Card. *Textile Research Journal* **1982**, *52*, 178–181, doi:10.1177/004051758205200303.
91. Wakankar, V.A.; Bhaduri, S.N.; Ramaswamy, B.R.; Ghosh, G.C. Some Studies on the Formation of Hooks in Carding. *Textile Research Journal* **1961**, *31*, 931–940, doi:10.1177/004051756103101103.
92. Lindström, K.; Kadi, N.; Persson, A.; Berglin, L. A Study of Inter-Fiber Cohesion with Quantitative Measurement Approach for Staple Fibers. *Results in Engineering* **2024**, *23*, 102385, doi:10.1016/j.rineng.2024.102385.
93. Morton, W.E.; Summers, R.J. Fibre Arrangement in Card Slivers. *Journal of the Textile Institute Proceedings* **1949**, *40*, P106–P116, doi:10.1080/19447014908664623.
94. Ghosh, G.C.; Bhaduri, S.N. Studies on Hook Formation and Cylinder Loading on the Cotton Card. *Textile Research Journal* **1968**, *38*, 535–543, doi:10.1177/004051756803800512.
95. Carnaby, G.A. Fiber Breakage During Carding: Part I: Theory. *Textile Research Journal* **1984**, *54*, 366–369, doi:10.1177/004051758405400602.
96. Alagirusamy, R. Process Control in Blowroom and Carding Operations. In *Process Control in Textile Manufacturing*; Elsevier, 2013; pp. 132–157 ISBN 978-0-85709-027-0.
97. Lord, P.R. 3. Common Principles. In *Handbook of Yarn Production*; Elsevier, 2003; pp. 56–87 ISBN 978-1-85573-696-2.
98. Lin, Q.; Oxenham, W.; Yu, C. A Study of the Drafting Force in Roller Drafting and Its Influence on Sliver Irregularity. *Journal of the Textile Institute* **2011**, *102*, 994–1001, doi:10.1080/00405000.2010.529284.

99. Wood, E. 6. Drafting and Gilling of Fibrous Assemblies. *The Australian Wool Education* **2012**.
100. Liu, Y.; Zhu, G.; Zhong, J.; Han, G.; Xing, M.; Sun, N. Study of Sliver Irregularity Caused by Fiber Acceleration Motion during the Drafting Process. *Textile Research Journal* **2024**, *94*, 704–712, doi:10.1177/00405175231212230.
101. Khurshid, M.F.; Hasan, M.M.B.; Abdkader, A.; Cherif, C. Processing of Waste Carbon and Polyamide Fibers for High Performance Thermoplastic Composites: A Novel Manufacturing Technology for Unidirectional Tapes Structure. *Journal of Industrial Textiles* **2022**, *51*, 7256S-7276S, doi:10.1177/15280837221077705.
102. Louly, A. *Développement d'une Machine d'étirage Pour Voile de Fibres de Carbone Recyclées*; Rapport de PFE; GEMTEX: Rapport de PFE, 2024;
103. EDANA. *NWSP 407.0.R0 - Fiber Orientation Distribution of Nonwoven Fabrics*; NWSP 407.0.R0; **2015**.
104. Marquez, J.P. Fourier Analysis and Automated Measurement of Cell and Fiber Angular Orientation Distributions. *International Journal of Solids and Structures* **2006**, *43*, 6413–6423, doi:10.1016/j.ijsolstr.2005.11.003.
105. Jeddi, A.A.A.; Kim, H.S.; Pourdeyhimi, B. Measurement of Fiber Orientation in Nonwovens: Optical Fourier Transform. *International Nonwovens Journal* **2001**, *os-10*, 1558925001OS – 01000306, doi:10.1177/1558925001OS-01000306.
106. Tunák, M.; Antoch, J. Monitoring Homogeneity of Textile Fiber Orientation. *Textile Research Journal* **2018**, *88*, 1226–1243, doi:10.1177/0040517517698983.
107. Hearle, J.W.S.; Ozsanlav, V. Studies of Adhesive-Bonded Non-Woven Fabrics Part III: The Determination of Fiber Orientation and Curl. *The Journal of The Textile Institute* **1979**, *70*, 487–498, doi:10.1080/00405007908658890.
108. Chudleigh, P.W. Image Formation by Fibers and Fiber Assemblies. *Textile Research Journal* **1984**, *54*, 813–820, doi:10.1177/004051758405401204.
109. Fakirov, S.; Fakirova, C. Direct Determination of the Orientation of Short Glass Fibers in an Injection-molded Poly(Ethylene Terephthalate) System. *Polymer Composites* **1985**, *6*, 41–46, doi:10.1002/pc.750060108.
110. Bernasconi, A.; Cosmi, F.; Hine, P.J. Analysis of Fibre Orientation Distribution in Short Fibre Reinforced Polymers: A Comparison between Optical and Tomographic Methods. *Composites Science and Technology* **2012**, *72*, 2002–2008, doi:10.1016/j.compscitech.2012.08.018.
111. Lindsley, C.H. Measurement of Fiber Orientation. *Textile Research Journal* **1951**, *21*, 39–46, doi:10.1177/004051755102100109.
112. Das, D.; Ishtiaque, S.M.; Dixit, P. Influence of Carding and Drawing Processes on Orientation of Fibers in Slivers. *Journal of The Textile Institute* **2012**, *103*, 676–686, doi:10.1080/00405000.2011.598667.
113. Heuer, H.; Schulze, M.; Pooch, M.; Gäbler, S.; Nocke, A.; Bardl, G.; Cherif, Ch.; Klein, M.; Kupke, R.; Vetter, R.; et al. Review on Quality Assurance along the CFRP Value Chain – Non-Destructive Testing of Fabrics, Preforms and CFRP by HF Radio Wave Techniques. *Composites Part B: Engineering* **2015**, *77*, 494–501, doi:10.1016/j.compositesb.2015.03.022.
114. Leitner, B.; Machuj, L.; Gläser, A.; Manis, F.; Stegshuster, G.; Kupke, R. Non-Destructive Testing of Carbon Fiber Nonwoven Using Novel Anisotropic Eddy Current Analysis. In *Proceedings of the Proceedings of the 20th European Conference on Composite Materials - Composites Meet Sustainability (Vol 1-6)*; Composite Construction Laboratory, 2022.
115. Leitner, B. Innovative Non-Destructive Method for Inline Characterisation and Quality Assurance of Discontinuous Recycled Carbon Fibre Semi-Finished Products Available online: https://www.igcv.fraunhofer.de/en/research/reference_projects/izi-direct-inline-characterization-and-quality-assurance-of-recycled-carbon-fibers.html (accessed on 20 April 2025).
116. Atkinson, G.A.; O'Hara Nash, S.; Smith, L.N. Precision Fibre Angle Inspection for Carbon Fibre Composite Structures Using Polarisation Vision. *Electronics* **2021**, *10*, 2765, doi:10.3390/electronics10222765.
117. Schommer, D.; Duhovic, M.; Hoffmann, T.; Ernst, J.; Schladitz, K.; Moghiseh, A.; Gortner, F.; Hausmann, J.; Mitschang, P.; Steiner, K. Polarization Imaging for Surface Fiber Orientation

- Measurements of Carbon Fiber Sheet Molding Compounds. *Composites Communications* **2023**, *37*, 101456, doi:10.1016/j.coco.2022.101456.
118. Hengstermann, M.; Kopelmann, K.; Nocke, A.; Abdkader, A.; Cherif, C. Development of a New Hybrid Yarn Construction from Recycled Carbon Fibres for High-Performance Composites: Part IV: Measurement of Recycled Carbon Fibre Length. *Journal of Engineered Fibers and Fabrics* **2020**, *15*, 155892502091072, doi:10.1177/1558925020910729.
119. AFNOR Fibres Textiles - Détermination De La Longueur Et De La Distribution De Longueur Des Fibres Discontinues (Par Le Mesurage De Fibres Individuelles), NF ISO 6989:2015.
120. Delhom, C.D.; Wanjura, J.D.; Hequet, E.F. Cotton Fibre Elongation: A Review. *The Journal of The Textile Institute* **2024**, *115*, 159–170, doi:10.1080/00405000.2022.2157940.
121. Green, J.; Liu, X.; Yin, R. A Brief Review of Hemp Fiber Length Measurement Techniques. *Fibers* **2024**, *12*, 93, doi:10.3390/fib12110093.
122. Terada, M.; Yamanaka, A.; Kimoto, Y.; Shimamoto, D.; Hotta, Y.; Ishikawa, T. Evaluation of Measurement Method for Carbon Fiber Length Using an Optical Image Scanner. *Advanced Composite Materials* **2018**, *27*, 605–614, doi:10.1080/09243046.2018.1438838.
123. Steger, C. An Unbiased Detector of Curvilinear Structures. *IEEE Trans. Pattern Anal. Machine Intell.* **1998**, *20*, 113–125, doi:10.1109/34.659930.
124. Hengstermann, M.; Bardl, G.; Rao, H.; Abdkader, A.; Hasan, M.M.; Cherif, C. Development of a Method for Characterization of the Fibre Length of Long Staple Carbon Fibres Based on Image Analysis. *F&TintEE* **2016**, *24*, 39–44, doi:10.5604/12303666.1207845.
125. Helmer, R.; Castanet, E.; Agius, S.; Sheean, P.; Macaulay, R. Fibre Length Characterisation of Recycled Carbon Fibre. Presented at the Carbon Fibre Futures Conference: Advanced Materials Driving Advanced Manufacturing 2019, Deakin University, Australia, 2019.
126. Moll, P.; Wang, S.; Coutandin, S.; Fleischer, J. Analysis of Basis Weight Uniformity Indexes for the Evaluation of Fiber Injection Molded Nonwoven Preforms. *Autex Research Journal* **2021**, *21*, 341–351, doi:10.2478/aut-2020-0039.
127. Parikh, D.V.; Bresee, R.R.; Sachinvala, N.D.; Crook, L.; Muenstermann, U.; Watzl, A.; Gillespie, D. Basis Weight Uniformity of Lightly Needled Hydroentangled Cotton and Cotton Blend Webs. *Journal of Engineered Fibers and Fabrics* **2006**, *1*, 155892500600100104, doi:10.1177/155892500600100104.
128. Tascan, M.; Nohut, S. Nondestructive Prediction of Areal Weight, Grab Tensile Strength and Elongation at Break of Polypropylene (PP) Spunbond Nonwoven Fabrics Using Digital Image Analysis. *Tekstil Ve Konfeksiyon* **25(1):24** 2015.
129. Facon, E.; Ivars, J.; Labanieh, A.R.; Salem, M.M.; Soulat, D. Measurement Device for Tear Defects during Preforming of Non-Woven Fabrics Made of Recycled Carbon Fibres. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing* **2024**, *177*, 107961, doi:10.1016/j.compositesa.2023.107961.
130. Cox, E.P. A Method of Assigning Numerical and Percentage Values to the Degree of Roundness of Sand Grains. *Journal of Paleontology* **1927**, *Vol. 1*, 179–183.
131. Islam, F.; Joannès, S.; Bucknell, S.; Leray, Y.; Bunsell, A.; Laiarinandrasana, L. Investigation of Tensile Strength and Dimensional Variation of T700 Carbon Fibres Using an Improved Experimental Setup. *Journal of Reinforced Plastics and Composites* **2020**, *39*, 144–162, doi:10.1177/0731684419873712.
132. Mesquita, F.; Bucknell, S.; Leray, Y.; Lomov, S.V.; Swolfs, Y. Single Carbon and Glass Fibre Properties Characterised Using Large Data Sets Obtained through Automated Single Fibre Tensile Testing. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing* **2021**, *145*, 106389, doi:10.1016/j.compositesa.2021.106389.
133. Schindelin, J.; Arganda-Carreras, I.; Frise, E.; Kaynig, V.; Longair, M.; Pietzsch, T.; Preibisch, S.; Rueden, C.; Saalfeld, S.; Schmid, B.; et al. Fiji: An Open-Source Platform for Biological-Image Analysis. *Nat Methods* **2012**, *9*, 676–682, doi:10.1038/nmeth.2019.
134. Watts, V. Calculating the Sample Size for a Confidence Interval. In *Introduction to Statistics*; Fanshawe College Pressbooks: London, Ontario, 2022.
135. The Imaging Source; Polarization-Based Industrial Cameras: Basics and Applications 2019.
136. AFNOR Fibre de Carbone - Détermination Des Propriétés En Traction Sur Fils Imprégnés de Résine, NF EN ISO 10618:2004 2004.

137. Bunsell, A.R.; Somer, A. The Tensile and Fatigue Behaviour of Carbon Fibres. In *Plastics, Rubber and Composites Processing and Applications*; 1992; Vol. 18, pp. 263–267.
138. Cai, G.; Yin, G.; Wada, M.; Kitaoka, S.; Wei, H.; Ohsawa, I.; Takahashi, J. Influence of Recycling Process on the Tensile Property of Carbon Fiber.; Xi'An, August 2017.
139. Ferrari, F.; Carallo, G.A.; Greco, A. Innovative Closed-Loop Recyclable Bio-Based Composites from Epoxidized Waste Flour and Recycled Carbon Fibers. *Polymers* **2022**, *14*, 3878, doi:10.3390/polym14183878.
140. Wei, D. Essential Math for Machine Learning: Jaccard Similarity Available online: <https://medium.com/@weidagang/essential-math-for-machine-learning-jaccard-similarity-195040755fd4> (accessed on 24 June 2025).
141. Directionality Available online: <https://imagej.github.io/plugins/directionality> (accessed on 30 June 2025).
142. Islam, F.; Bucknell, S.; Leray, Y.; Bunsell, A.; Laiarinandrasana, L.; Joannès, S. Improvements in Determination of Carbon Fibre Strength Distribution Using Automation and Statistical Data.; June 12 2018.
143. Islam, F.; Joannès, S.; Laiarinandrasana, L. Evaluation of Critical Parameters in Tensile Strength Measurement of Single Fibres. *J. Compos. Sci.* **2019**, *3*, 69, doi:10.3390/jcs3030069.
144. Engelbrecht-Wiggans, A.E.; Forster, A.L. Analysis of Strain Correction Procedures for Single Fiber Tensile Testing. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing* **2023**, *167*, 107411, doi:10.1016/j.compositesa.2022.107411.
145. Huguet, E.; Corn, S.; Le Moigne, N.; Jenny, P. Single-Fibre Tensile Testing of Plant Fibres: Set-up Compliance as a Key Parameter for Reliable Assessment of Their Mechanical Behaviour. *Industrial Crops and Products* **2024**, *222*, 119762, doi:10.1016/j.indcrop.2024.119762.
146. Jeannin, T.; Arnold, G.; Bourmaud, A.; Corn, S.; De Luycker, E.; Dumont, P.J.J.; Ferreira, M.; François, C.; Grégoire, M.; Harzallah, O.; et al. A Round-Robin Study on the Tensile Characterization of Single Fibres: A Multifactorial Analysis and Recommendations for More Reliable Results. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing* **2024**, *185*, 108323, doi:10.1016/j.compositesa.2024.108323.
147. AFNOR Détermination Des Propriétés En Traction Sur Éprouvette Monofilament, NF ISO 11566.
148. ESPCI Paris - Université PSL Statistique à Rupture de Renforts Fibreux Fragiles.
149. Harikrishnan, R.; Mohite, P.M.; Upadhyay, C.S. Generalized Weibull Model-Based Statistical Tensile Strength of Carbon Fibres. *Arch Appl Mech* **2018**, *88*, 1617–1636, doi:10.1007/s00419-018-1391-9.
150. Islam, F.; Joannès, S.; Bucknell, S.; Leray, Y.; Bunsell, A.; Laiarinandrasana, L. Towards Accurate and Efficient Single Fibre Characterization to Better Assess Failure Strength Distribution.; June 2018; p. 7 p.
151. R'Mili, M. Estimation of Weibull Parameters from Loose-Bundle Tests. *Composites Science and Technology* **1996**, *56*, 831–834, doi:10.1016/0266-3538(96)00028-0.
152. Thomason, J.L. On the Application of Weibull Analysis to Experimentally Determined Single Fibre Strength Distributions. *Composites Science and Technology* **2013**, *77*, 74–80, doi:10.1016/j.compscitech.2013.01.009.
153. Nketiah, E.A. Parameter Estimation of the Weibull Distribution; Comparison of the Least-Squares Method and the Maximum Likelihood Estimation. *IJAERS* **2021**, *8*, 210–224, doi:10.22161/ijaers.89.21.
154. Belaadi, A.; Bouchak, M.; Aouici, H. Mechanical Properties of Vegetal Yarn: Statistical Approach. *Composites Part B: Engineering* **2016**, *106*, 139–153, doi:10.1016/j.compositesb.2016.09.033.
155. Amroune, S.; Belaadi, A.; Bouchak, M.; Makhlof, A.; Satha, H. Statistical and Experimental Analysis of the Mechanical Properties of Flax Fibers. *Journal of Natural Fibers* **2022**, *19*, 1387–1401, doi:10.1080/15440478.2020.1775751.
156. Pepi, C.; Pipistrelli, M.E.; Gioffrè, M. Random Modeling of Hemp Fibers Mechanical Properties. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing* **2024**, *183*, 108203, doi:10.1016/j.compositesa.2024.108203.

157. Wang, M.; Bian, W. The Relationship between the Mechanical Properties and Microstructures of Carbon Fibers. *New Carbon Materials* **2020**, *35*, 42–49, doi:10.1016/S1872-5805(20)60474-7.
158. Abu El Azm, W.S.; Almetwally, E.M.; Alghamdi, A.S.; Aljohani, H.M.; Muse, A.H.; Abo-Kasem, O.E. Stress-Strength Reliability for Exponentiated Inverted Weibull Distribution with Application on Breaking of Jute Fiber and Carbon Fibers. *Computational Intelligence and Neuroscience* **2021**, *2021*, 1–21, doi:10.1155/2021/4227346.
159. Stoner, E.G.; Edie, D.D.; Durham, S.D. An End-Effect Model for the Single-Filament Tensile Test. *JOURNAL OF MATERIALS SCIENCE* **1994**, *29*, 6561–6574, doi:10.1007/BF00354022.
160. Kumar, R.; Mikkelsen, L.P.; Lilholt, H.; Madsen, B. Weibull Parameters Determined from a Comprehensive Dataset of Tensile Testing of Single Carbon Fibres. *Data in Brief* **2024**, *55*, 110717, doi:10.1016/j.dib.2024.110717.
161. R'Mili, M.; Godin, N.; Lamon, J. Flaw Strength Distributions and Statistical Parameters for Ceramic Fibers: The Normal Distribution. *Phys. Rev. E* **2012**, *85*, 051106, doi:10.1103/PhysRevE.85.051106.
162. Zanakis, S.H.; Kyparisis, Jerzy. A Review of Maximum Likelihood Estimation Methods for the Three-Parameter Weibull Distribution. *Journal of Statistical Computation and Simulation* **1986**, *25*, 53–73, doi:10.1080/00949658608810924.
163. Yang, F.; Ren, H.; Hu, Z. Maximum Likelihood Estimation for Three-Parameter Weibull Distribution Using Evolutionary Strategy. *Mathematical Problems in Engineering* **2019**, *2019*, 1–8, doi:10.1155/2019/6281781.
164. Towers, S. 5. Information Matrix and Standard Errors - Maximum Likelihood Estimation (MLE).
165. Massey, F.J. The Kolmogorov-Smirnov Test for Goodness of Fit. *Journal of the American Statistical Association* **1951**, *46*, 68–78, doi:10.1080/01621459.1951.10500769.
166. Song, J.; Wen, W.; Cui, H.; Zhao, S. Study on Static and Fatigue Behaviors of Carbon Fiber Bundle and the Statistical Distribution by Experiments. *Journal of Composite Materials* **2015**, *49*, 3157–3168, doi:10.1177/0021998314560385.
167. Rao, G.S.; Albassam, M.; Aslam, M. Evaluation of Bootstrap Confidence Intervals Using a New Non-Normal Process Capability Index. *Symmetry* **2019**, *11*, 484, doi:10.3390/sym11040484.
168. Da Silva, A.; Quintino, F.; Almeida, F.; Aguiar, D. Bias Reduction of Modified Maximum Likelihood Estimates for a Three-Parameter Weibull Distribution. *Entropy* **2025**, *27*, 485, doi:10.3390/e27050485.
169. Li, Z.; Deng, L.; Kinloch, I.A.; Young, R.J. Raman Spectroscopy of Carbon Materials and Their Composites: Graphene, Nanotubes and Fibres. *Progress in Materials Science* **2023**, *135*, 101089, doi:10.1016/j.pmatsci.2023.101089.

Résumé : La régénération des fibres de carbone recyclées par voie cardée constitue une approche textile prometteuse pour restructurer des fibres discontinues issues du recyclage de composites. Ces travaux étudient l'influence des paramètres de cardage sur les propriétés morphologiques et mécaniques des fibres obtenues, à travers une analyse multi-échelle. Un plan d'expérience a été défini en faisant varier la densité d'alimentation, le taux de fibres thermoplastiques, la vitesse de cardage, le nombre de passages et l'ouvrison initiale. La caractérisation morphologique a porté sur la longueur, l'orientation et l'homogénéité des fibres et des voiles, à l'aide de protocoles adaptés ou développés au laboratoire. Les propriétés mécaniques ont été évaluées à l'échelle de la fibre unitaire par des essais de traction statique et cyclique. Une modélisation statistique par la loi de Weibull a été utilisée pour analyser la dispersion des propriétés en traction. Les résultats montrent que les propriétés mécaniques des fibres recyclées sont globalement conservées après cardage, sauf lorsque les fibres sont soumises à un nombre élevé de passages ou que la densité d'alimentation est trop importante. Le nombre de passages est le paramètre ayant l'effet le plus marqué sur la réduction de longueur, tandis que l'ajout de fibres thermoplastiques permet de limiter cette dégradation. L'analyse statistique a permis de mieux décrire la dispersion des propriétés mécaniques et d'orienter le choix de configurations de cardage. L'ensemble des résultats donne des repères pour ajuster les conditions de cardage en vue de la réutilisation de fibres recyclées dans des renforts pour composites performants à faible impact environnemental.

Mots clés : Fibres de carbone recyclées, Cardage, Non-tissés, Propriétés mécaniques, Analyse statistique

Abstract: The regeneration of recycled carbon fibres through carding offers a promising approach to restructure discontinuous fibres derived from composite recycling. This thesis examines the influence of carding parameters on the morphological and mechanical properties of the fibres, using a multi-scale analysis. A design of experiments was established by varying the feeding density, thermoplastic content, carding speed, number of passes, and the degree of pre-opening. Morphological characterisation focused on fibre length, orientation, and web homogeneity, using protocols either adapted or developed in the laboratory. Mechanical properties were assessed at the single-fibre scale with static and cyclic tensile tests. A statistical modelling based on the Weibull distribution was used to analyse the dispersion in tensile properties. The results show that the mechanical properties of recycled fibres are generally preserved after carding, except when the fibres undergo a high number of passes or when the feeding density is too high. The number of passes had the most noticeable effect on fibre length reduction, while the addition of thermoplastic fibres helped limit this degradation. Statistical analysis provided a better understanding of the dispersion in mechanical behaviour and helped guide the selection of carding configurations. Overall, the results help define suitable carding parameters to allow the reuse of recycled carbon fibres in composite reinforcements with good performance and lower environmental impact.

Keywords: Recycled carbon fibres, Carding, Nonwovens, Mechanical properties, Statistical analysis