

# Caractérisation 3D in situ de l'écoulement de matériaux composites à fibres discontinues dans le procédé d'impression par dépôt de fil fondu

Achille Betene, Mohamed Cheikh Barick, Martoïa Florian, Stéphane Pelletreau, Claudia Salvan, Thomas Joffre, Pierre Dumont

# ▶ To cite this version:

Achille Betene, Mohamed Cheikh Barick, Martoïa Florian, Stéphane Pelletreau, Claudia Salvan, et al.. Caractérisation 3D in situ de l'écoulement de matériaux composites à fibres discontinues dans le procédé d'impression par dépôt de fil fondu. JNC23: Journées Nationales sur les Composites 2023, AMAC, UFC, Supmicrotech-ENSMM, CNRS, Jul 2023, Besançon, France. hal-04606764

# HAL Id: hal-04606764 https://hal.science/hal-04606764

Submitted on 10 Jun2024

**HAL** is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers. L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

# Caractérisation 3D *in situ* de l'écoulement de matériaux composites à fibres discontinues dans le procédé d'impression par dépôt de fil fondu

# 3D in situ characterisation of the flow of discontinuous fibre composites in Fused Deposition Modelling (FDM) process

A.D.O. Betené<sup>1,2</sup>, F. Martoïa<sup>1</sup>, S. Pelletreau<sup>2</sup>, C. Salvan<sup>2</sup>, T. Joffre<sup>1,2</sup>, P.J.J. Dumont<sup>1</sup>

1 : Univ. Lyon, INSA-Lyon, CNRS, LaMCoS, UMR5259 F-69621 Villeurbanne, France e-mail : pierre.dumont@insa-lyon.fr et florian.martoia@insa-lyon.fr

2 : Centre Technique Industriel de la Plasturgie et des Composites (CT-IPC) 2 rue Pierre & Marie Curie – CS70006 Bellignat, F- 01117 Oyonnax cedex, France

#### Résumé

Le procédé « Fused Deposition Modelling » ou FDM, est basé sur le chauffage d'un filament de polymère thermoplastique qui est déposé au moyen d'une buse d'extrusion de diamètre très fin sur un substrat pour construire couche par couche une pièce. Les pièces fabriquées par FDM sont extrêmement diverses. Des filaments à base de polymères renforcés par des fibres discontinues peuvent également être utilisés pour obtenir des composants aéronautiques semi-structurels aux propriétés mécaniques et physiques élevées. Employer le procédé FDM pour une production de composants à haute valeur ajoutée nécessite cependant une meilleure compréhension et un meilleur contrôle des outils de production et des propriétés induites par ce procédé. Cela n'est possible que si les phénomènes thermomécaniques qui se produisent pendant le dépôt des fils sont bien compris et contrôlés.

Cette étude vise à caractériser l'effet du diamètre de la buse sur le dépôt de fils (PA-6 plus fibres de verre et PLA plus fibres de bois). Pour cela, l'imagerie 3D par microtomographie RX a été employée pour réaliser des essais d'impression *in situ*. L'évolution des descripteurs microstructuraux (taux de pores et de fibres, longueurs et orientations des fibres) a été mesurée dans plusieurs zones des différentes buses testées. Les connaissances acquises au cours de ces expériences conduiront à la fabrication de buses avec des géométries optimisées.

#### Abstract

Fused Depositon Modelling (FDM) is based on the heating of a polymer filament which is deposited by means of an extrusion nozzle of a very fine diameter on a substrate to build a geometric shape from a CAD file. The parts manufactured by FDM from the commercially available thermoplastic polymers are extremely varied. Polymer filaments reinforced with discontinuous fibres can also be used to obtain semi-structural aeronautic components with increased mechanical and/or physical properties. However, using FDM for the reliable mass production of components with high-added value requires a better understanding and control of the production tools and the process-induced properties. This can only be done if the thermomechanical phenomena occurring during the deposition of the filament are well understood and controlled.

Thus, this study aims at characterizing the effect of nozzle geometry on the deposition of fibre-reinforced polymer filaments (PA-6 plus glass fibres and PLA plus wood fibres) using in situ 3D imaging by fast X-ray synchrotron microtomography. The evolution of microstructural descriptors (pore and fibre local volume fractions, fibre length and orientation) were measured in several locations in the tested nozzles. The knowledge acquired during these experiments will lead to the design of nozzles with optimized geometry.

**Mots Clés :** Procédé par dépôt de fils, Composite à fibres discontinues, Microtomographie à rayonnement X synchrotron X, Essais in situ, Microstructure.

**Keywords:** Fused Deposition Modelling, Polymer composite reinforced with discontinuous fibres, X-ray synchrotron microtomography, In situ experiments, Microstructure.

#### 1. Introduction

L'utilisation de la fabrication additive polymère est en plein essor, en particulier dans les domaines des transports et de l'aéronautique. Ceci s'explique par le fait que les procédés de fabrication additive constituent des solutions prometteuses en réponse aux problématiques d'allègement des structures, de fonctionnalités accrues des pièces, de réduction des assemblages et plus généralement de coûts auxquels sont confrontés les industriels de ces secteurs. Parmi les technologies de fabrication additive polymère, le procédé de dépôt de fil fondu, en anglais « Fused Deposition Modelling » ou FDM, est le plus regardé en raison de sa simplicité et du nombre important de polymères thermoplastiques pouvant être mis en forme par ce type de technologie. Le procédé FDM repose sur une technologie d'extrusion de fils (Fig. 1). Le principe de ce procédé est basé sur le chauffage d'un filament polymère qui est déposé au moyen d'une buse ayant un diamètre très fin (de l'ordre de 0,1 à 1,2 mm) sur un support pour construire une forme géométrique en 3D à partir de données de CAO. Les pièces fabriquées par FDM à partir des polymères thermoplastiques disponibles sur le marché sont extrêmement diverses. Cela peut aller de pièces aéronautiques (à l'intérieur de cabine d'avions) à des pièces orthopédiques (semelles, orthèses) en passant par des pièces d'atelier de production : guides de montage, gabarits de contrôle, mains de préhension... En outre, des filaments formulés à partir d'une matrice polymère et de charges de natures diverses (fibres de verre, de carbone, de bois, noir de carbone, graphène, fibres d'acier, poudres de carbone, etc.) peuvent aussi être utilisés avec le procédé FDM afin d'obtenir des pièces composites aux propriétés mécaniques et/ou physiques (conductivité thermique, propriétés vibro-acoustiques, etc.) accrues et/ou présentant de nouvelles fonctionnalités (pièces communicantes, récupération d'énergie, etc.).



Fig. 1. Illustration montrant le principe du procédé de fabrication additive polymère par dépôt de fils fondus (FDM). Figure adaptée de Liu et Wang (2020). [1].

Cependant, employer le procédé FDM pour une production de masse de composants à haute valeur ajoutée nécessite une meilleure compréhension et un meilleur contrôle des outils de production et des propriétés induites par ce procédé. En outre, l'utilisation étendue de ce procédé pour des applications industrielles passe aussi par un accroissement des vitesses de dépôt des fils (augmenter les débits tout en minimisant les phénomènes d'obturation et d'engorgement des buses) et une diminution de la présence de défauts (porosités, distributions hétérogènes en taux et orientation des fibres, retraits, faible cohésion aux interfaces, etc.) dans la structure des pièces composites fabriquées. Cela n'est possible que si les phénomènes d'écoulement et thermiques associés à la mise en œuvre des pièces par FDM sont suffisamment bien caractérisés, compris et modélisés.

Lors de leur passage dans les buses d'extrusion, les polymères chargés en fibres discontinues peuvent être vus comme des suspensions fibreuses s'écoulant dans des zones confinées, c'est-à-dire

au travers d'entrefers ayant des dimensions caractéristiques du même ordre de grandeur que la longueur des fibres. Les fibres peuvent alors être exposées à de forts gradients du champ de vitesse de déformation du fluide. De plus, la matrice polymère possède généralement un comportement non-newtonien, rendant la description de l'écoulement d'autant plus complexe. Enfin, les taux de fibres très élevés de ces matériaux impliquent qu'ils peuvent être vus comme des suspensions fibreuses très concentrées, ce qui signifie que les fibres forment entre elles de nombreux contacts. De nombreuses questions se posent alors sur les phénomènes se produisant lors de l'écoulement de ces suspensions dans des zones étroites telles que des buses d'extrusion. Comment l'architecture des suspensions évolue-t-elle ? Comment se produisent les phénomènes d'accumulation de fibres à l'origine de l'engorgement des buses d'extrusion ? Comment se déforment ou s'endommagent les fibres ? L'évolution de l'orientation fibreuse peut-elle être prédite par des modèles classiques ? De même pour les phénomènes de ségrégation entre les fibres et la matrice polymère ?

Ces dernières années, plusieurs travaux expérimentaux et numériques [2, 3] ont été menés afin d'apporter une meilleure compréhension des phénomènes d'écoulement et thermiques se produisant dans les buses d'extrusion du procédé FDM. Parmi ces études, Yang et al. [2] ont cherché à décrire et quantifier les évolutions microstructurales (variations du taux de fibres, de l'orientation et de la longueur moyenne des fibres, apparition/disparition des porosités) se produisant au cours de l'impression et du dépôt de fils polymères chargés en fibres discontinues (matrice de polyamide 6 renforcée en fibres de carbone discontinues). Pour faire cela, les auteurs ont prélevé des échantillons de matériaux solidifiés dans différentes zones du procédé : au niveau du filament dans la zone d'alimentation de l'imprimante, à l'intérieur de la buse d'extrusion ainsi qu'en dehors, juste avant et après le dépôt du fil fondu. Les échantillons prélevés ont ensuite été imagés en 3D en utilisant un tomographe à rayons X de laboratoire. L'analyse des images 3D obtenues a permis de mettre en évidence des effets prononcés de ré-orientation du renfort fibreux au cours des différentes étapes de mise en forme du composite. Les auteurs ont également observé que la longueur moyenne des fibres en sortie de buse était légèrement inférieure à celle mesurée dans les filaments de départ. Les résultats obtenus sont instructifs et tendent à montrer que les techniques d'imagerie 3D sont pertinentes pour étudier les microstructures induites par le procédé FDM. Cependant, ces travaux ne permettent pas d'évaluer complètement l'effet de la géométrie des buses et des conditions opératoires (vitesse d'extrusion, température) sur les phénomènes thermomécaniques transitoires à l'origine de ces évolutions microstructurales, ni de valider les modèles d'évolution de microstructure fibreuse classiquement utilisés dans les outils de simulation de la mise en forme des polymères chargés. Pour y parvenir, il est nécessaire de réaliser des observations in situ et en temps réel. Des études récentes ont montré que l'utilisation de la microtomographie à rayonnement X synchrotron couplée à des essais mécaniques permet de suivre et de décrire en 3D les évolutions microstructurales (p. ex. ré-orientation des fibres, apparition, transport et disparition des porosités, déformation des fibres, etc.) se produisant au cours des différentes étapes de mise en forme des composites à fibres continues ou discontinues. Par exemple, Laurencin et al. [4] ont récemment réalisé des essais continus de compression en déformation plane confinée d'une suspension concentrée de fibres dans un rhéomètre monté sur un microtomographe à rayons X synchrotron, ce dernier permettant l'acquisition d'images 3D à forte résolution spatiale pour un temps de scan inférieur à la demi-seconde. Cette approche s'est montrée particulièrement efficace pour analyser les phénomènes de structuration sous écoulement des suspensions fibreuses, et ce pour des régimes de concentrations en fibres élevés et des situations d'écoulement confiné.

Dans ce contexte, cette étude vise à caractériser l'effet de la géométrie de la buse d'extrusion sur le dépôt de filaments de deux types de polymères (PA-6 et PLA) renforcés des fibres de verre ou de bois. Pour cela, l'imagerie 3D par microtomographie rapide à rayons X sur la ligne de faisceau BM05 de l'ESRF (Grenoble, France) ainsi qu'un dispositif spécifiquement conçu ont été employés pour réaliser des essais in situ. L'évolution de plusieurs descripteurs microstructuraux (fractions

volumiques locales des pores et des fibres, longueurs et orientations des fibres) a été mesurée dans plusieurs zones des différentes buses testées. Les connaissances acquises au cours de ces expériences conduiront à la fabrication de buses avec des géométries optimisées. Les données expérimentales recueillies permettront également de valider et/ou d'adapter les modèles d'évolution de microstructure fibreuse classiquement utilisés dans la mise en forme des composites par le procédé FDM.

## 2. Matériaux et méthodes

## 2.1 Matériaux

Dans cette étude, deux types de matériaux composites à fibres discontinues ont été étudiés. Un matériau désigné « GF30-PA6 » constitué d'une matrice de polyamide 6 renforcée avec 30% en masse de fibres de verre discontinues ayant un diamètre moyen de l'ordre de 15 µm et une longueur moyenne de l'ordre de 170 µm. Un matériau désigné « WF30-PLA » constitué d'une matrice d'acide polylactique (PLA) renforcée avec 30% en masse de fibres lignocellulosiques broyées provenant du bois. Les particules lignocellulosiques contenues dans ce matériau présentent des géométries complexes à décrire et des dimensions fortement hétérogènes. Les deux matériaux étudiés se présentent sous la forme de filaments cylindriques continus ayant un diamètre de l'ordre de 1,75 mm.

# 2.2 Essais in situ couplés à des observations 3D par microtomographie à rayonnement X synchrotron

Pour étudier les phénomènes de structuration sous écoulement, les filaments bruts de « GF30-PA6 » et « WF30-PLA » ont été positionnés dans un micro-dispositif d'impression FDM (Fig. 2a) pouvant être équipé de buses d'extrusion en aluminium (Fig. 2b) ayant un diamètre *d* égal soit à 0,4 mm, soit à 0,6 mm. Pour les essais, le dispositif d'impression (Fig. 2a) a été monté sur le tomographe à rayons X de la ligne BM05 de l'ESRF. Les essais ont consisté à extruder un fil fondu pendant 3 minutes à faible vitesse d'extrusion et à une température de mise en forme de 250°C (resp. 200°C) pour le matériau GF30-PA6 (resp. WF30-PLA).



Fig. 2. (a) Dispositif d'impression 3D spécifiquement conçu pour réaliser les essais in situ par microtomographie à rayons X sur la ligne de lumière BM05 de l'ESRF (Grenoble, France). (b) Schéma d'une partie du dispositif réalisé montrant les différentes zones imagées en 3D par microtomographie à rayons X (désignées Z1, Z2 et Z3).

À l'issue de cette séquence, nous avons réalisé des images 3D des matériaux GF30-PA6 et WF30-PLA fondus et de leur microstructure dans plusieurs zones désignées Z1, Z2 et Z3 (Fig. 2b) des deux buses testées. Les images 3D ont été réalisées (i) en utilisant une taille de voxel de  $1.9^3 \,\mu\text{m}^3$  et un grand champ de vue (2000 radiographies de 2048×2048 pixels), (ii) en utilisant le mode Paganin [5] pour augmenter le contraste de phase entre les fibres et les matrices polymères, et (iii) avec des temps de scans très rapides, de l'ordre de 2 s.

## 2.3 Procédures d'analyse des images 3D

L'analyse des images 3D obtenues au cours des essais in situ s'est faite en plusieurs étapes. Tout d'abord, une procédure a été spécifiquement développée et utilisée pour retirer le volume correspondant à la buse dans les images 3D reconstruites. Brièvement, cette étape a consisté à représenter les images 3D reconstruites dans un repère cylindrique. Dans ce repère, il est alors plus facile d'appliquer un masque pour retirer le volume correspondant à la buse. Une transformation inverse a ensuite été appliquée pour représenter les images 3D obtenues dans un repère cartésien (Figs. 3a,b). Ces images 3D en niveaux de gris ont ensuite été segmentées en utilisant le plugin « Trainable Weka segmentation » implanté dans le logiciel Fiji. Cet outil de segmentation semiautomatique est basé sur l'utilisation d'une méthode d'apprentissage. Ainsi, une sélection à main levée de régions d'intérêt (ROI) appartenant respectivement aux phases fibres, matrice et pores a été réalisée afin d'alimenter l'algorithme de classification. Les Figs 3c,d montrent des images 3D binarisées obtenues après segmentation sur les phases poreuses (Fig. 3c) et fibreuses (Fig. 3d). À partir des images segmentées, il a été possible d'estimer les fractions volumiques de pores  $\phi_p$  et de fibres  $\phi_f$  en utilisant la fonction « Volume Fraction » du plugin BoneJ implanté dans Fiji.



Fig. 3. (a) Coupe longitudinale 2D et (b) image 3D en niveaux de gris du filament brut GF30-PA6. Les fibres de verre, la matrice et l'air apparaissent respectivement en blanc, gris et noir dans ces images. (c, d) Images 3D binarisées du filament brut GF30-PA6 correspondant aux phases (c) pores (en rouge) et (d) fibres (en gris).

Ensuite, nous avons mis en place une procédure d'individualisation des fibres à partir des images 3D binarisées (segmentées sur la phase fibreuse) obtenues pour les matériaux à base de GF30-PA6. Une carte des distances euclidiennes 3D a tout d'abord été calculée sur ces images. Cette opération consiste à calculer la distance de chaque voxel de la phase fibreuse par rapport à l'interface fibrematrice et à attribuer au voxel considéré la valeur de distance, comprise entre 0 et 255. La carte de niveaux de gris résultant de cette opération est ensuite seuillée pour réaliser une réduction du diamètre des fibres pour séparer les nombreuses fibres en contact. Les fibres sont alors individualisées et leur ligne moyenne est ensuite extraite à partir d'un algorithme de squelettisation 3D implémenté dans le logiciel Fiji. Malheureusement, en raison de la faible résolution spatiale des images 3D (rapport faible entre le diamètre des fibres et la taille d'un voxel), les lignes moyennes des fibres peuvent être discontinues. Ainsi, un algorithme basé sur une méthode des k plus proches voisins (avec un critère de jonction maximum de 15  $\mu$ m, c'est-à-dire de l'ordre du diamètre moyen des fibres de verre) a été spécifiquement implémenté dans Matlab pour reconnecter les portions de lignes moyennes des fibres. Cette procédure d'individualisation des fibres nous a permis de déterminer (i) la longueur  $l_i$  des N

fibres *i*  $(1 \le i \le N)$  des volumes  $\Omega$  analysés, (ii) le vecteur tangent unitaire  $\mathbf{p}_i$  de chaque fibre *i* et (iii) le tenseur d'orientation d'ordre 2 pondéré en longueur, défini comme  $\mathbf{A} = \frac{1}{\sum_{i=1}^{N} l_i} \sum_{i=1}^{N} l_i \mathbf{p}_i \otimes \mathbf{p}_i$ .

#### 3. Résultats et discussion

#### 3.1 Analyse qualitative des phénomènes d'écoulement dans la buse d'extrusion

La Fig. 4 montre une collection de coupes longitudinales d'images 3D obtenues pour les matériaux GF30-PA6 et WF30-PLA au cours de leur écoulement dans différentes zones caractéristiques (Z1, Z2 et Z3) de la buse d'extrusion ayant un diamètre d = 0,4 mm. Les images (a) et (b) de la Fig. 4 obtenues dans la zone Z1 révèlent que les filaments de GF30-PA6 et WF30-PLA présentent initialement (i) une surface irrégulière, (ii) des pores sphériques en leur centre et des pores plutôt allongés à proximité de leur pourtour extérieur, et (iii) des fibres (cas du GF30-PA6) ou des particules (cas du WF30-PLA) aléatoirement dispersées et principalement orientées selon leur axe longitudinal (axe z). Les images (c) et (d) de la Fig. 4 obtenues dans la zone Z2, c'està-dire juste au-dessous de la zone de fusion des filaments, montrent l'apparition de pores fermés présentant des dimensions caractéristiques 5 à 10 fois supérieures à celles des pores observés initialement dans la zone Z1. Enfin, les images (e) et (f) obtenues dans la zone Z3, au niveau du convergent de la buse d'extrusion, révèlent l'apparition d'une zone « morte » ou de recirculation du fluide située à proximité de la paroi de la buse. Dans cette zone, les fibres et/ou les particules présentent un état d'orientation désordonnée. En revanche, les fibres/particules qui s'écoulent au sein du canal cylindrique de sortie de la buse (zones désignées ci-après Z3-I et Z3-II) tendent à s'orienter progressivement selon son axe longitudinal. Il est également intéressant de noter que les porosités observées dans la zone 2 ont totalement disparues dans la zone Z3.



Fig. 4. Coupes longitudinales en niveaux de gris d'images 3D obtenues dans les zones Z1, Z2 et Z3 de la buse d'extrusion (d = 0.4 mm) pour les matériaux GF30-PA6 (a, c, e) et WF30-PLA (b, d, f).

#### 3.2 Analyse quantitative de l'évolution des microstructures induites

La Fig. 5 donne l'évolution de quelques descripteurs microstructuraux comme le taux de porosité  $\phi_p$ (Fig. 5a), le taux de fibres  $\phi_f$  (Fig. 5b), la longueur moyenne  $\overline{l}$  des fibres de verre (Fig. 5c) et les composantes  $A_{xx}$ ,  $A_{yy}$ , et  $A_{zz}$  du tenseur d'orientation **A**, dans les différentes zones Z1, Z2 et Z3 de la buse d'extrusion (d = 0.4 mm). La Fig. 5a, révèle que le taux de porosité  $\phi_p$  évolue de manière importante le long de la buse d'extrusion. Cependant, les évolutions observées pour les matériaux GF30-PA6 et WF30-PLA sont bien différentes. Ceci peut résulter du fait que les deux filaments de départ présentent des taux de porosité bien différents. La Fig. 5b montre une augmentation importante de la fraction volumique de fibres  $\phi_f$  entre les zones Z1 et Z3 de la buse d'extrusion. Cette augmentation peut être associée à un phénomène de ségrégation entre les fibres et la matrice pouvant conduire à un « colmatage » par accumulation de fibres de la buse. Ainsi les fils fondus en sortie de buse (zone Z3-II) présentent des taux de fibres  $\phi_f$  légèrement inférieurs aux filaments de départ. Cet effet est plus facile à apprécier pour le matériau GF30-PA6, étant donné que le fil fondu dans la zone Z3 et le filament de départ possèdent des taux de porosités quasi identiques. La Fig. 5c montre une diminution progressive et importante de la longueur moyenne  $\overline{l}$  des fibres de verre le long de la buse d'extrusion. Enfin, la Fig. 5d révèle que l'écoulement induit des évolutions complexe de l'orientation des fibres de verre. Les fibres initialement très orientées selon l'axe de la buse ( $A_{zz} > A_{xx} \approx A_{yy}$ ) dans le filament initial (Z1) tendent à se désorienter après fluidification et écoulement dans la zone 2 de la buse. Cet effet de désorientation est d'autant plus marqué au voisinage de la zone Z3-I, c'est-àdire au niveau du convergent de la buse. En effet, dans les zones mortes et/ou de recirculation, les fibres présentent un état d'orientation quasi isotrope, caractérisé par des composantes  $A_{xx}$ ,  $A_{yy}$ , et  $A_{zz}$  quasi identiques et de l'ordre de 1/3. Ensuite, l'écoulement dans le canal de sortie (zone Z3-II) de la buse induit à nouveau un effet d'alignement prononcé des fibres. Au final les fils extrudés présentent un état d'orientation quasi identique à celui observé dans le filament initial.



Fig. 5. Graphiques montrant l'évolution des fractions volumiques de pores (a), de fibres (b), de leur longueur moyenne (c) et des composantes A<sub>xx</sub>, A<sub>yy</sub>, et A<sub>zz</sub> du tenseur d'orientation A (d), dans les zones Z1, Z2 et Z3 de la buse d'extrusion. Ces résultats correspondent à des expériences réalisées en utilisant une buse de diamètre d = 0,4 mm. Les graphiques (c) et (d) correspondent uniquement aux résultats obtenus pour le GF30-PA6.

## 4. Conclusion

Cette étude montre que l'imagerie 3D par microtomographie à rayonnement X synchrotron est une technique pertinente pour observer et quantifier les évolutions microstructurales se produisant au cours de l'écoulement de polymères chargés en fibres discontinues dans les buses d'extrusion de machine d'impression 3D par FDM. La base de données expérimentales obtenue par analyse des images 3D met en évidence :

- Un effet de ségrégation entre les fibres et la matrice associé à une augmentation importante de la fraction volumique de fibres  $\phi_f$  dans des zones situées à proximité du convergent de la buse d'extrusion.
- Une augmentation suivie d'une diminution du taux de porosité le long de la buse d'extrusion, probablement associée à des phénomènes complexes d'apparition, disparition (par diffusion) et de transport des pores.
- La présence de zones « mortes » et/ou de recirculation situées à la périphérie de la buse, au niveau du convergent.
- Un effet de désorientation des fibres de verre, caractérisé par un tenseur d'orientation des fibres quasi isotrope dans les zones « mortes » et/ou de recirculation de la buse.
- Un effet d'alignement prononcé des fibres le long du canal de sortie de la buse d'extrusion.
- Une diminution importante et progressive de la longueur moyenne des fibres de verre le long de la buse d'extrusion.
- Un effet important du diamètre de la buse (résultats non présentés et commentés) sur tous les points énoncés précédemment.

Prochainement, ces données devraient nous permettre de valider et/ou d'adapter les modèles d'évolution de microstructures fibreuses (p. ex. modèles d'orientation et/ou de casse de fibres) classiquement utilisés dans la mise en forme des composites à fibres discontinues. En outre, ces données fournissent des indications précieuses sur les règles de conception des buses d'extrusion à suivre pour la mise en forme par FDM de polymères chargés en fibres discontinues.

#### Remerciements

Cette étude a bénéficié des supports financiers de l'ANR (convention n°ANR-21-PRRD-0045-01) et de l'Institut Carnot Ingénierie@Lyon. Les auteurs remercient également le site de l'INSA Lyon d'Oyonnax pour son support administratif et technique. Les auteurs remercient également Mme Élodie Boller (ESRF, beamline BM05) pour son support à la réalisation des images de microtomographie par rayons X.

#### Références

- [1] F. Liu, X. wang, « synthetic polymer for organ 3D printing », *Polymer*, 12(8), 1765, 2020.
- [2] D. Yang, H. Zhang, J. Wu, E.D. Mc Carthy, « Fibre flow and void formation in 3D printing of short-fibre reinforced thermoplastic composites : an experimental benchmark exercice », *Additive Manufact.*, 37, 101686, 2021.
- [3] P. Pibulchinda, E. Barocio, A.J. Favaloro, R.B. Pipes, « Influence of printing conditions on the extrudate shape and fiber orientation in extrusion deposition additive manufacturing », *Comp. Part B.*, 2023.
- [4] T. Laurencin, P. J.J. Dumont, L. Orgéas, S. Le Corre, F. Martoïa, S. Rolland du Roscoat, P. Laure, « 3D real time and in situ observation of the fibre orientation during the plane strain flow of concentrated fibre suspensions », J. Non-Newt. Fluid. Mech. 312, 104978, 2023.
- [5] D. Paganin, S. Mayo, T.E. Gureyev, P.R. Miller, S.W. Wilkins, S. W. « Simultaneous phase and amplitude extraction from a single defocused image of a homogeneous object » *J Microscopy* 206, 33–40, 2002.