# Analyse expérimentale des phénomènes de gauchissement

Les déformations de pièces composites induites par leur procédé de mise en œuvre ont fait l'objet de nombreux travaux. Les sources de ces déformations varient en fonctions de nombreux paramètres liés aux produits (matériaux de renforts, empilement et orientation des fibres...), au procédé (cycle de température, pression...) ainsi qu'aux ressources (matériaux d'outillage, technologie de chauffe...)

Une revue bibliographique des différents mécanismes de déformations appliqués aux pièces composites renforcées par fibres continues est proposée.

Dans un second temps, notre démarche expérimentale sera présentée. Celle-ci permettra de concentrer l'étude sur une technologie de mise en œuvre dans le cadre du projet, c'est-à-dire à renforts et résine donnés.

Enfin, les hypothèses de travaux seront vérifiées expérimentalement. Ainsi, les capacités et les limites de la démarche expérimentale sont identifiées.

# II.1 Etat de l'art

# II.1.1 Contraintes résiduelles

La mise en œuvre des matériaux composites à matrice thermodurcissables et renforts fibreux induit inévitablement des contraintes résiduelles dans la pièce. L'association de matériaux dont les propriétés thermiques et de réticulations divergentes génère des contraintes lors de l'évolution de la température et l'évolution de la polymérisation. Ces contraintes résiduelles sont présentes à différentes échelles.

# II.1.1.1 Echelle microscopique :

L'échelle microscopique est couramment utilisée dans les matériaux composites pour décrire des phénomènes à l'échelle de la section d'une fibre. A cette échelle, l'influence de contraintes peut être bénéfique ou pénalisante d'un point de vue mécanique. En fonction de l'arrangement des fibres dans la matrice, le retrait de polymérisation ainsi que la contraction thermique peuvent permettre l'amélioration de la liaison fibre-matrice par l'augmentation de la pression de contact matrice-pièce ou dans le cas d'arrangement de fibres plus compact, une dégradation de cette liaison (Cf. Figure 1) [1].



Figure 1: Contraintes résiduelles à l'échelle microscopique [1]

Les contraintes à l'échelle microscopique affectent les performances mécaniques de la pièce. Aucun effet sur la variation dimensionnelle de la pièce ne peut être imputé à des mécanismes de déformations à cette échelle [2].

# II.1.1.2 Echelle mésoscopique

L'échelle mésoscopique correspond à l'échelle des filaments du renfort fibreux. L'architecture du renfort, c'est-à-dire la manière dont l'assemblage des filaments est réalisé, détermine les propriétés locales du composite.

# II.1.1.3 Echelle macroscopique

L'échelle macroscopique correspond à l'échelle du stratifié. Des contraintes résiduelles sont générées à l'interface de différentes couches. Les principales sources de contraintes inter-laminaires sont un gradient de taux volumique de fibres, des variations d'orientation de fibres, un gradient de polymérisation et/ou de température [3]. Ces contraintes résiduelles ont une influence majeure sur la géométrie de la pièce. Dans le cadre de cette étude, nous nous intéresserons en particulier au phénomène présent à cette échelle.

# II.1.2 Mécanismes de déformation de plaques composites planes

# II.1.2.1 Orientation et empilement des fibres

Les pièces composites destinées à des applications de hautes performances sont constituées généralement d'un empilement de monocouches appelé stratifié. Ces monocouches se caractérisent par leur type de fibres, la taille du filament ainsi que l'assemblage de ces filaments. Le choix de l'orientation et du type de chaque monocouche permet de d'obtenir des propriétés spécifiques du stratifié.

Un stratifié est dit équilibré lorsqu'il comporte autant de monocouche du même type orientée d'un angle + $\beta$  que d'un angle - $\beta$ . Un stratifié est dit symétrique lorsque l'orientation et le type des monocouches est symétrique par rapport au plan moyen. Un stratifié équilibré implique que les efforts de cisaillement et les contraintes de cisaillement sont indépendantes des efforts normaux et des contraintes normales. Un stratifié symétrique implique que les efforts et les contraintes au plan moyen sont indépendantes des moments et flexions.

Dans le cas de monocouches présentant une anisotropie thermique et/ou chimique, les stratifiés présentent, après démoulage, des déformations [4].

# II.1.2.2 Gradient de taux volumique de fibres (TVF)

Un gradient de taux volumique de fibres dans l'épaisseur du stratifié génère un gradient de retrait de polymérisation ainsi qu'un gradient de dilatation thermique. Ces derniers induisent, lors de l'évolution de la polymérisation ou au refroidissement, un gradient de déformations dans l'épaisseur.

# Méthodes expérimentales :

La détermination expérimentale du TVF peut être réalisée selon les méthodes suivantes :

Méthode par dissolution acide : elle consiste en une double mesure de densité d'un échantillon de pièce et des fibres contenues dans cet échantillon. Dans le cas de fibres de carbone, on isole les fibres grâce à différents bains d'acide qui permettent d'éliminer la résine. Cette méthode est décrite par les normes NF-EN-ISO 1183 pour la détermination de la densité et par NF EN 2564 pour la procédure d'isolement des

fibres de carbone par attaque acide. Elle permet un calcul du TVF d'un échantillon et ne permet donc pas en elle-même la détermination d'un gradient de TVF.

Comptage statistique : Le comptage statistique est réalisé sur micrographie perpendiculaire aux fibres. Le comptage du nombre de section de fibre visible permet, grâce à la prise en compte de la surface théorique de la section d'une fibre, d'estimer le TVF d'un échantillon. Cette méthode peut permettre la détermination d'un gradient de TVF dans l'épaisseur d'une pièce en discrétisant la section de la pièce et en estimant pour chaque couche un TVF.

Analyse d'image : Différents méthodes d'analyse d'images ont été développées afin de pouvoir automatiser la méthode de comptage statistique et de s'affranchir de l'approximation faite d'un diamètre de fibre théorique. Les micrographies peuvent être binarisées ou traitées en nuances de gris afin de dissocier les couleurs propres aux fibres et celles propres aux résines. Dans le cas de micrographie perpendiculaire aux fibres, un ratio entre la surface occupée par les fibres et la surface de l'échantillon permet de déterminer le TVF de l'échantillon. Cette méthode convient bien pour la détermination de gradient de TVF dans l'épaisseur puisqu'elle est capable de déterminer dans la section la répartition des fibres au travers des pixels dont la couleur correspond à celle des fibres.

Dans le cadre de notre étude, les matériaux sont un des paramètres initiaux. Nous travaillons exclusivement avec des produits tissés bidirectionnels. De plus l'orientation des plis peut être variée. Ainsi, les méthodes de comptage statistique et d'analyse d'images ne peuvent être appliquées pour la détermination d'un TVF. En effet, le tissage, le compactage ainsi que le réarrangement des fibres ne permet pas de réaliser une micrographie perpendiculaire à chaque fibre. Les méthodes de détermination de TVF basées sur des analyses d'images ne peuvent être mise en œuvre dans ce cas.

→Une méthode permettant de caractériser le TVF dans l'épaisseur pour nos hypothèses de travail est à déterminer.

# Gradient de TVF de pièce réalisé par procédé prepreg-autoclave :

Dans le cas de pièces réalisées par procédé prepreg-autoclave, plusieurs travaux abordent ce thème. Les travaux de [5] permettent de caractériser expérimentalement

ce gradient dans le cas de différentes configurations de stratifié et de faire le lien entre le gradient de TVF et le rayon de courbure mesuré expérimentalement. Les variations de TVF mesurées sont inférieures à 3%. Les résultats montrent que dans ce cas le rôle du gradient de TVF pouvait être raisonnablement négligé.

# II.1.2.3 Gradient de température

Un gradient de température dans l'épaisseur peut engendrer des déformations de pièce due à un gradient de polymérisation et donc de retrait dans l'épaisseur. Un gradient de température peut être le résultat de deux phénomènes :

- Un système de chauffe insuffisamment efficace ou présentant des rampes de montées en température trop rapides, peut induire des gradients de température responsables de déformations non négligeables.
- Lors de la réaction de la résine époxy, une énergie considérable peut être générée. Si cette énergie n'est pas dissipée suffisamment vers l'outillage et/ou l'environnement, un gradient de température complexe peut apparaître avec des répercussions tant sur la géométrie finale de la pièce, que sur les propriétés intrinsèques. Le matériau d'outillage, de part sa capacité à dissiper l'énergie de polymérisation de la résine, joue un rôle prépondérant [6].

# II.1.2.4 Interaction pièce-outillage

# **Principe**

Les déformations induites par le procédé prepreg-autoclave sont largement étudiées dans la littérature [7], [8]. Il a été identifié que l'interaction entre la pièce et l'outillage est responsable du gauchissement de pièce à empilement symétrique et équilibré. Lors des variations de température, l'outillage de moulage se dilate différemment par rapport à la pièce composite en cours de polymérisation. Dans le cas d'outillage acier ou aluminium, il se dilate d'un facteur approximativement de 12 à 24 fois respectivement par rapport à la pièce composite si l'on approxime le coefficient de dilatation d'un composite résine époxy renforcée fibres carbone à 1. Ce différentiel de coefficients de dilatation thermique induit lors des variations de température un transfert de contraintes de l'outillage vers la pièce. Ces contraintes sont alors emprison-

nées dans la pièce composite et en résulte, après démoulage, un gauchissement de celles-ci.

# Résultats expérimentaux

L'interaction pièce-outillage est un mécanisme étudié depuis plusieurs années dans le cas de procédés de type preimprégné-autoclave. Deux types d'approche expérimentale ont été menées afin d'améliorer la compréhension de ce mécanisme de déformation.

# Etudes expérimentales macroscopiques

La plus naturelle consiste en la fabrication d'une plaque de longueur significative (de 300 à 1200 mm) théoriquement plane, c'est-à-dire moulée sur un outillage plan, puis de mesurer le profil de la pièce composite ainsi réalisé. G. Twigg et al. [7] ont quantifié le gauchissement de plaque plane en variant différents paramètres produitprocédé-ressource.



Figure 2: Photographie montrant l'amplitude de gauchissement pour trois longueurs de pièce (586kPA pression autoclave/interface pièce outillage FEP) [7]

Paramètres produit :

Il a été montré la forte dépendance du gauchissement aux paramètres du produit. L'épaisseur de la pièce composite est un paramètre influent fortement l'amplitude du gauchissement final. L'épaisseur de la pièce détermine la rigidité finale de la pièce. L'impact d'un même niveau de contrainte transmise dans la pièce dépend de la rigidité de la pièce.

Différentes longueurs de pièce ont également été étudiées. La longueur des pièces est le paramètre le plus sensible. Les résultats expérimentaux montrent que pour une pièce de longueur L, son gauchissement est proportionnel à la longueur L au cube.

→ L'épaisseur et la longueur de la pièce ne sont pas des paramètres moteurs du mécanisme d'interaction pièce-outillage mais des facteurs déterminants.

## Paramètres procédé

L'influence de paramètres procédés typiques a également été investigué. Il est montré que la pression dans l'autoclave durant la polymérisation influe sur le gauchissement. L'impact est moins significatif que celui engendré par les paramètres produit. Le gauchissement d'une manière générale tend à décroître avec une décroissance de la pression. Il est à noter cependant, que quelques résultats expérimentaux obtenus par ces auteurs contredisent cette affirmation.

→ L'impact des paramètres procédés investigués [10] tend à être moins significatif que celui engendré par les paramètres produit.

L'influence de paramètres procédé sur le mécanisme de déformation due à l'interaction pièce-outillage, dans le cas d'un procédé de transfert de résine (RTM) a été investigué par [9]. Le transfert de contraintes pièces-outillage a été caractérisé expérimentalement au moyen de capteur fibres optique ainsi que de jauges de contraintes disposées sur le moule et sur la pièce composite. Les contraintes résiduelles dans la pièce sont évaluées par une mesure de la courbure de la pièce. Trois cycles de polymérisation ont été expérimentés. Les trois cycles sont des cycles simples à un palier de maintien. Il ressort de cette étude, que la courbure est d'autant plus faible que la température de maintien du cycle est haute. Au vue des résultats de ces travaux, il apparaît que l'interaction pièce-outillage dans le cas de procédé RTM est plus complexe que dans le cas de procédé preimprégné-autoclave. Celle-ci contribue fortement à la fidélité dimensionnelle de la pièce, mais ce mécanisme de déformation ne peut expliquer à lui seul les déformations finales de la pièce.

 $\rightarrow$  Les déformations de pièces théoriquement planes induites par un procédé de transfert de résine sont analogues à celles obtenues par procédé preimprégnéautoclave. Cependant, il apparaît que les spécificités de leur mise en œuvre pourraient complexifier l'interaction entre procédé et ressources.

#### Paramètres ressources

Plusieurs paramètres ressources influent sur le gauchissement de la pièce. Les conditions de la surface jouent un rôle important. Il conditionne en grande partie les propriétés d'adhésion pièce/outillage. L'adhésion et le frottement entre l'outillage et la pièce déterminent les contraintes transmises à la pièce. En l'absence d'adhésion, l'outillage et la pièce glisseraient sans pouvoir transmettre de contraintes. Les résultats expérimentaux de [10] montrent une dépendance entre le gauchissement et le type de condition de surface d'outillage utilisé, ici un agent de démoulage est un film FEP (copolymère éthylène fluoré) par exemple.

→ Les déformations peuvent être réduites par l'utilisation d'agent de démoulage approprié.

#### Etudes expérimentales mésoscopiques

Les résultats des études macroscopiques permettent d'identifier et de quantifier l'influence des paramètres produit-procédé-ressources. Afin d'améliorer la compréhension de ce mécanisme de déformation, une approche à l'échelle mésoscopique est nécessaire. Elle doit permettre de mieux comprendre les relations entre la pièce et l'outillage au cours de cycle de polymérisation. Deux méthodes expérimentales sont proposées dans la littérature afin de répondre à ces attentes.

Les travaux de [10] proposent une méthode expérimentale qui permet de quantifier l'interaction entre les surfaces de la pièce et de l'outillage au cours du cycle de cuisson. Partant du constat que les contraintes de cisaillement ne pouvaient techniquement être mesurées à l'interface, mais peuvent être mesurées en surface de pièce dans la mesure où celle-ci pénètre dans la pièce. Les mesures par jauge de contraintes directement sur un matériau composite étant délicates ; elles sont réalisées sur un film aluminium fin. L'allongement mesuré pendant le cycle de cuisson correspond alors en théorie à un allongement résultant de la combinaison de l'allongement de la pièce composite et de celui de l'outillage. Ces travaux ont montré qu'avant que le point de gélification de la résine soit atteint, un niveau de contrainte significatif est observé. Ceci laisse donc supposer qu'il existe un transfert de contrainte vers les plis de fibres. Le développement de contraintes résiduelles dues à l'interaction dans la pièce est le plus significatif lors de la phase de montée en température. Il est également à noter que les agents de démoulage utilisés ne permettent pas d'éviter une adhésion pièce-outillage le long du cycle de polymérisation.

Les travaux de [11] proposent une méthode expérimentale basée sur la reproduction du phénomène d'interaction pièce-outillage. Le mouvement relatif pièce-outillage induit par le différentiel de coefficient de dilatation est reproduit au moyen d'une machine de traction conventionnelle. Les résultats montrent la complexité du phénomène d'interaction pièce-outillage. L'effort de friction mesuré dépend de la cinétique de polymérisation de la résine, du type de renfort fibreux, de la cinétique du déplacement relatif pièce-outillage, du cycle de cuisson, des conditions de surface. Ces travaux permettent de quantifier l'influence de ces différents facteurs sur l'effort de friction mesuré en fonction de l'évolution de la polymérisation de la résine.

Plus récemment, les travaux de L. Khoun et Al. [12] ont permit la mesure des contraintes induites par le procédé RTM au moyen de capteurs à fibres optiques à réseaux de Bragg (Cf. Figure 3). Les capteurs sont noyés dans la pièce composite à diverses positions : un sur chaque peau et un au centre de la pièce. Le cycle de polymérisation utilisé est 2h à 180°C. L'étude s'inté resse en particulier au phénomène en présence au cours du refroidissement. La mesure des contraintes développées dans le plan permet de mettre en évidence les interactions entre la pièce et l'outillage résultants du différentiel de coefficient de dilatation thermique. Un modèle éléments finis 3D a également été développé pour simuler l'interaction pièce-outillage observée. Le décollement de la pièce de l'outillage, ainsi que le développement des contraintes présentent au refroidissement, ont pu être décrite au moyen d'un contact de type friction à l'interface entre la pièce et l'outillage de moulage.



Figure 3: Variation in-situ de contraintes au cours du cycle de l'injection à la fin du refroidissement [12].

# II.1.2.5 Positionnement de nos travaux

La littérature présente de nombreux travaux sur le thème des déformations induites par le procédé. La grande majorité de ceux-ci concerne les procédés preimprégnéautoclave. Bien que le schéma typique imprégnation/consolidation/polymérisation soit commun à tous les procédés de mise en œuvre de matériaux composites, la mise en œuvre des procédés de transfert de résine et, plus particulièrement, d'infusion présente un certain nombre de spécificités.

Nos travaux devront s'attacher à identifier et caractériser ces spécificités ainsi qu'à les exploiter afin d'améliorer les compréhension des mécanismes de déformations afin de pouvoir proposer des solutions industriellement satisfaisantes permettant la minimisation/suppression de ces déformations induites dans le cas de pièces planes dans un premier temps.

# II.2 Démarche expérimentale

## II.2.1 Essais préliminaires

#### II.2.1.1 Problématique

Le mécanisme de déformation due à l'interaction pièce-outillage est un mécanisme identifié pour les procédés preimprégné-autoclave et pour les procédés de transfert de résine. Par analogie et au vue des similitudes de mise en œuvre, ce mécanisme est supposé présent pour les procédés d'infusion de résine. A l'instar de ce qui a été fait sur le sujet concernant des tissus preimprégnés [II.1.2.4], le comportement de l'interface pièce-outillage au cours du cycle de cuisson permet de mieux comprendre le fonctionnement de ce mécanisme.

Nous nous intéresserons plus particulièrement à l'influence des procédés d'obtention des surfaces d'outillage. En effet, ce paramètre est déterminé par rapport à un savoir-faire propre en fonction des spécificités du produit-procédé-processus. L'objectif étant de mettre en évidence l'influence et la sensibilité de l'état de surface de l'outillage sur le niveau de contraintes transmises.

# II.2.1.2 Outillage expérimental

Un outillage, par analogie a celui réalisé par [10], a été développé, conçu et réalisé (Cf. Figure 4) afin de pouvoir caractériser l'effort de friction pièce-outillage dans le cas des procédés de transfert de résine. La difficulté dans ce cas est de garantir une étanchéité suffisante sans entraver ou pénaliser la mobilité entre la lame mobile et l'outillage.

Cet outillage permet de reproduire le mouvement relatif entre la pièce composite et l'outillage au cours du cycle de cuisson de la résine. Les renforts sont mis en place dans une empreinte de l'outillage fixe, correspondant à un volume de fibres représentatif des pièces visées. L'outillage fixe est équipé de deux résistances électriques plates connectées à une armoire de régulation de température. L'imprégnation des renforts est réalisée par infusion. Après imprégnation des renforts, un déplacement est imposé au moyen d'une machine de traction conventionnelle sur une lame mobile

en fonction de la variation de température du cycle. L'effort résultant, correspondant à l'effort de friction pièce-outillage est mesuré.



Figure 4: Outillage pour l'analyse de l'interface pièce-outillage développé

# II.2.1.3 Conditions expérimentales et résultat

Les résultats pour une vitesse relative pièce outillage de 0.1 mm/mn sont présentés sur la Figure 5. Cette vitesse, à titre d'exemple, représente le déplacement relative pièce-outillage obtenu en extrémité d'une pièce de 1000mm dont le cycle de polymérisation présente des rampes de montée en température de l'ordre de 8°C/min. L'évolution des efforts de friction est semblable à celle caractérisée pour les procédés preimprégné-autoclave. Après le point de gélification de la résine, la majorité des contraintes sont transmises à la pièce. On notera l'effort de friction important au refroidissement, malgré l'emploi d'agent de démoulage. Son impact sur la déformation de la pièce finale devra être expérimenté.



Figure 5: Effort de friction pièce-outillage en fonction du cycle de cuisson

La rugosité de l'outillage représente un facteur important déterminant le niveau de contraintes transmises. La Figure 6 compare les pics d'efforts obtenus lors de la deuxième rampe de montée en température pour différentes conditions de surface. Nous constatons que l'effort de friction maximum est deux fois plus important entre une surface polie et une surface brute d'usinage.

Malgré l'absence de forte pression de consolidation, comme pour les procédés preimprégné-autoclave, la rugosité apparaît comme étant un paramètre sensible de l'interaction pièce-outillage.

→ La rugosité de l'outillage doit être prise en compte pour la maîtrise des interactions pièce-outillage. Les contraintes transmises diminuent concomitamment avec la rugosité.



Figure 6: Evolution de l'effort de friction pour un outillage brut (1), brossé (2) et poli

(3)

# II.2.2 Processus de préformage de plaques planes

Les renforts fibreux utilisés dans le cadre de cette étude sont des produits poudrés. Une opération de compactage concomitamment avec une opération de cuisson du liant est nécessaire pour que les fibres sèches conservent le taux volumique de fibres souhaité. Ce processus est appelé préformage. Dans le cadre de ces travaux, le préformage est réalisé en étuve sur une plaque de moulage en acier (Cf. Figure 7). Le cycle est de 2h à 120°C. Les plis du film de mise sous vide sont à éviter afin de réduire les tensions de bâche localisées pouvant engendrer des hétérogénéités de compactage.



Figure 7: Réalisation des préformes

La Figure 8 présente les mesures réalisées sur une série de préforme au moyen d'un pied à coulisse. Cinq mesures par préforme ont été réalisées le long de celle-ci. On observe des divergences d'épaisseur par préforme jusqu'à +/- 0.1mm. Bien que l'on soit proche de l'incertitude de mesure du pied à coulisse (+/-0.05 mm) on observe des variations d'épaisseur moyenne relativement importantes (de 1.95 à 2.14 mm). Plusieurs explications peuvent être avancées pour justifier ces variations. L'incertitude sur le grammage du renfort de +/- 5 % entraîne, pour une épaisseur de 6 plis, une divergence possible de +/- 0.1 mm. La structure même du tissu peut éga-lement être mise en cause. En effet l'épaisseur d'un empilement de produits tissés ne peut être prédite tant leur hétérogénéité est grande de par leur processus de confection et les tolérances larges de mise en position.



Figure 8: Variation d'épaisseur mesurée des préformes d'une même série

# II.2.3 Outillages

La table chauffante est constituée de résistances thermiques insérées dans des éléments métalliques. Ces éléments sont en aluminium afin de favoriser l'homogénéité de la réparation de la température en surface de moule.

La fonction première des plaques de moulage est d'assurer la forme des pièces à réaliser. Diverses plaques de moulage sont disponibles (Cf. II.4.2). Celles-ci sont bridées sur la table chauffante afin de restreindre les déformations dues aux contraintes thermiques. Le bridage est conçu pour ne pas sur-contraindre la plaque de moulage dans le cas de l'utilisation de matériaux aux propriétés thermiques différentes de la table chauffante.



Figure 9: Dispositif expérimental développé: maquette numérique et photo

# II.2.4 Régulation thermique

La régulation thermique de l'outillage est assurée par deux zones de chauffe indépendante. Les thermocouples de régulation sont disposés sur la bâche à vide, à l'endroit où celle-ci est en contact direct avec l'outillage. Une régulation thermique réalisée au moyen de système de chauffe positionné sur l'outillage garantit que la consigne est égale à la température en peau de la pièce à cuire. Ainsi, contrairement à des cuissons en étuve ou en autoclave, le cycle de cuisson de la pièce peut être piloté par des cycles simples. Les rampes de montées en température sont linéaires, contrairement à des cuissons dans des enceintes chauffées où l'inertie des outillages induit des rampes de températures complexes et différentes pour des conceptions d'outillage différentes.

# II.3 Vérification des hypothèses

Afin de valider nos hypothèses de travail, le dispositif expérimental ainsi que les pièces produites sont évalués expérimentalement. Nous nous attacherons tout particulièrement au :

- Gradient de température dans l'épaisseur
- Gradient de TVF le long de la pièce
- La reproductibilité du TVF pour une série de pièces
- Gradient de TVF dans l'épaisseur
- La déformation de la préforme sèche
- Le caractère unidirectionnel de la déformation de nos éprouvettes

## II.3.1 Gradient de température dans l'épaisseur

Le gradient de température dans une pièce peut être mesuré par l'utilisation de thermocouples K de diamètre 0.5 mm répartis entre les différents plis de tissus (Cf. Figure 10). Les diamètres des thermocouples ont été choisis pour maximiser la finesse, c'est-à-dire réduire l'incidence de mesure sur le phénomène mesuré, tout en conservant une grande sensibilité.



Figure 10: Disposition des thermocouples (TC) pour la mesure du gradient de température dans l'épaisseur de la pièce

Les mesures effectuées (Cf. Figure 11) mettent en valeur tout d'abord l'importance d'un matériau isolant au dessus de la pièce composite. Si celle-ci est laissée en contact direct avec l'air ambiant, le gradient de température dans l'épaisseur devient non négligeable avec plus de 20 $^{\circ}$  de différence dans cet exemple, entre le point chaud et le point froid. Par l'utilisation d'un isolant au dessus de la plaque composite, la différence entre le point chaud et le point froid est réduite à moins de 5 $^{\circ}$ .

Il est à noter que la différence entre la température du moule et la température entre les plis ne croît pas concomitamment avec le nombre de plis.



Figure 11: Gradients de température mesurés avec et sans isolant

Par l'utilisation d'un isolant en surface de la pièce composite au cours du cycle de polymérisation

→ Il apparaît bien que, dans le cadre de notre étude, le gradient de température dans l'épaisseur peut être négligé.

# II.3.2 Analyse du taux volumique de fibres

Les pièces composites réalisées pour ces travaux sont constituées de fibres de carbones, de résine et de porosités. Le taux volumique de chaque composant permet de caractériser la performance du produit. Un gradient de taux volumique de fibres peut apparaître à deux niveaux dans un stratifié : dans la longueur et dans l'épaisseur.

# II.3.2.1 Gradient de TVF le long de la pièce

La mise en œuvre de la pièce est par choix non symétrique .Le canal de distribution de résine est situé à une extrémité de la pièce, tandis que l'évent se situe à l'autre extrémité. Afin de caractériser un gradient de TVF, les 5 échantillons de 10\*20mm sont prélevés dans trois zones distinctes de la pièce : la zone 1 (Z1) correspond au 100 premiers millimètres de la pièce, la zone 2 (Z2) correspond au 100 millimètres centraux de la pièce et la zone 3 (Z3) correspond au 100 derniers millimètres de la pièce. L'épaisseur des éprouvettes est ensuite mesurée au moyen d'un pied à coulisse conventionnel. Deux essais ont été choisis pour caractériser la variation d'épaisseur le long de la pièce. Les résultats sont présentés sur la Figure 12.

Il apparaît que l'épaisseur de la pièce décroît plus on se rapproche de l'évent. Ce type de variation est un phénomène connu, spécifique au procédé d'infusion de résine [13], [14]. Cette variation s'explique en grande partie par la variation de pression de compactage perpendiculairement au plan de la pièce. Cette pression de compactage résulte de la dépression appliquée au niveau de l'évent et est transmis par l'intermédiaire de la résine à l'état liquide. Les pertes de charges induites par les renforts fibreux ont pour effet de diminuer la dépression et donc de diminuer la pression de compactage appliqué par la vessie.



Figure 12: Evolution de l'épaisseur de la pièce en fonction de la zone de prélèvements pour deux essais.

La mise en œuvre de nos essais nous permet toutefois de minimiser ce gradient d'épaisseur le long de la pièce. Le fait de travailler avec des produits préformés et consolidés par poudrage avant infusion nous permet de minimiser les phénomènes de relaxation de la préforme après le passage du front de résine et ainsi, de minimiser la variation d'épaisseur le long de la pièce. Nous avons mesuré une différence maximale d'environ 100µm entre la zone de prélèvement 1 et la zone de prélèvement 2. Cette différence représente un écart théorique d'environ 2.3% sur le taux volume de fibre des deux zones.

 $\rightarrow$  Au vue de ces résultats, l'influence de la variation d'épaisseur et donc de taux volumique de fibres le long de la pièce est considéré comme négligeable.

#### II.3.2.2 Reproductibilité du TVF

Les procédés de mise en œuvre de matériaux composites et, plus particulièrement, les procédés d'infusion de résine présentent une part importante de travaux manuels et de savoir-faire. La reproductibilité du taux volumique de fibres prélevés dans la zone 1 a été évaluée expérimentalement. La Figure 13 présente les résultats pour 8 séries d'essais. Ceux-ci ont été réalisés pour des paramètres produits identiques ainsi que pour une mise en œuvre semblable. Plusieurs paramètres procédés et ressources sont variants, cependant leurs influences directes sur le TVF n'apparaissent

pas significatives (matériaux d'outillage, cinétique de montée en température...). Les résultats montrent que les pièces produites présentent un TVF moyen proche de 57,85%. L'écart observé est de +/-2 %.

Les matériaux et semi-produits utilisées pour ces essais présentent un certain nombre de dispersion. Plusieurs travaux [15] montrent que les fluctuations des propriétés macroscopiques de la pièce peuvent s'expliquer par les fluctuations des matériaux aux échelles inférieures, en particulier mésoscopique.

Cette dispersion du TVF peut également s'expliquer par la mise en œuvre manuelle des essais. En particulier, le positionnement du canal de distribution de résine, du frein ainsi que leur raccordement avec le tissu de délaminage et le média de distribution est influencé par la dextérité de l'opérateur. La variation de positionnement de ces éléments entraîne une variation des sections et donc une variation du champ de pression. Il peut en résulter une variation du TVF de la pièce.



Figure 13: Reproductibilité du TVF des pièces produites

La Figure 14 présente pour ces mêmes essais la reproductibilité du taux volumique de porosité (TVP) présentes dans la pièce. Ce dernier est calculé à partir des mesures de densité réalisées sur les échantillons. Les essais caractérisés présentent un

TVP moyen de 2,80% pour une dispersion approximative de l'ordre de +/-1%. La préparation manuelle et la mise en œuvre choisie pour celle-ci peuvent largement contribuer à expliquer cette dispersion.



Figure 14: Reproductibilité du TVP

→La reproductibilité des propriétés macroscopiques des pièces produites parait satisfaisante dans le cadre de nos travaux dans la mesure où le gradient de TVF des pièces est négligé.

# II.3.2.3 Gradient de TVF dans l'épaisseur de la pièce

Dans le cas de pièces réalisées par procédé préimprégné-autoclave, la pression de consolidation est telle que la répartition des fibres dans l'épaisseur est considérée comme homogène [5]. Dans le cas des procédés d'infusion, et plus particulièrement dans notre cas, on ne peut parler aussi distinctement de pression de consolidation. Pendant l'opération de préformage, la pression de consolidation est uniforme sur toute la surface de la pièce (en négligeant les effets de tension de bâche), par contre

au cours de l'opération de moulage, celle-ci évolue de manière complexe. Lorsque la préforme est imprégnée, une dépression est appliquée à l'évent et s'étend dans la pièce et les équipements d'infusion par la résine. La polymérisation de la résine est réalisée sous une certaine dépression. Cependant, celle-ci ne permet pas d'atteindre la pression de 6 à 8 bars de pression obtenue dans une enceinte de type autoclave. De ce faite, l'ampleur de ce gradient doit être évalué afin de s'assurer de son caractère négligeable dans le cadre de cette étude.

Il est donc nécessaire de caractériser l'évolution du TVF dans l'épaisseur dans le cadre de notre étude. Les méthodes conventionnelles ne convenant pas pour nos applications (Cf. II.1.2.2), une méthode expérimentale d'évaluation est à développer.

Une solution consiste à séparer chaque pli de la pièce et de réaliser une détermination du TVF par une méthode de dissolution. Une pièce est réalisée dans des conditions conventionnelles, hormis le fait qu'un tissu de délaminage est intercalé entre chaque pli de carbone. La pièce est ensuite pelée, puis trois échantillons sont prélevés et dissous selon la norme NF EN 2564.

Les résultats sont représentés sur la Figure 15. On remarque tout d'abord que le TVF moyen est de 55.3% soit près de 3% inférieur aux pièces réalisées dans des conditions conventionnelles. La dispersion des TVF par plis est de l'ordre de +/- 1% dans le cas le plus critique, ce qui reste acceptable. On observe que la répartition du TVF dans l'épaisseur de la pièce est complexe avec un écart de prés de 6% entre les valeurs moyennes extrêmes. Les résultats tendent à montrer une diminution du TVF pour les plis proches de la face moule. Le pli en contact avec l'outillage ne suit pas cette tendance et présente un TVF important.



Figure 15: Gradient de TVF dans l'épaisseur

Deux hypothèses peuvent être émises. Soit il s'agit de l'effet du contact avec la face rigide du moule qui tend à faire augmenter la pression de consolidation dans ce pli, soit ce résultat est induit par cette mise en œuvre spécifique. En effet, l'ensemble des plis hormis celui en contact avec l'outillage sont en contact sur leurs deux faces avec un tissu de délaminage.

La moyenne des trois premiers plis coté outillage est de 54% tandis que celle des trois derniers plis est de 56.6%. Ce gradient tend à déformer la pièce en formant un concave vers l'outillage de moulage. Le gradient de TVF dans l'épaisseur dans le cas des pièces réalisées dans cette étude doit être observé avec attention.

On notera toutefois que la méthode utilisée oblige le prélèvement d'échantillon de relative grande dimension (30mm\*30mm). Elle permet d'obtenir des grandes tendances. La méthode requiert l'insertion de tissus de délaminage à entre les plis. L'arrangement des fibres entre elles peut être affecté d'une manière significative.

→ Dans le cas de pièces réalisés en infusion, les déformations dues à un gradient de TVF dans l'épaisseur peuvent ne pas être négligeables.

## II.3.3 Interaction préforme-outillage

Lors d'essais expérimentaux permettant de caractériser l'effort de friction pièceoutillage, il a été montré (Cf. II.1.2.4), qu'il existait un transfert de contrainte de l'outillage vers les fibres. Afin de quantifier l'influence de ce transfert de contrainte sur la géométrie de la préforme, une série de préformes a été réalisée sur un outillage acier. Les renforts fibreux poudrés sont compactés sous vide à 1mbar 2h à 120°C. Le profil d'une préforme type est représenté sur la Figure 16.



Figure 16: Exemple de profil d'une préforme

Le gauchissement de la préforme est significatif, avec une amplitude de près de 1.4mm, bien que celle-ci présente un drapage symétrique et équilibré. Ceci peut s'expliquer par la présence de liant (poudrage de résine thermodurcissable à 5% massique).Le liant induit une adhésion suffisamment forte entre la pièce et l'outillage pour transmettre des contraintes à la préforme. La polymérisation du liant thermodurcissable permet d'emprisonner les contraintes générées par la dilation différentielle de la préforme et de l'outillage. Au refroidissement, celles-ci se trouvent en partie libérées et conduisent au gauchissement de la pièce. D'autres phénomènes peuvent contribuer à ce gauchissement. Un gradient de TVF dans l'épaisseur de la préforme pourrait aboutir à ce même type de déformation. Des essais complémentaires seraient nécessaires pour identifier avec certitude les phénomènes en présence. Cependant, les préformes étant disposées sur une plaque plane pour être imprégnées de résine puis cuites, il paraît difficile d'affirmer que les tensions dans la préforme peuvent induire des déformations de la pièce imprégnée et polymérisée au vue de la différence de rigidité entre une préforme sèche et une pièce composite imprégnée.

→ Il existe une interaction préforme-outillage pouvant entraîner un gauchissement significatif de la préforme.

# II.3.4 Déformation unidirectionnelle de la pièce

Afin de simplifier l'interprétation des résultats, la géométrie des pièces réalisées a été déterminée de telle façon que les déformations soient contenues dans un plan. Pour cela, le rapport longueur/largeur a été choisi pour être le plus élevé possible. Une largeur minimum a été déterminée afin que les effets de bord puissent être négligés. De plus, la largeur de la pièce doit être suffisamment représentative par rapport à la structure même du renfort utilisé. La longueur doit être suffisamment importante pour que la variation de paramètres de moyenne influence soit détectable. Au vue de ces différents points, la dimension des pièces à réaliser est fixée à 600\*65mm pour une épaisseur de 6 plis de tissu carbone.

Pour valider l'hypothèse de déformation unidirectionnelle des pièces, les premières pièces réalisées sont numérisées sur toutes leurs surfaces au moyen d'un scanner laser. Les nuages de points obtenus sont analysés soit par un post traitement au moyen du module Digitalized Shape Editor (DSE) de CATIA (Cf. Figure 17), soit par traitement des coordonnées de chaque point du nuage (Cf. Figure 18).



Figure 17: Aperçu de la déviation d'une pièce par rapport à sa géométrie théorique obtenue après traitements des données sous CATIA

La première méthode permet de visualiser les champs de déformation par rapport au plan XZ correspondant à la géométrie théorique de la pièce. Il apparaît que les déviations selon Y sont uniquement dépendantes de la position en X. La projection du nuage de points dans le plan XY nous le confirme bien (Cf. Figure 18).



Figure 18: Projection dans le plan XY d'un nuage de points typique

→ La géométrie des pièces nous permet bien dans ce cas de contenir les déformations dans le plan XY, c'est-à-dire de se concentrer sur un problème de déformation 2D.

# **II.4** Paramètres expérimentaux

Dans le cadre de notre étude, nous nous intéressons, en particulier, aux paramètres d'industrialisation du procédé de mise en œuvre. L'objectif est de mettre en lumière leurs influences et leurs sensibilités sur les caractéristiques géométriques de la pièce.

# II.4.1 Paramètres liés aux produits

Les paramètres du produit sont déterminés par le projet industriel auxquelles ces travaux sont rattachés. Le choix des paramètres du produit à faire varier doit permettre une utilisation étendue des résultats de ces travaux par rapport aux besoins associés.

# II.4.1.1 Résine

Deux types de résine seront utilisés. La résine A (Hunstman : LY564/22962) doit permettre de mieux comprendre les mécanismes de déformations en présence, afin de développer une méthode permettant leur prédiction. La résine B est la résine de validation sur démonstrateur des concepts développés. Les résines utilisées sont exclusivement des résines époxydes bi-composant à faibles viscosités (< 500 Cp).

# II.4.1.2 Géométrie

La géométrie des éprouvettes d'essais doit permettre de:

- reproduire les phénomènes en présence pour les pièces visées par ce projet
- permettre d'intégrer dans une modélisation les paramètres intrinsèques de la pièce et ainsi rendre ce modèle industrialisable.

Dans le cadre de cette étude, trois épaisseurs de pièce, correspondant à trois configurations de drapage différentes sont utilisées : [0/90]<sub>6</sub>, [0/90]<sub>7</sub>, [0/90]<sub>8</sub>. De même, trois longueurs de pièces seront expérimentées : 300, 600 et 1200 mm afin d'être suffisamment représentatif des pièces composites visées par ce projet.

# II.4.1.3 Influence de l'intégration de fonctions

Les procédés d'infusion, de part leur flexibilité de mise en œuvre, permettent l'intégration de nombreuses fonctions. Ces fonctions peuvent être de différentes natures, de l'insert métallique à la peinture de la pièce. Ces fonctions sont présentes à différentes échelles et peuvent affecter les propriétés finales de la pièce.

Nous nous intéresserons plus particulièrement aux tissus métalliques fonctionnalisant. Ceux-ci permettent d'améliorer significativement la conductivité électrique et ainsi de protéger la structure contre la foudre. Ces tissus peuvent se présenter sous diverses formes, préimprégné ou sec, et peuvent être réalisés selon divers procédés (tissage, extrusion...). Nous présenterons dans cette étude les résultats obtenus avec un tissu extrudé en alliage de cuivre.

# II.4.2 Paramètres liés au procédé

# II.4.2.1 Paramètres du cycle de polymérisation

Le cycle de polymérisation est une évolution de la température permettant la transformation de la résine. Nous nous concentrerons sur des cycles aboutissant à des taux de polymérisation de 1. Les procédés de mise en forme de matériaux composites ne déterminent pas seulement les propriétés géométriques de la pièce, ils conditionnent également les propriétés finales du matériau. Le rôle du cycle de polymérisation, notamment, joue un rôle prépondérant dans le processus de transformation de la résine et donc dans son comportement thermique et physico-chimique. L'impact des paramètres du cycle de polymérisation sur les déformations induites est donc à investiguer afin de quantifier, minimiser et/ou modéliser ces déformations en fonction des paramètres usuels du cycle de polymérisation.

# Les paliers de maintien en température

Les paliers de maintien en température sont les segments les plus importants du cycle. Leur nombre varie en fonction des besoins mécaniques et des exigences en termes d'industrialisation. Dans cette étude, nous travaillerons, selon les préconisations du fournisseur, avec 2 types de cycles mono-palier (C3 et C4) et 2 types de cycles bi-paliers (C1 et C2) Ces cycles possèdent des points de gélification distincts, apparaissant sur des paliers de maintien ou non (Cf. Figure 19).



Figure 19: Représentation des cycles de polymérisation utilisés

Une mesure de densité de résine pure (Cf. Figure 20) permet de caractériser le retrait de polymérisation. La variation de densité de la résine non polymérisée et polymérisée permet de quantifier le retrait. Les mesures de densité sont réalisées selon la norme NF-EN-ISO 1183. On observe que le palier de maintien après la gélification permet une certaine relaxation des contraintes internes. La hauteur de ce palier de maintien joue un rôle significatif. Il apparaît que la résine présente un retrait de polymérisation plus faible pour une hauteur de paliers plus faible.



Figure 20: Caractérisation du retrait en fonction du cycle de polymérisation

# Cinétique de montée en température

La cinétique de montée en température est un paramètre peu usité dans l'industrie conventionnelle. En effet, les enceintes pressurisées de type autoclave, ou non pressurisées de type étuve ne permettent pas directement la maîtrise de la cinétique de chauffe de l'outillage de moulage. C'est de l'inertie thermique de celui-ci dont dépend sa cinétique de montée en température.

Dans le cadre de cette étude, les pièces composites sont réalisées sur des outillages thermiquement autonomes. Les résistances électriques permettent de réguler la température de surface de l'outillage de manière homogène sur celles-ci grâce à des régulations multi-zonales. La cinétique de température devient dans ce cas un paramètre maîtrisable, indépendamment de la géométrie de l'outillage. Ce paramètre représente un paramètre d'industrialisation important dans la mesure où il détermine une partie non négligeable du temps de l'opération de cuisson de la préforme, et de la pièce composite. Ce paramètre joue cependant un rôle significatif pour la détermination du retrait de polymérisation de la résine (Cf. Figure 21). De plus, l'augmentation de la cinétique de chauffe entraîne une augmentation des contraintes transmises due à l'interaction pièce-outillage [10]. Afin de prendre en compte ce paramètre dans notre étude, trois cinétiques de montée en température 0.5, 2 et 8°C/min seront testées pour différentes configurati ons.



Figure 21: Retrait de polymérisation en fonction de la cinétique de chauffe

# Cinétique de refroidissement

La cinétique de refroidissement représente au même titre que la cinétique de montée en température un paramètre d'industrialisation important. Son influence sur les propriétés de la pièce en général ainsi que sur la déformation de la pièce est mal connue. Afin de quantifier l'influence de ce paramètre, deux types de refroidissements sont à expérimenter : un refroidissement naturel et un refroidissement forcé à l'eau.

# II.4.2.2 Mise en œuvre

Les procédés d'infusion de résine ont ceci en commun que l'élément moteur de la résine est une dépression. Cependant, une multitude de variantes ont été développées pour s'adapter à des types de pièces spécifiques ou pour améliorer les performances mécaniques globales de la pièce. On pourrait citer les procédés RIFT (Resin Infusion under Flexible Tool) [16] ou TERTM (Thermal Expansion Resin Transfert Molding) [17] qui proposent des solutions technologiques permettant l'amélioration du compactage des pièces et donc du TVF des pièces produites. D'autres procédés plus récents, proposent des mises en œuvre différentes devant permettre de répondre aux exigences requises. Le procédé VAP (Vaccum-assited process) [18] permet par l'intermédiaire d'une membrane semi-poreuse d'appliquer une dépression sur toute la pièce. Ainsi, les propriétés et leurs homogénéités sont accrues. Le procédé « CAPSAIRTM Process », développé et breveté dans le cadre du projet CAP-SAIRTM permet, quant à lui, de répondre à des exigences locales en terme de géométrie et de performance mécanique [19].

Dans le cadre de cette étude, nous concentrerons nos efforts sur la mise en œuvre conventionnelle, décrite ci-dessous, des procédés d'infusions ainsi que sur la particularité des infusions mixtes.

# **Conventionnelle**

Nous appellerons infusion conventionnelle les infusions dont la mise en œuvre est représentée sur la Figure 22. L'empilement se compose d'une plaque de moulage, traitée selon les règles de l'art, une préforme de fibres sèches compactées, d'un film de démoulage appelé usuellement tissu d'arrachage et d'un média de distribution. L'imprégnation des fibres est réalisée longitudinalement. Le point d'injection de résine et l'évent étant positionnés à chaque extrémité de la pièce. Un canal de distribution de résine est positionnée sous le point d'injection de résine afin de distribuer uniformément la résine sur la section de la préforme. Un frein de résine, qui est un matériau à très faible perméabilité comparé à la préforme, est disposé sous l'évent afin de contenir le flux de résine et ainsi de garantir une imprégnation complète de la pièce.



Figure 22: Mise en œuvre conventionnelle par procédé LRI

#### Imprégnation frontale

La mise œuvre dite frontale comme décrite sur la Figure 23 consiste en l'imprégnation de la préforme par un front de résine frontale. Dans ce cas, l'imprégnation se fait sans média de distribution. Ce type d'imprégnation restreint

donc les longueurs maximales imprégnables. L'imprégnation est faite dans ce cas au travers de la largeur de la pièce.



Figure 23: Imprégnation frontale par procédé LRI

# II.4.3 Paramètres liés au processus

# II.4.3.1 Post-cuisson

La post-cuisson est une opération de post-moulage. Celle-ci est réalisée généralement pour homogénéiser les propriétés mécaniques ainsi que pour parfaire la polymérisation et augmenter la température de transition vitreuse appelée Tg. Deux types de post-cuisson peuvent être réalisés selon les conditions aux limites : pièce libre ou pièce contrainte dans son outillage. Les deux types de post-cuisson seront réalisés suivant un cycle de 2h à 150°C pour les pièces réalisées avec la résine A.

# II.4.4 Paramètres liés aux ressources

# II.4.4.1 Matériaux d'outillage

Le matériau d'outillage peut conditionner une part importante du coût final d'un outillage. Son influence n'est toutefois pas négligeable dans le cas de la mise en forme de matériaux composites. Si le matériau d'outillage représente une part importante du coût de l'outillage, son influence sur l'industrialisation d'une pièce doit être prise en compte dans la mesure où les temps de montée/descente en température ainsi que les durées de vie des outillages peuvent être pénalisants. De même, la nature du matériau d'outillage de part ses propriétés intrinsèques (Cf. Tableau 1) notamment de dilatation peut induire de nombreuses perturbations. Dans le cas de géométries complexes, l'outillage peut au refroidissement contraindre la pièce et rendre son démoulage difficile. Dans le cas de pièces simples, comme des plaques planes, le matériau d'outillage peut, à divers instants du cycle de polymérisation, transmettre un certain nombre de contraintes. Celles-ci, après refroidissement, risque d'entraîner des déformations de pièces non négligeables (Cf. II.1.2.4).

Matériaux d'outillages	Coefficient de dilatation thermique [K-1]	Conductivité thermique [W.m-1.K-1]	dureté approximative sans traitement [HRB]	
Aluminium	23,4	237	45	
Acier	12,0	42,0	90	
Invar	1,4	13	70	
HexTOOL® (composite)	3,5	N.C.	78	

Tableau 1: Comparaison des propriétés de matériaux d'outillage

Dans le cadre de cette étude, nous expérimentons deux types de matériaux d'outillage :

- Une plaque de moulage composite époxy-carbone. Cette plaque est réalisée par stratification manuelle suivie d'une consolidation-polymérisation sous presse. Les renforts utilisés sont des fibres de carbone tissées bidirectionnelles (0/90°). La résine est une résine époxy pour ou tillage.
- Une plaque de moulage en aluminium. Celle-ci est usinée à partir d'un produit brut. Son état de surface a été déterminé en fonction d'essais préliminaires (Cf. II.2.1).

# II.4.4.2 Média de distribution

Le média de distribution est le composant principal de la mise en œuvre de la pièce par infusion conventionnelle. Son rôle est de distribuer la résine liquide sur toute la surface de la pièce. Sa perméabilité doit donc être suffisamment importante pour satisfaire cette exigence. Dans le cadre de cette étude, les pièces sont polymérisées à des hautes températures (de 150 à 180°C). Cette contrainte restreint fo rtement la plage de produits utilisables pour cette application. Afin de caractériser et de mieux comprendre les interactions entre la pièce et le média de distribution, deux types de médias ont été sélectionnés. Ces deux médias diffèrent par leur propre processus de fabrication : Le <u>média de distribution A</u> est un produit mono filament polyester tissé d'une épaisseur de 0.60mm. Le <u>média de distribution B</u> est un produit à base Nylon extrudé et thermocollé d'une épaisseur de 0.9mm.

# II.4.4.3 Agent de démoulage

L'agent de démoulage doit permettre le retrait de la pièce de son outillage. De nombreuses contraintes sont émises. En effet, la contamination de la pièce par l'agent de démoulage peut avoir des conséquences néfastes sur les propriétés mécaniques des couches de finitions de la pièce. De plus, certains procédés, notamment ceux utilisant des produits préimprégnés, requièrent une adhésion relative du pli de préimprégné sur l'outillage. Dans le cadre de cette étude, nous nous intéresserons plus particulièrement à deux catégories d'agent de démoulage : les produits liquides et ceux sous forme de film (Cf. Tableau 2). Le film d'arrachage est particulièrement difficile à industrialiser de part ses difficultés de mise en œuvre. Cependant, il permet de réduire fortement le transfert de contraintes pièce-outillage. Ainsi, il doit permettre de mieux caractériser les phénomènes en présence.

Désignation	Matériaux	Mise en œuvre		
Frekote NC44	Base solvant	2 couches suivies d'une		
		cuisson à 15mn à 60℃		

ETFE

#### Tableau 2: Agents de démoulage sélectionnés

#### II.4.4.4 Film d'arrachage

Film démoulant

Le film d'arrachage a pour fonction première de faciliter le retrait des équipements d'infusion. Il permet également de remplir diverses fonctions secondaires. Ainsi, on retrouve sur le marché un certain nombre de films d'arrachage. Pour notre étude,

Habillage conventionnel

nous nous intéresserons plus particulièrement à deux catégories que sont les films d'arrachage perforés et les tissus d'arrachage. Le film d'arrachage est un film ETFE perforé. Nous expérimenterons également trois tissus d'arrachage dont la finesse du tissage ainsi que le matériau dont il se compose varient (Cf. Tableau 3).

Désignation	Matériaux	Caractéristiques	Epaisseur
Aerovac	Nylon désensimé	Grammage :	100 µm
BR100	et thermodurci im-	60g/m²	
	prégné fluorocar-		
	bone		
Release Ply B	Nylon désensimé	Grammage :	114 µm
	et thermodurci	62g/m²	
		Tissage : chaîne x	
		trame 409 x 343	
		fils de chaîne/ dm x	
		fils de trame/ dm	
Release Ply C	Polyester désen-	Grammage :	101 µm
	simé et thermodur-	64g/m²	
	ci	Tissage : chaîne x	
		trame 409 x 331	
		fils de chaîne/ dm x	
		fils de trame/ dm	
Film démoulant	ETFE	22,8 m²/Kg/	25,4 µm
perforé WL5200			

# Tableau 3: Films d'arrachage sélectionnés

# II.4.5 Plan d'essais

Les paramètres d'essais sont synthétisés dans le tableau ci-dessous. Les paramètres soulignés correspondent à la configuration de référence.

Paramètres produit								
Epaisseur	<u>6 plis</u>	7 plis	8 plis					
Longueur	300 mm	<u>600 mm</u>	1200 mm					
Fonction	Néant	Tissu métallique						
Paramètres procédé								
Cycle	15mn à 120℃ +2h à 150℃	<u>1h à 80℃</u> +2h à 150℃	2h à 150℃	4h à 80℃				
Rampe de chauffe	0,5℃/mn	<u>2℃/mn</u>	8℃/mn					
Rampe de refroidissement	<u>environ</u> 0,5℃/mn	environ 20℃/mn						
Paramètres ressources								
Matériaux d'outillage	Aluminium	Composite carbone époxy						
Agent de démoulage	<u>Solvant</u>	Film démoulant						
Média de distribution	Néant	<u>Média 1</u>	Média 2	2 plis Média 1				
Tissus de délaminage	<u>PR100</u>	Release Ply B	Release Ply C	WL5200 perfo- ré				

## Tableau 4: Synthèse des paramètres expérimentaux

# II.5 Méthode d'exploitation des résultats

#### II.5.1 Système de mesure

Dans cette étude nous nous attachons à quantifier les déformations ayant une influence sur la forme des pièces produites. Les pièces à mesurer présentent une très faible rigidité. Une mesure avec un palpeur requiert une pression de contact (3g) qui déformerait la pièce. Des mesures par des moyens de mesure sans contact sont donc nécessaires. Un scanner laser de type KREON est donc utilisé pour mesurer un nuage de point à la surface des pièces (Cf. Figure 24). Afin d'éviter les déformations due à son poids propre, la pièce est posée sur son chant et mesurée dans cette position.



Figure 24: Machine de mesure tridimensionnelle - Capteur scanner KREON

## II.5.2 Méthode d'exploitation

Le nuage de points mesuré par l'intermédiaire du système décrit ci-dessus est posttraité dans le module Digitalized Shape Edition (DSE) de Catia V5. Ce module permet de filtrer et nettoyer le nuage de points des effets de bord. Puis, le module Shape Reconstruction (SR) permet de déterminer le plan moyen du nuage de points. Nous considérons par la suite que ce plan moyen est le plan XZ. Pour des raisons de commodité, nous réalisons une translation du nuage de points de telle façon que le plan XZ ait pour ordonnée Y=0.

#### II.5.3 Incertitude de la méthode

Le moyen de mesure sans contact à disposition ne dispose pas d'une incertitude propre de mesure. En effet, celle-ci dépend de nombreux paramètres, induit par le procédé, comme la distance capteur-pièce, ou par la pièce elle-même comme par exemple les différences de réflexibilités dues à la structure du matériau.

Afin d'évaluer l'incertitude de la méthode de mesure et d'exploitation des résultats, une même pièce est mesurée 5 fois dans les mêmes conditions environnementales en reproduisant à chaque fois le processus complet du posage jusqu'à la détermination du gauchissement. Les résultats montrent une amplitude moyenne de 1.898mm pour un écart type de 0.038 mm. A la vue de ces résultats, la fiabilité de la méthode est jugée acceptable compte tenu du cadre de cette étude.

# II.6 Analyse des déformations induites

Le profil caractéristique des pièces mesurées est représenté sur la Figure 25. L'essai a été réalisé dans des conditions opératoires conventionnelles (Référence 111-21111-1111-1 du plan d'essai). La déformation de la pièce est symétrique. Aucune déformation localisée significative n'est observée. Le profil des pièces tend à être symétrique. La légère dissymétrie observée peut s'expliquer par le gradient de TVF de la pièce (Cf. 0) qui entraîne une variation de la rigidité locale le long de la pièce. Il peut ainsi résulter une dissymétrie du profil de déformation soumise à des sollicitations symétrique.

 $\rightarrow$  Les profils de déformations des pièces sont homogènes et quasi-symétriques.

Les pièces réalisées de manière conventionnelle présentent des déformations convexes vers la plaque de moulage. Cette observation va à l'encontre de celles réalisées dans la littérature pour des pièces réalisées par procédé preimprégnéautoclave (Cf. [7] et [8]). Le mécanisme de déformation de type interaction pièceoutillage ne peut expliquer une déformation dans ce sens.

→ Les déformations de pièces convexes vers l'outillage ne peuvent être expliquées par l'interaction pièce-outillage.



Figure 25: Profil caractéristique d'une pièce démoulée

La Figure 26 présente les profils de déformations d'une pièce caractéristique après le retrait de celle-ci de la plaque de moulage avant et après le retrait des équipements d'infusion. Le profil de la pièce avec ses équipements d'infusion présente également une déformation homogène et raisonnablement symétrique. La déformation est convexe vers l'outillage avec une amplitude très supérieure à celle de la pièce après retrait des équipements d'infusion (environ d'un facteur 12).



Figure 26: Profils caractéristiques d'une pièce avant et après retrait des équipements d'infusion

La Figure 27 montre la superposition des profils de 4 pièces issues d'une même série et réalisées avec les mêmes paramètres produit-procédé-processus-ressources. On note une dispersion non négligeable des profils de pièces de l'ordre de 20% du gauchissement maximum moyen.



Figure 27: Comparaison des profils de pièce d'une même série

La divergence des déformations de pièces d'une même série mise en évidence cidessus pourrait être induite par de nombreuses causes. La comparaison des profils de chaque pièce avant et après retrait des équipements d'infusion (Cf. Figure 28) montre distinctement une même relation entre la déformation de la pièce avant et après retrait des équipements d'infusion. La santé matière des équipements d'infusion, c'est-à-dire la qualité d'imprégnation (porosité, zone sèche) est la première explication à cette forte dispersion. En effet, le niveau de contrainte transmis dépend des propriétés intrinsèques du composite formé par les équipements d'infusion imprégnés de résine.





La relation entre les profils avec et sans équipements d'infusion n'est pas directement proportionnelle au vue des valeurs de ratio calculées (Cf. Figure 29). Il est toutefois remarquable que ces ratios croissent pour des valeurs de gauchissement maximum avant retrait des équipements d'infusion croissantes.

→Il existe une relation entre le gauchissement d'une pièce démoulée et celui d'une pièce avec ses équipements d'infusions non démoulés.



Figure 29: Comparaison du ratio des gauchissements maximums sans et avec les équipements d'infusion et du gauchissement maximum des pièces avec équipements d'infusion.

La contribution des équipements d'infusion dans la déformation des pièces paraît au vue des résultats ci-dessus indéniable. Le média de distribution est après infusion saturé de résine pure qui polymérise dans le même temps que la pièce. Les équipements d'infusion et la pièce composite forment un ensemble hétérogène solidaire dont les propriétés thermiques et physico-chimiques diffèrent fortement. Après refroidissement et retrait de cet ensemble de la plaque de moulage, il est libre de se déformer sous l'action des contraintes issues du différentiel de propriétés thermiques physico-chimiques.

Ces premiers résultats laissent penser que ce différentiel de propriétés engendre, au cours du cycle de fabrication, un transfert de contraintes qui, après démoulage complet de la pièce, contribue à la déformation finale de celle-ci. Il existerait donc une interaction entre les équipements d'infusion et la pièce composite. La contribution de ce mécanisme comparé à celle due à l'interaction pièce-outillage est dominante dans la mesure où le sens de la déformation est contraire à celui obtenu en présence du seul mécanisme de déformation de type interaction pièce-outillage.

→ Dans la cadre du procédé d'infusion de résine, la déformation induite pour des pièces théoriques planes résulte d'au moins deux mécanismes de déformations : une interaction pièce-outillage et une interaction équipement d'infusion-pièce. Cette dernière domine largement la première dans le cas de configuration conventionnelle.

# II.6.1 Bilan

Cette première partie a permis l'analyse expérimentale des phénomènes de gauchissement dans le cas de pièces composites réalisées par un procédé d'infusion de résine. Des conditions expérimentales ont été déterminées afin de s'affranchir des déformations liées au gradient de température et donc de polymérisation.

Les premières pièces produites ont été analysées afin de valider les hypothèses initiales, notamment celles liées à des gradients de taux volumique de fibres. Ces pièces ont permis également d'évaluer et de valider la méthode de quantification des déformations ainsi que la reproductibilité du procédé.

Les premières mesures de déformation montrent la présence d'un lien entre la déformée de pièces avant et après retrait des équipements d'infusion. Ce constat laisse penser qu'une interaction entre la pièce et les équipements d'infusion est responsable d'une partie des déformations résultantes de la pièce.

Un travail spécifique doit être mené pour comprendre les relations entre les équipements d'infusion et la déformée de la pièce démoulée.