

UNIVERSITÉ DE MONTRÉAL

CARACTÉRISATION MORPHOLOGIQUE ET RHÉOLOGIQUE DU FINI DE
SURFACE DE PIÈCES FABRIQUÉES PAR RTM.

MARIE-JOSÉE LANDRY

DÉPARTEMENT DE GÉNIE MÉCANIQUE
ÉCOLE POLYTECHNIQUE DE MONTRÉAL

MÉMOIRE PRÉSENTÉ EN VUE DE L'OBTENTION
DU DIPLÔME DE MAÎTRISE ÈS SCIENCES APPLIQUÉES

GÉNIE MÉCANIQUE

OCTOBRE 2004



Library and
Archives Canada

Bibliothèque et
Archives Canada

Published Heritage
Branch

Direction du
Patrimoine de l'édition

395 Wellington Street
Ottawa ON K1A 0N4
Canada

395, rue Wellington
Ottawa ON K1A 0N4
Canada

Your file Votre référence

ISBN: 0-494-01348-6

Our file Notre référence

ISBN: 0-494-01348-6

NOTICE:

The author has granted a non-exclusive license allowing Library and Archives Canada to reproduce, publish, archive, preserve, conserve, communicate to the public by telecommunication or on the Internet, loan, distribute and sell theses worldwide, for commercial or non-commercial purposes, in microform, paper, electronic and/or any other formats.

The author retains copyright ownership and moral rights in this thesis. Neither the thesis nor substantial extracts from it may be printed or otherwise reproduced without the author's permission.

AVIS:

L'auteur a accordé une licence non exclusive permettant à la Bibliothèque et Archives Canada de reproduire, publier, archiver, sauvegarder, conserver, transmettre au public par télécommunication ou par l'Internet, prêter, distribuer et vendre des thèses partout dans le monde, à des fins commerciales ou autres, sur support microforme, papier, électronique et/ou autres formats.

L'auteur conserve la propriété du droit d'auteur et des droits moraux qui protègent cette thèse. Ni la thèse ni des extraits substantiels de celle-ci ne doivent être imprimés ou autrement reproduits sans son autorisation.

In compliance with the Canadian Privacy Act some supporting forms may have been removed from this thesis.

Conformément à la loi canadienne sur la protection de la vie privée, quelques formulaires secondaires ont été enlevés de cette thèse.

While these forms may be included in the document page count, their removal does not represent any loss of content from the thesis.

Bien que ces formulaires aient inclus dans la pagination, il n'y aura aucun contenu manquant.

UNIVERSITÉ DE MONTRÉAL

ÉCOLE POLYTECHNIQUE DE MONTRÉAL

Ce mémoire intitulé :

CARACTÉRISATION MORPHOLOGIQUE ET RHÉOLOGIQUE DU FINI DE
SURFACE DE PIÈCES FABRIQUÉES PAR RTM.

Présenté par : Landry Marie-Josée

En vue de l'obtention de : Maîtrise ès sciences appliquées

a été dûment accepté par le jury d'examen constitué de :

M. SANSCHAGRIN Bernard, D. Ing., président

M. TROCHU François, Ph.D., membre et directeur de recherche

M. FAVIS Basil, Ph.D., membre et codirecteur de recherche

M. FISA Bohuslav, Ph.D., membre

DÉDICACE

À ma mère, Diane

À mon père, Ovila

À mon frère, Jean-Sébastien

À ma sœur, Corinne

À mon conjoint, Philippe

*Dans chaque mot et chaque page de ce mémoire,
il existe un peu de vous parce que vous vous m'avez donné
la force et le courage de réaliser ce projet.*

REMERCIEMENTS

Je voudrais remercier mon directeur de recherche M. François Trochu pour l'ouverture d'esprit dont il a fait preuve lors de notre première rencontre. Également, parce qu'il a accepté d'explorer les voies de la caractérisation rhéologique et morphologique des matériaux composites dans son groupe de recherche. Au cours de ces 18 mois, il m'a permis de développer une grande autonomie et a toujours été ouvert à mes nouvelles idées. Ses encouragements m'ont accompagnée à chaque étape de ce travail.

Je tiens également à remercier M. Basil Favis, mon codirecteur, pour m'avoir encouragée à développer mon sens critique face à la littérature et à mon propre travail. Il m'a également fait découvrir les mélanges de polymères. Ses conseils et ses critiques constructives m'ont menée à l'écriture d'un mémoire plus rigoureux.

Merci à toute l'équipe du Centre de Composites Haute Performance, pour leurs conseils, leur altruisme et leur support moral. Je souhaite aussi remercier les techniciens du CRASP, M. Christian-Charles Martel et M. Jacques Beausoleil, pour leur disponibilité et leur aide technique.

Je remercie également toute l'équipe du CM², plus particulièrement M. Éric Duchesne, M. Philippe Plamondon et M. Jean Claudinon pour m'avoir aidée dans la préparation des échantillons et l'observation au MEB. Merci à Suzie Poulin et Craig Hyett du laboratoire d'analyse de surface du département de génie physique pour les tests de spectroscopie infrarouge à transformation de Fourier.

Merci à M. Clément Bernard pour ses conseils dans le domaine de la planification d'expériences. Enfin, je tiens à remercier les professeurs Bohuslav Fisa et Bernard Sanschagrin pour avoir accepté de juger ce mémoire.

RÉSUMÉ

Depuis plusieurs années, les composites ont gagné l'attention de l'industrie automobile en raison de leurs bonnes propriétés mécaniques et leur facilité de mise en forme. La fabrication des composites est un domaine de recherche très actif présentement puisque plusieurs logiciels de simulation sont créés afin de prédire les défauts de fabrication et d'optimiser les paramètres du procédé. Une méthode de fabrication très étudiée pour le fini de surface est le moulage à injection par transfert de résine (RTM). Parallèlement, les matrices des matériaux composites ont évolué. Elles peuvent maintenant être constituées de mélanges de polymères. Dans le cadre de ce mémoire, un composite formé d'une matrice de mélange de polymères de polyester insaturé, de styrène, de polyacétate de vinyle et renforcé par des fibres de verre a été étudiée. Ce mémoire porte sur l'optimisation du fini de surface et sur la caractérisation rhéologique et morphologique du mélange de polymères renforcé par des fibres de verre et fabriqués par le procédé RTM. Les objectifs de ce rapport consistent à optimiser deux paramètres du procédé de fabrication, comprendre la formation d'un fini de surface de faible rugosité et établir un lien entre la rugosité de surface, la rhéologie et la morphologie. Les résultats ont montré qu'un pourcentage de PVAc de 16% combiné à un gradient thermique de 13 degrés Celsius sont les paramètres optimaux pour la fabrication d'une plaque composite par le procédé RTM. La rhéologie a montré une croissance abrupte de la viscosité en même temps qu'une baisse de la rugosité de surface. Cette observation a été faite pour un mélange avec plus de 15% de PVAc. Également, l'étude morphologique a révélé une seconde phase à partir de ce pourcentage. Les spectres obtenus par la spectroscopie infrarouge à transformation de Fourier ont permis d'identifier la présence de polyester insaturé et de styrène sur la surface de faible rugosité des échantillons. Ces deux polymères seraient responsables de la formation d'un fini de surface de faible rugosité.

ABSTRACT

During the last years, fiber reinforced composite materials have reached an increased industrial interest. The composites field extends from automotive and aerospace industries to sports and construction. The high specific properties of composite materials have overlapped the use of standard metal parts in many applications. Polymer matrix composites have also shown a high industrial interest and many research areas are oriented to the development of polymer blends. The polymeric composite study in this report is a matrix of polymer blends composed of unsaturated polyester, styrene, polyvinylacetate and reinforced by fiber glass. Resin Transfer Molding (RTM) is a well establish and flexible manufacturing technique capable of producing large composite parts at relatively low cost. In RTM, a large number of process variables have a strong impact on manufacturing performance. The determination of adequate process parameters is the key to yield successful molding conditions in terms of mechanical properties, geometrical stability and surface finish of the part. In case of automotive applications, the roughness and brightness of the part is essential for the appropriate surface finish. The subject of this report is the optimization of surface finish by rheological and morphological characterization of composites manufactured by RTM process. The objectives are to optimize two process parameters, understand the formation of a low roughness surface and establish a link between surface roughness, rheology and morphology. The results showed that a percentage of 16% PVAc with a 13 degree Celsius thermal gradient were the optimal parameters to manufacture a RTM composite part with low surface roughness. The rheology studies showed that for a certain percentage of PVAc, the viscosity increases while the roughness decreases. This observation was made with an unsaturated polyester blend with 15% PVAc. The morphological study revealed the presence of a minor phase for the unsaturated polyester blend with more than 15% PVAc. The infrared spectrometry analysis identified the presence of only unsaturated polyester and the styrene on the low roughness surface.

TABLE DES MATIÈRES

DÉDICACE	IV
REMERCIEMENTS	V
RÉSUMÉ	VI
ABSTRACT.....	VII
TABLE DES MATIÈRES.....	VIII
LISTE DES TABLEAUX.....	IX
LISTE DES FIGURES	X
LISTE DES ANNEXES.....	XII
 INTRODUCTION.....	 1
CHAPITRE 1 : INTRODUCTION AUX COMPOSITES À MATRICE	
POLYMÉRIQUE	4
1.1. Description des composites à matrice polymérique.....	4
1.2. La matrice de polymères	4
1.3. Les polyesters (matrice).....	6
1.4. Les renforts fibreux	7
1.5. Les types de texture des renforts	9
1.6. Les catalyseurs	10
1.7. La phase mineure du mélange	10
1.8. Le procédé de fabrication.....	11
1.9. Description des étapes de fabrication par moulage RTM.....	14

CHAPITRE 2 : REVUE LITTÉRAIRE	18
2.1. Rhéologie.....	18
2.2. Morphologie.....	22
CHAPITRE III : MÉTHODOLOGIE EXPÉRIMENTALE.....	37
3.1. Planification d'expériences	37
3.2. Moule thermique et son instrumentation	40
3.3. Rugosimètre.....	43
3.3. Rhéomètre.....	46
3.4. Microscopie électronique à balayage	48
3.5. La spectroscopie infrarouge à transformation de Fourier.....	51
CHAPITRE IV : RÉSULTATS ET ANALYSE	54
4.1. Résultats du rugosimètre.....	54
4.2. Résultats rhéologie	60
4.3. Résultats au microscope électronique à balayage	70
4.4. Résultats de la spectroscopie infrarouge à transformation de Fourier	81
DISCUSSION	87
CONCLUSION	91
RÉFÉRENCES.....	94
BIBLIOGRAPHIE.....	98
ANNEXES.....	99

LISTE DES TABLEAUX

Tableau 1.1.	Avantages et inconvénients du procédé RTM
Tableau 3.1.	Plan des essais
Tableau 3.2.	Produits utilisés pour la fabrication des plaques
Tableau 3.3.	Conditions des tests pour l'évaluation du caractère newtonien
Tableau 3.4.	Conditions des tests pour la mesure de la viscosité
Tableau 4.1.	Résultats du rugosimètre
Tableau 4.2.	Codage dans Statistica
Tableau 4.3.	Résultats Ra
Tableau 4.4.	Viscosité du polyester insaturé
Tableau 4.5.	Viscosité du polyester insaturé (2 ^e lot)
Tableau 4.6.	Viscosité des mélanges de polymères
Tableau 4.7.	Viscosité du PVAc
Tableau 4.8.	Comparaison rugosité et viscosité

LISTE DES FIGURES

- Figure 1.1. Procédés de fabrication des thermodurcissables
- Figure 1.2. Étapes du procédé RTM
- Figure 1.3. Réaction de polymérisation
- Figure 1.4. Structure chimique du PVAc
- Figure 2.1. Viscosité en fonction du pourcentage de PVAc
- Figure 2.2. Étapes de formation de la morphologie par Suspène
- Figure 2.3. Étapes de la formation de la morphologie selon Li
- Figure 3.1. Description du processus
- Figure 3.2. Moule thermique
- Figure 3.3. Réservoir sous pression
- Figure 3.4. Bain thermostaté
- Figure 3.5. Coupe de la plaque
- Figure 3.6. Rugosimètre Mitutoyo
- Figure 3.7. Sens des mesures
- Figure 3.8. Description du paramètre Ra
- Figure 3.9. Rhéomètre de type couette AR-2000
- Figure 3.10. Schéma d'un microscope à balayage électronique [7]
- Figure 3.11. Schéma du FTIR
- Figure 4.1. Rugosité en fonction du pourcentage d'additif
- Figure 4.2. Courbes d'optimisation
- Figure 4.3. Courbe de désirabilité
- Figure 4.4. Surface de désirabilité
- Figure 4.5. Ra en fonction du degré de gradient
- Figure 4.6 Caractère newtonien de la résine
- Figure 4.7. Évolution de la viscosité en fonction du temps
- Figure 4.8. Viscosité en fonction du cisaillement

Figure 4.9. Viscosité en fonction du pourcentage de PVAc

Figure 4.10. Comparaison de la viscosité et de la rugosité

Figure 4.11. Plaque 0%-15°C

Figure 4.12. Plaque 8%-15°C

Figure 4.13. Plaque 12%-15°C

Figure 4.14. Plaque 15%-15°C

Figure 4.15. Plaque 16%-15°C

Figure 4.16. Plaque 17%-15°C

Figure 4.17. Plaque 16%-0°C

Figure 4.18. Plaque 16%-5°C

Figure 4.19. Plaque 16% - 5°C, microfissures

Figure 4.20. Plaque 16%-10°C

Figure 4.21. Plaque 16%-11°C

Figure 4.22. Plaque 16%-12°C

Figure 4.23. Plaque 16%-13°C

Figure 4.24. Plaque 16%-14°C

Figure 4.25. Plaque 16%-15°C

Figure 4.26. Spectre de l'intensité photoacoustique en fonction du numéro d'onde.

Figure 4.27. Angle de déphasage

Figure 4.28. Identification du groupement styrène

LISTE DES ANNEXES

ANNEXE A : PROCÉDURE DE FABRICATION D'UNE PLAQUE COMPOSITE
PAR RTM.

ANNEXE B : DÉTAILS DES EXPÉRIENCES

ANNEXE C : GUIDE DE CALIBRATION DU RUGOSIMÈTRE

ANNEXE D : RÉSULTATS RUGOSIMÈTRE

ANNEXE E : PROCÉDURE D'ENROBAGE ET DE POLISSAGE

ANNEXE F : ANALYSE STATISTIQUE

ANNEXE G : PROCÉDURE D'UTILISATION DU RHÉOMÈTRE

INTRODUCTION

Nous vivons dans un monde de matériaux. Depuis quelques années, les composites sont de plus en plus utilisés. Ces matériaux aux matrices et aux renforts multiples ont émergé dans les différentes industries grâce à leurs excellentes propriétés spécifiques de rigidité et de résistance. Ils sont de plus en plus employés pour la fabrication de nombreux produits dans les secteurs de l'industrie automobile, aérospatiale, navale et pour les équipements sportifs.

Par définition, un composite polymérique est un assemblage d'une matrice de polymères et d'une inclusion solide qui ensemble ont des propriétés finales supérieures à leurs propriétés individuelles. La matrice sert de liant et de milieu pour le transfert des contraintes. Le renfort sert à supporter les contraintes. Les matrices peuvent être de nature métallique, céramique, naturelle ou polymérique selon les applications. Les matrices de polymères peuvent être divisées en deux catégories : les thermoplastiques et les thermodurcissables. Les matrices de polymères sont couramment utilisées sous forme de mélanges de polymères. Les mélanges de polymères permettent de fabriquer des pièces qui correspondent davantage aux propriétés mécaniques désirées en plus d'être moins coûteuses. Dans le cadre de cette étude, une matrice composée de polyester insaturé, de styrène, de polyacétate de vinyle (PVAc) renforcée par des fibres de verre a été adoptée. Le polyester insaturé et le styrène sont polymérisés. Ce mélange de polymères a été grandement étudié puisque le PVAc permet de compenser le retrait du polyester insaturé et du styrène lors de la polymérisation et d'améliorer le fini de surface des pièces fabriquées.

Il existe plusieurs méthodes de fabrication pour les matériaux composites. Le procédé employé dans le cadre de ce travail est le moulage à injection par transfert de résine (RTM). Cette méthode de fabrication a été choisie parce qu'elle permet d'obtenir un fini de surface de faible rugosité et de respecter les dimensions.

Ce mémoire porte sur l'optimisation de deux paramètres de procédé et sur la caractérisation rhéologique et morphologique des composites fabriqués par le procédé RTM. Les objectifs de ce rapport sont : optimiser deux paramètres du procédé de fabrication RTM, établir un lien entre la rugosité de surface, la rhéologie et la morphologie.

L'étude scientifique a débuté par la fabrication de simples plaques composites. Ces pièces ont ensuite été analysées par un rugosimètre afin de quantifier leur rugosité de surface. Par la suite, une étude morphologique a été réalisée afin de caractériser la microstructure associée au fini de surface. Parallèlement, des tests de rhéologie ont été effectués pour déterminer la viscosité des constituants et des mélanges de polymères. Finalement, des essais de spectroscopie infrarouge par transformation de Fourier ont été utilisés pour déterminer la composition des surfaces observées.

La fabrication des plaques a été effectuée au laboratoire de fabrication des composites à l'École Polytechnique. Les mesures de rugosité de surface ont été réalisées au laboratoire de fabrication virtuelle de l'École Polytechnique. Les photos au microscope électronique à balayage ont été prises au centre de caractérisation des matériaux (CM²) de l'École Polytechnique. Les analyses de spectroscopie à transformation de Fourier ont été faites au laboratoire de surfaces (ESCALAB) du département de génie physique de l'École Polytechnique.

La première partie de ce rapport (chapitre I) porte sur les composites à matrice de mélange de polymères. Cette section sert à introduire les matrices de mélanges de polymères, les renforts ainsi que les méthodes de fabrication des composites. La deuxième partie (chapitre II) est une revue littéraire sur les développements qui ont été faits jusqu'à aujourd'hui dans le domaine de la rhéologie et la morphologie des

mélanges de polymères. Le troisième volet de ce travail (chapitre III) présente la méthodologie expérimentale utilisée. La planification d'expériences et les différents appareils de mesure sont expliqués dans cette section. La dernière partie de ce mémoire comprend les résultats des différents tests réalisés soient les mesures de rugosité, les tests de rhéologie, les micrographies du microscope électronique à balayage et les spectres du spectromètre infrarouge à transformation de Fourier. Les résultats de rugosité de surface ont été reliés à la rhéologie et à la morphologie. Une conclusion générale et des recommandations pour des travaux futurs parachèveront ce mémoire.

Dans ce mémoire, une synthèse de l'ensemble des travaux réalisés en rhéologie et en morphologie pour le mélange de polymères étudiés sera présentée en faisant ressortir les résultats expérimentaux qui ont permis de faire avancer la compréhension de la formation d'un fini de surface de faible rugosité. Les travaux réalisés au niveau moléculaire et concernant les mélanges de polymères en général ne seront pas discutés dans ce travail.

CHAPITRE 1 : INTRODUCTION AUX COMPOSITES À MATRICE POLYMÉRIQUE

1.1. Description des composites à matrice polymérique

Un composite est un assemblage de deux ou plusieurs matériaux qui ensemble ont des propriétés finales supérieures à leurs propriétés individuelles. Dans un composite, il y a deux constituants principaux soient la matrice et le renfort. La matrice sert de liant et de milieu pour le transfert des contraintes. Le renfort sert à supporter les contraintes. Il existe plusieurs types de matrice telles que les matrices métalliques, céramiques, polymériques ou cellulaires. Généralement, les renforts sont sous la forme de fibres ou de particules. Dans les sections suivantes, la matrice de polymères et les renforts fibreux seront décrits.

1.2. La matrice de polymères

Les polymères sont constitués de plusieurs unités fondamentales nommés monomères. Ces derniers sont en fait des molécules organiques dont le noyau est constitué d'un atome de carbone ou de silicium [8]. Ils sont à la base de tous les polymères. Les polymères donc sont formés de monomères qui se lient entre eux par une réaction chimique de polymérisation. Il existe deux types de réaction de polymérisation. Les plus courantes sont la polymérisation par addition (polyaddition) et la polymérisation par condensation (polycondensation) [8]. La polymérisation par addition consiste à faire réagir ensemble des monomères sans engendrer de sous-produit. La polycondensation, quant à elle, implique des réactions chimiques qui entraînent la formation d'un sous-produit qui est en général de l'eau, d'où l'origine du terme condensation [8].

Selon le mode de polymérisation, la structure du polymère peut prendre différentes formes. La polymérisation par addition entraîne la formation d'une macromolécule

linéaire qui peut se ramifier tandis que la polycondensation engendre un réseau à trois dimensions puisque deux monomères donnent naissance à une autre molécule. Les polymères sont donc classés en deux catégories : les thermoplastiques et les thermodurcissables [8]. Les thermoplastiques sont obtenus par polyaddition et les thermodurcissables par polycondensation. Dans les thermoplastiques, les macromolécules sont liées entre elles par de faibles liaisons et le comportement du polymère dépend de la mobilité des chaînes. Lors d'une élévation de température, le comportement devient vitreux puis caoutchoutique au-dessus d'une certaine température critique. Cette température est appelée température de transition vitreuse. Elle marque le changement d'état du polymère de l'état vitreux à caoutchoutique [8]. Le comportement étant réversible, il permet la mise en forme de ces polymères à l'état fondu ou caoutchoutique [6].

Les thermodurcissables, obtenus par polycondensation, sont amorphes et infusibles. Les liaisons atomiques sont fortes et aucun déplacement des chaînes par rapport aux autres chaînes n'est possible [6]. Avec la température qui augmente, le thermodurcissable reste rigide jusqu'à ce qu'il se dégrade par oxydation ou combustion [6]. Ces polymères ont l'inconvénient d'être non recyclables mais leurs propriétés mécaniques et leur stabilité thermique sont très bonnes. Comme les thermodurcissables sont très rigides en raison de leur réseau tridimensionnel et qu'ils sont stables thermiquement, les composites à haute performance sont souvent constitués d'une matrice polymère thermodurcissable.

Il existe plusieurs thermodurcissables dont les polyesters insaturés, les vinylesters, les phénoliques, les polyuréthanes, les époxydes et les polyimides. Les polyesters sont très utilisés en raison de leur facilité de mise en forme, leur faible coût, une haute résistance en traction et une bonne résistance à la corrosion [6]. Par contre, ils sont inflammables et possèdent une mauvaise tenue à la chaleur humide. Les vinylesters, quant à eux, sont

caractérisés par une bonne tenue mécanique, une excellente résistance à la corrosion, aux rayons UV et au feu. Les inconvénients des vinylesters sont les mêmes que ceux des polyesters insaturés. Les phénoliques sont peu coûteux et possèdent de bonnes propriétés thermiques ainsi qu'une bonne tenue au fluage. Par contre, ils sont fragiles, sensibles à l'humidité et ils dégagent de l'eau lors du durcissement. Les polyuréthanes sont utilisés pour leur facilité de moulage, une bonne tenue chimique et une bonne résistance à l'abrasion. Cependant, leur résistance mécanique est faible. Les époxydes possèdent d'excellentes propriétés mécaniques et thermiques. Par contre, le prix et le temps de polymérisation sont élevés. Les polyimides sont utilisés pour des applications de stabilité dimensionnelle à haute température [6]. Ce sont des polymères également très coûteux et leur mise en forme peut être difficile.

Les vinylesters possèdent de meilleures propriétés mécaniques que les polyesters insaturés. Par contre, selon une étude comparative effectuée entre ces deux polymères, les polyesters insaturés donnent un meilleur fini de surface. Elles permettent aussi d'obtenir un degré de conversion plus élevée et une viscosité plus faible à température ambiante [40].

1.3. Les polyesters (matrice)

Les polyesters insaturés sont des polymères qui résultent d'une réaction de polycondensation entre un di-acide et un di-alcool [40]. Le résultat de la polycondensation forme le polyester insaturé et de l'eau. Le polyester insaturé est ensuite dissous dans une solution de styrène en général. Le styrène est couramment choisi comme solvant en raison de son faible coût et de son effet d'agent de réticulation. Le mécanisme de réticulation des polyesters insaturés peut se diviser en quatre étapes [40] :

- 1) Initiation de la réaction, sous l'effet de l'accélérateur, le catalyseur se décompose en radicaux libres de la forme R-O ou O-R par des mécanismes de réduction. Le

taux de la réaction augmente avec l'augmentation de la concentration des radicaux libres.

- 2) Addition du radical libre au monomère de styrène, formation d'un monomère activé.
- 3) Addition du monomère initial au monomère activé et formation d'un complexe activé. Pendant la réaction, la longueur des chaînes des molécules de résines croît à travers les réactions du groupe fonctionnel et la résine devient plus visqueuse. La liaison double carbone forme une structure tridimensionnelle.
- 4) Propagation de la réaction

Il existe plusieurs types de polyesters insaturés. Les orthophtaliques sont utilisées comme résines rigides pour les piscines, les réservoirs ou le bâtiment. Les flexibles sont utilisées pour la décoration. L'emploi des isophtaliques est recommandé lorsque de bonnes propriétés mécaniques, thermiques et chimiques sont requises. Les méthylmétacrylates sont employées dans des applications qui nécessitent une bonne résistance aux conditions climatiques et aux rayons UV. Les résines à bas taux de retrait sont utilisées pour diminuer le retrait. Il est également possible de choisir un isophtalique et de lui ajouter un additif à bas taux de retrait. Cette option est choisie puisqu'elle permet un contrôle de la quantité d'additif ajoutée. La matrice est donc un mélange de trois polymères puisque le polyester insaturé et le PVAc sont tous les deux dissous dans une solution de styrène.

1.4. Les renforts fibreux

Les fibres sont plus rigides et plus résistantes que la matrice puisqu'elles ont pour rôle de supporter les contraintes [1]. Il existe plusieurs familles de renforts fibreux : les fibres continues unidirectionnelles, multidirectionnelles ou aléatoires (mats). Les fibres unidirectionnelles sont orientées selon une direction soit dans la direction principale des contraintes. Les fibres multidirectionnelles, quant à elles, sont disposées aléatoirement

dans le plan principal de la pièce. Elles peuvent se présenter sous forme de mats, être tissés ou bobinés selon plusieurs directions [35]. L'orientation des fibres rend la microstructure du composite anisotrope. Étant donné que les propriétés mécaniques sont reliées à la microstructure, elles dépendent donc de l'orientation des fibres et de la direction de la contrainte. Il existe également des fibres discontinues qui ont une longueur finie.

Les fibres sont disponibles en différents matériaux. Il existe des fibres de verre, de carbone, d'aramide, de céramique, de bore, d'alumine et de carbure de silicium. Les fibres de verre ont été les premières à être utilisées au tout début des années 1940 [1]. Leurs nombreux avantages telles qu'un module de Young voisin de l'aluminium et leur faible coût en font aujourd'hui des renforts très utilisés. Aujourd'hui, il existe plusieurs variétés de fibres de verre. Les trois types les plus courants sont le type E, R et S [6]. Le classement se fait par le pourcentage en silice qui a pour effet d'améliorer les propriétés mécaniques et d'élever la température maximale d'utilisation. Le verre E est réservé aux applications courantes, le verre R lorsqu'une haute résistance en traction est exigée et le verre C, lorsqu'une résistance à la corrosion supérieure est requise. Le désavantage des fibres de verre est qu'elles sont très sensibles à l'endommagement superficiel tels que les rayures [6]. En effet, les rayures engendrent des zones de concentration de contraintes ce qui diminuent la résistance mécanique des fibres. Cependant, il existe une solution pour éviter l'endommagement superficiel soit de recouvrir les fibres d'un enduit qui favorisera l'adhésion entre elles et la matrice. Ce procédé est appelé ensimage.

La fibre de carbone, quant à elle, possède une résistance et une rigidité spécifique très élevées tout comme la fibre aramide connue commercialement sous le nom de kevlar. Le seul inconvénient de ces fibres est leur coût plus élevé que celui des fibres de verre [6]. Un autre type de fibre est la céramique qui est surtout utilisée comme isolant. Les fibres de bore, les fibres d'alumine et de carbure de silicium sont aussi d'excellents renforts

[6]. Cependant, ces fibres sont très coûteuses à fabriquer. Les fibres de verre de type E sont les moins coûteuses. De plus, elles possèdent des propriétés mécaniques acceptables pour un grand nombre d'applications structurales.

1.5. Les types de texture des renforts

Il existe plusieurs types de textures de base pour les renforts soient un fil unidirectionnel, un mat (non tissé), une texture tissée ou tressée [35].

Les fils unidirectionnels présentent de bonnes propriétés dans une seule direction. Donc, ils ne sont pas recommandés pour notre application. En ce qui concerne les mats, ils pourraient être une bonne option. Le mat continu possède une bonne formabilité et de bonnes propriétés mécaniques. Le mat coupé est le moins coûteux mais ses propriétés mécaniques sont plus faibles [35]. Les tissus sont des fils de chaîne et des fils de trame qui sont disposés perpendiculairement les uns aux autres.

Il est possible de caractériser un tissu par son armure, le nombre de fils au cm, la nature des fils et par la densité de surface [35]. Les armures les plus utilisées sont les toiles ou taffetas, les sergés et les satins. Les toiles sont en fait des fils de trame qui passent successivement en dessous et au-dessus de chaque fil de chaîne. Elles ont pour avantages de faciliter le débullage grâce à son milieu poreux [35]. Les sergés sont des fils de chaîne et de trame croisés selon un ordre et une fréquence afin d'obtenir des lignes diagonales. L'avantage des sergés est qu'ils permettent d'obtenir plus de fils que les tissus de type toile. Les satins sont croisés selon un ordre et une fréquence pour obtenir un aspect uni. Ces tissus permettent d'obtenir de fortes masses spécifiques et une bonne souplesse [35]. Cependant, ils sont plus coûteux. Les tresses sont utilisées pour fabriquer des corps tubulaires de petits diamètres ou des profilés. Afin de minimiser les coûts de production, un renfort de type mat est recommandé.

1.6. Les catalyseurs

Les catalyseurs initient la réaction de polymérisation. La durée de la réaction dépend de la température et de la quantité de catalyseur nécessaire pour initier la réaction. En général, la vitesse de décomposition des catalyseurs à la température ambiante est faible [11]. La décomposition des catalyseurs donne naissance à des fragments moléculaires appelés radicaux libres. Ces radicaux sont responsables de l'ouverture des doubles liaisons de carbone. Le catalyseur est utilisé dans des proportions qui varient entre 0,5 et 2% [11]. Il existe plusieurs types de catalyseurs qui appartiennent à la famille des peroxydes. Les principaux sont les peroxydes de cétone, de méthyléthylcétone (PMEC), d'acétylacétone et de benzoyle [11].

1.7. La phase mineure du mélange

Certains polymères ont pour effet d'améliorer les propriétés et la performance des matériaux composites tels que les lubrifiants, les colorants, les stabilisants, les agents antistatiques, les agents de réticulation et les additifs à bas retrait [1]. Sur ce dernier point, les polyesters insaturés ont connu une remarquable croissance depuis les dernières années avec le développement de polymères qui permettent de diminuer le retrait lors de la polymérisation. Ajouter un thermoplastique dans un thermodurcissable a pour effet d'améliorer l'aspect de surface et la stabilité dimensionnelle. Les facteurs qui influencent le choix du polymère sont la compatibilité, la concentration, le poids moléculaire, le moment dipolaire et la température de transition vitreuse [8]. Le polymère employé dans la fabrication de la plaque composite est donc un additif à faible retrait. Il existe sur le marché plusieurs additifs faible retrait dont le PVAc et le PMMA. Ces deux polymères sont couramment utilisés avec le polyester insaturé car ils sont peu coûteux. Le PVAc est choisi comme phase mineure étant donné son faible coût.

1.8. Le procédé de fabrication

Le but ultime dans la fabrication d'un composite est d'atteindre un produit dont le coût et les défauts de fabrication sont minimisés. Les paramètres du procédé doivent être contrôlés afin de minimiser la formation des vides et des contraintes résiduelles. Il existe plusieurs procédés pour la fabrication des composites à matrice polymérique. Le choix du procédé dépend de la conception de la pièce, du choix du matériau, de la taille de la production et de la relation performance-coût [8]. La section suivante décrit les différents procédés possibles pour la fabrication de pièces complexes destinées à l'industrie automobile.

Les procédés de fabrication des thermodurcissables doivent être simples à nettoyer étant donné que leur mise en forme est irréversible. Il existe plusieurs procédés possibles de fabrication tels qu'illustré en figure 1.1.

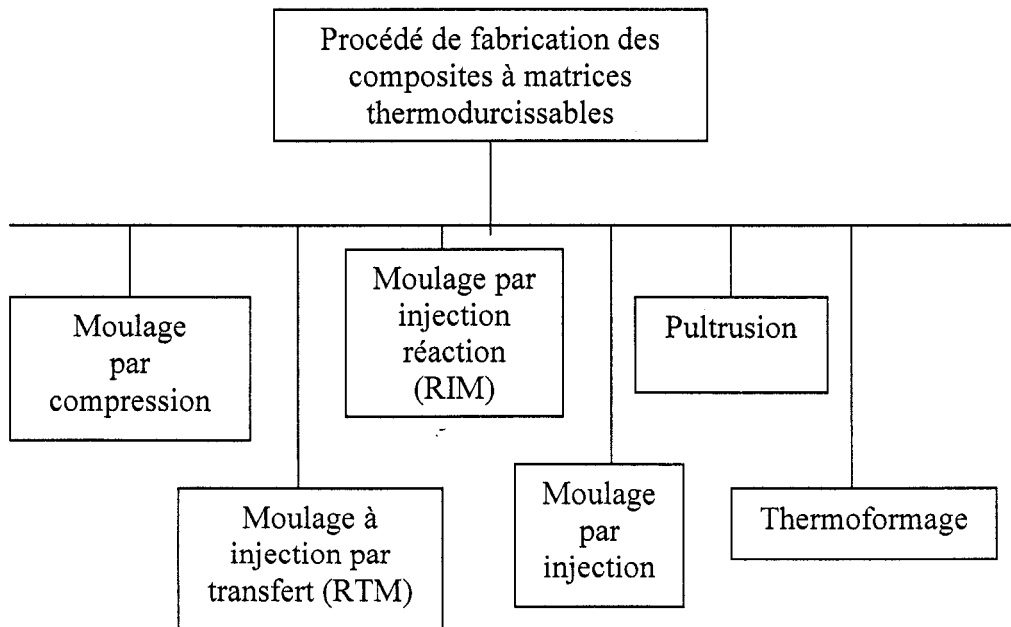


Figure 1.1. Procédés de fabrication des composites à matrice polymère

Le moulage à injection et l'extrusion sont deux procédés couramment utilisés dans la fabrication de composites thermodurcissables [6]. Cependant, si la résine polymérise dans une extrudeuse, il est possible que la vis reste emprisonnée. Comme une vis peut coûter jusqu'à 50 000\$, il faut prendre des précautions particulières pour utiliser ce type de procédé. Le moulage à compression est un autre procédé de fabrication. Dans cette méthode de fabrication, des fibres pré-imprégnées sont déposées dans la cavité du moule [6]. Ce dernier est alors fermé et préchauffé. La pression et la température sont maintenues jusqu'à ce que le moule soit rempli. Cependant, le temps de cycle avec le moulage par compression est plus long que dans le moulage à injection [32]. Dans le moulage à injection, il existe plusieurs possibilités tels que le moulage à injection réaction (RIM). Dans ce procédé, le polymère est pompé sous pression dans une chambre de mélange. Par la suite, il s'écoule dans un moule à la pression atmosphérique. Ce procédé est souvent jumelé avec des résines de polyuréthane [35]. Un des inconvénients du moulage à injection réaction requiert une grande pression, de l'ordre de 30 à 70 psi pour pomper le polymère dans la chambre de mélange.

Le procédé de moulage à injection par transfert (RTM), quant à lui, est une modification du moulage à compression. Dans ce procédé, le mélange de polymères chauffé est placé dans un pot de pression [35]. Le mélange sera transféré dans le moule par l'application d'une faible pression. Ce procédé a pour avantage un temps de cycle plus court que le moulage par compression. Une autre solution serait d'utiliser la méthode de thermoformage [34]. Dans ce procédé, les matériaux sont placés dans un cadre indéformable puis chauffés jusqu'à leur température de mise en forme. Une fois cette température atteinte, le mélange est aspiré par dépression sur un moule [34]. L'avantage de ce procédé comparé au moulage à injection est la fabrication de pièces de faible masse volumique et la pression nécessaire à la mise en forme est plus faible. Cependant, l'automatisation est plus avancée pour le procédé de moulage à injection et le thermoformage demande certaines restrictions dans la forme de la pièce [32].

Comme la production de masse est un objectif à long terme et que les pièces peuvent être de formes très complexes, le procédé de moulage à injection par transfert est choisi. Ce procédé, couramment appelé RTM ("resin transfert molding"), est utilisé pour des pièces complexes dont on veut obtenir une surface lisse, une épaisseur constante et un temps de production relativement faible [1]. Ce procédé est efficace pour des productions de quelques milliers de pièces par année. La reproductibilité du procédé est bonne et l'automatisation est possible. Les avantages et les inconvénients du procédé RTM sont indiqués au Tableau 1.1.

Tableau 1.1. Avantages et inconvénients du procédé RTM [2,7]

Avantages	Inconvénients
Respect des dimensions	Sensible à la conception du moule
Bon fini de surface	Cycle de production long
Épaisseur uniforme	Formation de vides
Faible émission pendant le procédé	Gauchissement
Moins de pertes de matériau	Formation de bulles d'air
Permet de mouler des pièces complexes et de grande taille	Délaminage
Faible investissement en capital	Coût de l'outillage élevé

Étant donné ses avantages, le procédé RTM gagne en popularité dans l'industrie automobile depuis quelques années. Cependant, il reste limité à de petites séries étant donné le temps de cycle requis par ce procédé.

1.9. Description des étapes de fabrication par moulage RTM

Le RTM consiste à injecter une résine de faible viscosité dans un moule fermé contenant les fibres sous l'effet d'une faible pression d'injection, de l'ordre de 10 psi (1 à 5 bars).

Le procédé peut être divisé en cinq étapes tel qu'illustré sur la figure 1.2.

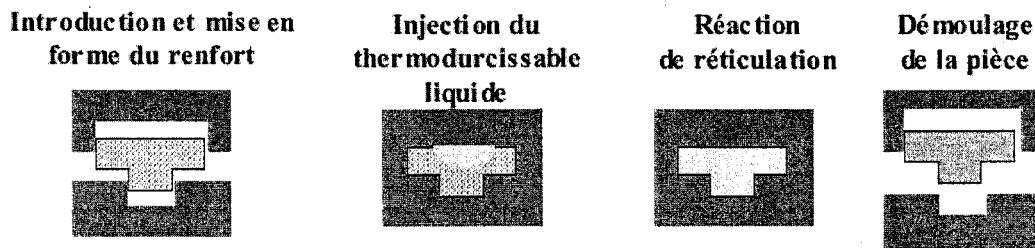


Figure 1.2. : Étapes du procédé RTM

1^{re} étape : Mise en place du renfort

Le renfort fibreux est découpé à l'aide d'un gabarit identique à la cavité du moule. Le nombre de couches est choisi en fonction de la compressibilité du renfort, de sa perméabilité et de ses propriétés mécaniques. La direction des fibres dépend du choix du type de renfort et des propriétés mécaniques requises pour la pièce finale. Par la suite, la préforme est déposée dans la cavité du moule.

2^e étape : Préparation du mélange de polymères

Il faut d'abord mélanger les quantités appropriées de résine et d'additifs à faible taux de retrait. Par la suite, il est nécessaire de chauffer le mélange dans un bain thermostaté à 60°C afin de diminuer la viscosité du mélange de polymères. Une faible viscosité est désirable car elle permet à la résine de remplir le moule rapidement et d'obtenir une

meilleure mouillabilité des fibres. L'ajout du catalyseur se fait après un certain temps. Il est préférable d'attendre que les bulles du premier mélange aient disparues. Il est à noter qu'avant l'injection, le mélange est compatible. Des études effectuées par Sun et Yu à l'aide d'un calorimètre différentiel ont montré que le PVAc est compatible avec la résine de polyester insaturé [37].

3^e étape : Injection de la résine

Quatre variables sont à prendre en compte à cette étape : la pression d'injection, la température du moule pendant l'injection, la température de la résine avant l'injection et le temps d'injection. Le mélange de résine est versé dans un pot de pression auquel est connecté un tube de polymère relié au moule. La pression va pousser la résine à s'introduire dans le moule. Le mélange de polymères va mouiller les fibres sous l'effet de la pression. Avant l'injection et tout au long de la polymérisation, un gradient thermique est appliqué entre le haut et le bas du moule. La température la plus chaude se trouve sur le bas du moule.

4^e étape : Polymérisation

C'est à cette étape que les liaisons entre la résine et les fibres se produisent. Le temps de polymérisation est une des variables les plus importantes dans le procédé puisqu'elle dicte le temps de production. Au début de la réaction, le catalyseur se décompose sous l'effet de l'accélérateur pour former des radicaux libres par des mécanismes de réduction. Le taux de la réaction augmente avec l'augmentation de la concentration de radicaux libres. À cette étape, aucune réaction entre la résine et le styrène ne se produit. C'est la période d'induction [23]. Après que tout l'inhibiteur ait été consommé par les radicaux libres, ceux-ci se décomposent pour réagir avec le monomère de styrène. Par la suite, le monomère de styrène va réagir avec le groupe vinyl de la résine polyester pour former des liaisons. Le styrène agit ici comme agent de réticulation pour créer un réseau

tridimensionnel [40]. La réaction de polymérisation peut commencer pendant l'injection ou le remplissage du moule pour un faible taux d'écoulement ou une température du moule élevée [2]. La plaque subit un cycle de température puis elle refroidit à l'intérieur du moule. La figure 1.3. présente la réaction de polymérisation entre le polyester insaturé et le styrène.

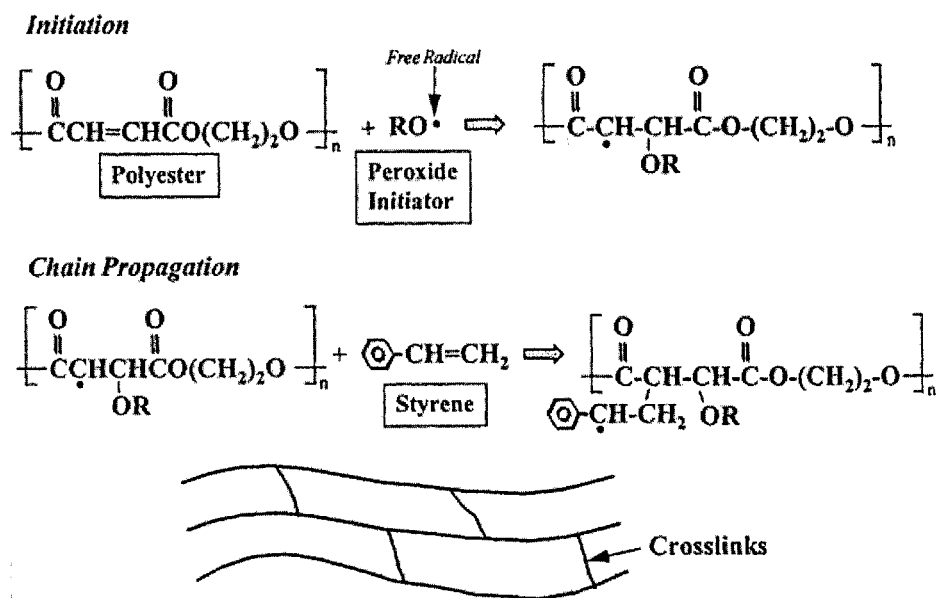


Figure 1.3. Réaction de polymérisation

La figure 1.4. présente la structure chimique du polyacétate de vinyle (PVAc).

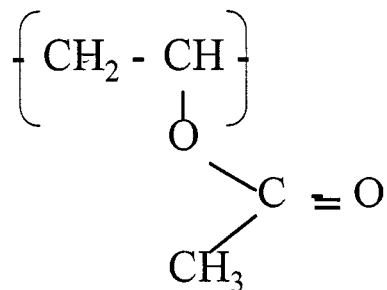


Figure 1.4. Structure chimique du PVAc

Les poids moléculaires des solutions de résine de polyester insaturé, de polyacétate de vinyle (PVAc) et du monomère de styrène sont : 2300 g/mol, 42 000 g/mol et 104 g/mol respectivement. Étant donné qu'un gradient thermique est appliqué, des phénomènes de diffusion thermique se produisent. Selon Gans et al. [10], dans les mélanges de polymères, le polymère le plus lourd va migrer vers les régions les plus froides. Ce phénomène de thermodiffusion peut être quantifié par le coefficient de Soret $S_{T,i}$:

$$S_{T,i} = - \frac{1}{c_{io} (1 - c_{io})} \frac{\nabla c_i}{\nabla T}$$

Où c_{io} est la fraction massique du composé à l'équilibre et T est la température.

5^e étape : Ouverture du moule, éjection de la pièce et nettoyage

Cette dernière étape consiste à sortir la pièce du moule et à nettoyer le moule pour une prochaine injection. Malgré un contrôle serré des variables par le logiciel de simulation, plusieurs défauts peuvent se produire tels que les bulles d'air, le délaminage et le gauchissement [11]. Également, des contraintes résiduelles sont créées pendant la polymérisation de la résine du au retrait volumique. Ces contraintes défavorables peuvent causer la rupture du composite et diminuer la qualité de la surface du produit. Le chapitre suivant présente une revue littéraire sur la rhéologie et la morphologie des mélanges de polymères.

CHAPITRE 2 : REVUE LITTÉRAIRE

2.1. Rhéologie

La viscosité est très importante puisqu'elle affecte la fabrication en influençant la cinétique de réaction. En 1983, Han et al. [14] ont utilisé dans une étude un rhéomètre de type cône et un rhéomètre avec des plaques pour étudier un polyester insaturé. Ils ont effectué le jumelage d'un rhéomètre avec un calorimètre différentiel. En combinant les deux appareils sous les mêmes conditions d'expérimentation et à une température constante, il est possible d'exprimer le changement des propriétés rhéologiques en fonction du degré de cuisson. Les tests ont été réalisés à une température de 60°C. Il a été observé qu'au début de la cuisson, la viscosité augmente lentement. Puis, elle croît très rapidement à mesure que la réaction progresse. Le taux d'augmentation de la viscosité tend à diminuer après une valeur critique du temps de cuisson. La viscosité diminue à mesure que le taux de cisaillement augmente. L'élasticité du fluide se développe lorsque la réaction progresse, la taille des molécules augmente et l'élasticité du fluide augmente avec le taux de cisaillement. Le taux de réaction augmente également avec la température.

Dans une autre étude parue en 1983, Lem et al. [23] ont tenté d'expliquer le comportement rhéologique d'un mélange de polyester insaturé, de PMMA et de charges de carbonate de calcium. Les concentrations d'additifs et de charges furent augmentées séparément. Selon leurs travaux, le phénomène de « shear thinning behavior » se produit lorsque le mélange est soumis à un cisaillement statique pendant la cuisson. Les auteurs expliquent que ce phénomène peut provenir de deux sources soit la déformation des molécules larges pendant la réaction de polymérisation de la résine de polyester insaturé ou la rupture des particules agglomérées sous cisaillement.

Un deuxième volet des travaux de Lem et al. (1983) [24] porte sur l'effet des additifs à faible retrait sur la rhéologie du polyester insaturé. Les additifs à faible retrait PMMA et PVAc ont été étudiés. Il a été conclu que le système composé de polyester insaturé et de PVAc forme une solution homogène avant la cuisson. Tandis que le mélange de polyester insaturé avec le PMMA forme deux phases distinctes avant la cuisson. Le mélange contenant du PMMA a un comportement de «shear thinning». En effet, il a été observé que la viscosité diminue lorsque le taux de cisaillement augmente. Ce comportement n'a pas été observé pour le mélange avec le PVAc. L'ajout de l'un ou l'autre des thermoplastiques a pour effet de diminuer le retrait du mélange. Par contre, le thermoplastique a pour effet de ralentir le taux de la réaction de polymérisation. Comme le PVAc et le PMMA sont dilués à un haut pourcentage dans une solution de styrène, une augmentation de la quantité de l'additif aura pour effet de diluer le catalyseur et l'accélérateur. La concentration idéale du thermoplastique est donc un compromis entre le contrôle du retrait et le degré de conversion finale.

D'autres travaux de Han et al. [15,16] sont parus en 1983. Dans cette étude, la concentration des additifs à faible retrait sur les propriétés rhéologiques du polyester insaturé ont été étudiées. Les deux additifs à faible retrait étudiés sont le PVAc et le PMMA. Ils sont tous les deux dilués dans une solution de styrène. Pour les mesures, un rhéomètre avec un cône et des plaques parallèles a été utilisé. Le mélange de polyester insaturé et de PVAc a révélé un comportement newtonien pour les compositions de 0 à 100% en masse de PVAc.

La viscosité croît avec le pourcentage de PVAc qui augmente tel qu'illustré à la figure 2.1.

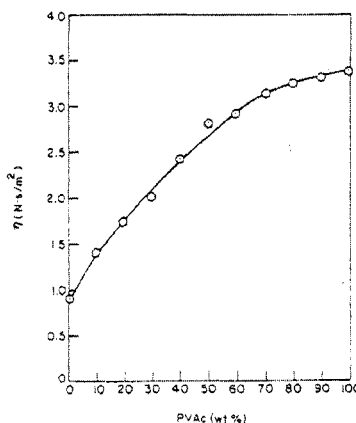


Figure 2.1. Viscosité en fonction du pourcentage de PVAc

En ce qui concerne le mélange de polyester insaturé et de PMMA, la viscosité atteint un minimum puis un maximum lorsque la concentration en PMMA augmente. Par observation optique, il est noté que le mélange de polyester insaturé et de PMMA est turbide tandis que le mélange de polyester insaturé et de PVAc forme une solution homogène pour l'ensemble des compositions étudiées.

Les articles de Han et al. ainsi que ceux de Lem et al. ont porté sur l'évaluation du comportement rhéologique du mélange de polyester insaturé avec des thermoplastiques tels que le PVAc et le PMMA. Ils ont démontré le caractère newtonien du mélange dans le cas du PVAc en plus de démontrer que dans les tests rhéologiques, le mélange de polyester insaturé et de PVAc est homogène.

Quelques années plus tard, en 1986, Jordhamo et al. [12] proposent une relation entre la viscosité et la fraction volumique des constituants du mélange. Dans cette étude, un

mélange de polybutadiène et de polystyrène a été utilisé. La relation entre la viscosité et la fraction volumique des constituants du mélange est le ratio de la viscosité multiplié par le rapport inverse de la fraction volumique.

$$\frac{\eta_1}{\eta_2} \times \frac{\phi_2}{\phi_1} \approx 1$$

Si le rapport de viscosité $\frac{\eta_1}{\eta_2}$ est supérieur à 1, la phase 2 est continue. Si ce rapport de viscosité est inférieur à 1, la phase 1 est continue. Cet article énonce une relation qui permet de prédire la morphologie continue à partir du rapport de viscosité.

En 1991, Favis [9] a écrit un article sur les récents développements dans les mélanges de polymères. Dans cet article, l'auteur mentionne que le développement d'un mélange de polymères dépend du contrôle de l'interface chimique et de la microstructure. Le rapport de viscosité aurait un impact prédominant sur la morphologie. En effet, un haut rapport de viscosité donne une morphologie coalescée. Un faible rapport de viscosité aux environs de 1 donne une morphologie fine. Dans cet article, tout comme dans l'article de Jordhamo et al. [10], le rapport de viscosité est un outil pour prédire la morphologie.

En 1996, Yang [41] a déterminé que la viscosité dépend de trois facteurs principaux : la température, le solvant et le poids moléculaire du polymère. Il est établi que la viscosité varie en fonction de la température selon la loi d'Arrhénius. À partir de cette équation, les auteurs ont corrélé la viscosité avec la fraction volumique du styrène (f_s). Ainsi, il est possible de simuler la viscosité du polyester insaturé en tenant compte de la température, de la fraction molaire de styrène et du poids moléculaire moyen. Cependant, plusieurs expériences sont requises pour effectuer la simulation. De plus, l'équation est empirique et approximative. Ce travail constitue un bon départ concernant la prise en compte des

facteurs influençant la rhéologie. Néanmoins, il reste beaucoup de travail à faire afin de simplifier les opérations expérimentales requises pour cette approche.

Dans ce livre de Han [13], l'auteur divise en quatre classes les comportements rhéologiques des liquides:

Type I : Viscosité diminue avec la composition qui augmente

Type II : Viscosité en fonction de la composition forme une courbe en S

Type III : Présence d'un minimum dans la courbe

Type IV : Présence d'un maximum dans la courbe

Le type I se produit quand les gouttes de liquide ont une interaction entre elles et lorsque la viscosité des gouttes est plus grande que la viscosité de la phase continue. Le type II est associé au phénomène d'inversion des phases. Les types III et IV dépendent du taux de cisaillement.

Des tests de rhéologie seront réalisés sur un mélange de polyester insaturé et de PVAc. Les articles précédents seront utilisés comme outil pour établir une relation entre la morphologie et la rhéologie. À cet effet, la section suivante présente une revue littéraire sur la morphologie.

2.2. Morphologie

La morphologie des polyesters insaturés mélangés avec un thermoplastique a été grandement étudiée depuis ces dernières années. Plusieurs mécanismes ont été proposés dans la littérature et l'influence de plusieurs facteurs a été investiguée. Dans la plupart des articles, la théorie sur les mélanges de polymères et la séparation des phases est peu expliquée. Dans un ouvrage de Favis [9], l'auteur explique les théories qui entourent les mélanges de polymères. Un mélange de polymères est une combinaison de deux ou

plusieurs polymères qui ont une différence chimique (polymères hétérogènes) ou structural (homopolymères). Selon la nature des polymères, le mélange sera miscible, partiellement miscible ou immiscible. Pour qu'un mélange de polymères soit miscible, il existe deux conditions :

- L'énergie libre de mélange est négative : $\Delta G_{mél} < 0$.
- La dérivée seconde de l'énergie libre du mélange est positive : $\frac{\partial^2 \Delta G_{mél}}{\partial^2 \phi^2} > 0$.

La miscibilité d'un mélange de polymères est influencée par plusieurs facteurs tels que le poids moléculaire critique, la température et le coefficient d'expansion thermique. Le poids moléculaire critique est le poids le plus élevé pour lequel on obtient la miscibilité du mélange sur toute la gamme de composition. Si on dépasse le poids moléculaire critique, la miscibilité diminue et il se produit une séparation des phases. La miscibilité dépend aussi de la température. Il existe une faible température critique de la solution (low critical solution temperature) et une température élevée critique de la solution (high critical solution temperature). Si la température du mélange se situe entre ces deux températures, le mélange sera miscible. Le coefficient d'expansion thermique influence la miscibilité. Si la différence entre les deux coefficients est faible, cela va favoriser la miscibilité.

Les mélanges de polymères de nature chimique différente sont souvent non homogènes. Plus les molécules sont différentes, moins elles veulent réagir ensemble. L'immiscibilité d'un mélange est causée par la faible entropie du mélange. Il existe donc une interaction répulsive entre les deux polymères mélangés. Ces interactions répulsives se manifestent par une chaleur de mélange positive qui est favorable à la démixtion ou à la séparation des phases. Il existe deux mécanismes de séparation des phases. Les deux mécanismes de séparation des phases sont la croissance et nucléation ainsi que la décomposition

spinodale. Le mécanisme de croissance et nucléation est caractérisé par une concentration stable dans le temps. Des noyaux se forment et conservent la même composition tout au long de leur croissance. La microstructure obtenue est une matrice avec phase dispersée. Une fluctuation locale de densité va induire la séparation des phases. La décomposition spinodale est identifiée comme étant une microstructure ayant peu d'interface, une morphologie fine et continue, interconnectée. La composition et la taille dépendent du temps. Un changement de concentration va induire la séparation des phases.

Il existe plusieurs méthodes pour déterminer si un mélange de polymères est miscible ou immiscible. La méthode classique se nomme la mesure de la turbidité. Des mélanges de polymères de différentes concentrations sont fabriquées sous forme de film. Une source de lumière est envoyée sur le film. Une cellule optique reçoit la lumière. Si le mélange est miscible, le film sera transparent et toute la lumière passera à travers le film. S'il est immiscible, le mélange sera turbide et la lumière ne sera pas entièrement transmise à la cellule optique. Un article de Suspène et al. a montré que le mélange de polymères composé de polyester insaturé et d'un thermoplastique PVAc est turbide pour différentes concentrations. La théorie de Suspène et al. est expliquée en détail dans la section suivante. La limite de la méthode de turbidité est que si la taille des zones immiscibles est plus grande que la longueur d'onde de la lumière, il se produira une réfraction de la lumière ou une diffusion et ces zones ne pourront pas être identifiées.

2.2.1. Formation de la morphologie par RTM

Plusieurs mécanismes de formation de la morphologie par le procédé RTM sont proposés dans la littérature. Cependant, toutes ces propositions sont encore des hypothèses. La section suivante présente les mécanismes proposés par V.A. Patisson

[33], L. Suspène[38], C. Bucknall[3,4, 5], W. Li [25,26, 27], Z.Zhang [42] et C.J. Liu [30].

Un mécanisme a été proposé par l'équipe de V.A.Pattison en 1975. Le mélange utilisé pour l'étude était composé de 28% de polyester insaturé, 12% de PVAc et de 60% de styrène. Une étude morphologique a été effectuée afin de déterminer le mécanisme de contrôle du retrait. Selon ces auteurs, le styrène, le polyester insaturé et le PVAc sont homogènes au début. Lorsqu'on chauffe à 130°C, il se produit une copolymérisation du styrène avec le polyester insaturé [33]. Cela résulte en une contraction et une expansion du monomère de styrène. À mesure que la polymérisation se produit, le styrène est consommé. Pendant la polymérisation, des contraintes résiduelles sont générées. Ces contraintes augmentent pendant la réaction et créent des fissures. Au refroidissement, des contraintes thermiques sont produites dû à la contraction de la résine. Ces contraintes disparaissent par l'extension des fissures à travers le réseau de la matrice [33]. Dans ces travaux, aucune hypothèse sur le phénomène de séparation de phases n'est émise. La théorie de Pattison est intéressante du point de vue de l'implication du styrène dans le mécanisme du contrôle du retrait. Il est possible qu'à un pourcentage élevé de styrène, un excès de styrène soit présent dans le mélange polymérisé. Également, une quantité insuffisante de styrène pourrait diminuer la compensation du retrait.

En 1990, un autre mécanisme est proposé par Suspène et al. [38] Dans cet article, une courbe de turbidité combinée avec un diagramme de phases a été établie pour le système polyester, styrène et PVAc. Il a été conclu que le poids moléculaire influence la miscibilité du mélange et modifie la morphologie finale. Le mélange serait immiscible pour une concentration de 5% en PVAc, 36% en polyester insaturé et 62% en styrène. Également, le mélange s'est révélé turbide pour une concentration de 9% en PVAc, 36% en polyester insaturé et 55% en styrène. Des études au calorimètre différentiel, au microscope à balayage électronique et au microscope électronique à transmission ont

permis d'établir les conclusions qui suivent. Selon leurs travaux, dès que la réaction prend place, les microgels sont formés en continu. La séparation des phases se produit au tout début de la réaction de polymérisation lorsque la concentration en microgels est encore faible. La formation des microvides se produit suite à la séparation de phases causée par des forces internes. Le phénomène peut se diviser en cinq étapes tel qu'illustré à la figure 2.2. Au début, l'additif et la résine sont présents. Ils subissent une augmentation de température et cela les rend miscibles. Par la suite, il y a formation de microgels qui diminuent la miscibilité du système. Il y a alors séparation des phases. Les microgels sont alors dispersés et forment de petites particules dans le réseau. Lorsque la concentration en microgels atteint un maximum, il se forme un réseau de ces particules. Cette structure croît au fur et à mesure que la réaction avance. Par la suite, des microvides sont créés par les contraintes engendrées par la formation du réseau de microgels. Les microvides se forment pour compenser le retrait.

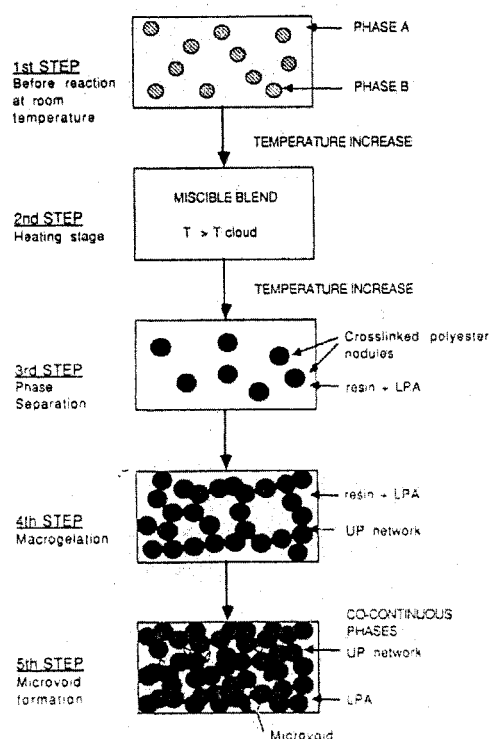


Figure 2.2. Étapes de formation de la morphologie par Suspène et al. [38].

Suspène et al. discutent de l'influence du poids moléculaire sur la miscibilité du mélange et la morphologie finale. Selon eux, la séparation de phases est nécessaire pour former les microvides dans la phase de PVAc et ainsi compenser le retrait. C'est une affirmation qui semble se confirmer à la lecture des articles qui suivent. Suspène et al. sont les premiers à avoir étudié la courbe de turbidité pour le mélange de polyester, styrène et PVAc. Cet article touche à l'aspect thermodynamique du problème en mettant en évidence l'importance de la miscibilité qui est déterminé par le poids moléculaire des constituants.

En 1991, C.Bucknall et al. [3,4, 5] ont également trouvé une explication pour le mécanisme de contrôle du retrait par l'ajout d'un additif à bas taux de retrait. Ces auteurs ont travaillé sur un mélange de polyester insaturé, de styrène additionné de PVAc. Ils ont ajouté du CaCO_3 . Deux mesures de retrait et des tests de traction ont été effectuées sur les échantillons. Les échantillons ont été observés à l'aide d'un microscope optique. Il a été conclu dans cet article que les effets du retrait ne dépendaient pas seulement des interactions entre le polyester insaturé, le styrène et le PVAc. Il est supposé que le PVAc seul n'a aucun effet. Il aurait un effet en présence de charges de carbonate de calcium. Les charges auraient pour avantages de résister au retrait pendant la cuisson. Selon ces auteurs, le contrôle du retrait se produit seulement lorsque des contraintes internes et une déformation en cisaillement sont appliquées au polyester insaturé pour initier une cavitation dans la phase mineure de PVAc. Ce mécanisme se produit seulement lorsque la concentration en PVAc est assez élevée pour produire une morphologie co-continue.

La théorie de Bucknall et al. [3,4,5] est contradictoire puisqu'il associe le contrôle du retrait à l'ajout de particules ou de fibres au lieu de la concentration en PVAc. Au cours de sa discussion, il mentionne l'importance d'avoir une concentration élevée en PVAc pour former la morphologie co-continue et ainsi compenser le retrait. C'est donc confirmer que la concentration en PVAc est de première importance dans le mécanisme

du retrait. Les auteurs qui précèdent ont effectués leur étude sur le mélange de polyester insaturé, de styrène et de PVAc sans ajouter de charges de carbonate de calcium. Ces auteurs ont obtenu des résultats de compensation de retrait. Cette théorie est donc peu probable. L'affirmation intéressante de cet article est la présence de morphologie co-continue pour compenser le retrait. Cette hypothèse sera à vérifier lors de l'étude morphologique des plaques composites.

Quelques années plus tard, un autre mécanisme est proposé par deux articles de W. Li et al. [25, 26, 27]. Le premier fut présenté en 1998 et le second en 1999. Une étude morphologique et au dilatomètre a été effectuée par ces auteurs sur le mélange de polyester insaturé, styrène et de PVAc. Ils ont émis comme proposition que le contrôle du retrait est relié au changement de morphologie pendant la cuisson. Les étapes du mécanisme proposé sont illustrées en figure 2.3. Au tout début, le système est homogène. Il consiste en un mélange de polyester insaturé, de styrène et de PVAc. La réaction commence et les molécules de résine se lient. C'est l'étape d'induction. Ceci produit une augmentation du poids moléculaire du mélange et un changement de polarité. Cela a pour effet de diminuer la compatibilité du mélange résine, styrène et PVAc. La séparation des phases se produit selon le mécanisme de décomposition spinodale. Une structure co-continue est formée suite à cette étape. Les microgels sont alors entourés d'une phase riche en PVAc. La gelation continue et il se produit une inversion de phases entre le PVAc et le polyester insaturé. La structure est alors gelée, elle va rester sous cette forme. Il se crée des contraintes puisque le taux de réaction entre les deux phases n'est plus le même. Des fissures s'initient et se propagent le long de l'interface ou dans la phase riche en PVAc. Les vides sont formés et les contraintes sont relaxées. Conséquemment, le retrait est compensé.

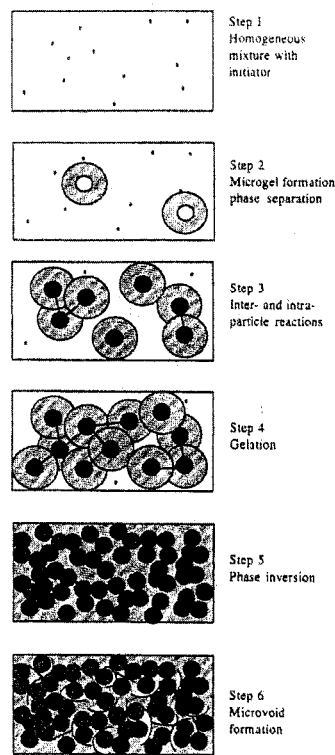


Figure 2.3. Étapes de la formation de la morphologie selon Li et al. [25].

La théorie de Li et al. est très intéressante puisqu'elle essaie de relier la décomposition spinodale et la morphologie co-continue pour le mélange de polyester insaturé, styrène et PVAc. La seule faille dans cette théorie est que les auteurs expliquent peu le changement de poids moléculaire et de polarité en début de réaction. Il faudrait investiguer davantage le début de la polymérisation pour comprendre la séparation de phases. De plus, le mécanisme de la séparation des phases par la décomposition spinodale reste encore une hypothèse. Aucune preuve solide ne porte à croire que la séparation de phases se produit par décomposition spinodale plutôt que par nucléation et croissance.

Presque en même temps que la publication des articles de W.Li, les travaux du groupe de Z. Zhang sont publiés en 1999. Ce groupe a travaillé sur un mélange de polyester insaturé et de styrène additionné de PVAc. Une étude morphologique a été effectuée sur

des surfaces de rupture des échantillons. Selon eux, il existe quatre étapes qui expliqueraient le mécanisme de l'additif à bas taux de retrait : l'induction, la formation des microgels, la transition et la macrogelation. Le PVAc favorise les réactions intramoléculaires du polyester insaturé et la formation des microgels [42]. Il peut également agir comme agent de ségrégation pour les microgels. Une couche de PVAc couvre la surface des microgels et empêche les microgels de se fusionner. Cela forme un réseau interconnecté de résine. Les microvides, quant à eux, sont isolés ou interconnectés [42]. Les microgels isolés sont formés à faible concentration de PVAc. Une augmentation en styrène augmente la taille des microvides. Des microvides interconnectés sont formés lorsque la concentration en PVAc est assez grande pour former une structure co-continue [42].

Cet article soutient que la formation des microvides est contrôlée par le PVAc et le styrène. L'auteur suppose qu'une quantité de styrène est laissée dans la phase riche en PVAc après la formation des microgels. Il y aurait trois hypothèses concernant le styrène. Il peut réagir avec les microgels ou rester dans la phase riche en PVAc ou réagir avec le PVAc pour former une nouvelle phase. Cependant, aucune analyse chimique de la structure n'a été effectuée pour vérifier la présence de styrène dans la phase de PVAc. De son côté, le groupe de Bucknall soutient qu'une augmentation de la concentration en styrène favorise l'apparition de la structure co-continue [5]. Il faudrait approfondir les travaux de V.A. Pattison [33], Bucknall et al. [3,4,5] et Suspène et al. [38] pour connaître l'impact réel du styrène sur la morphologie finale.

En 2002, un autre mécanisme a été proposé par l'équipe de C.J. Liu sur le mélange de polyester insaturé, styrène et de PVAc [30]. Selon ces travaux, pendant la réaction, les chaînes entre les molécules croissent, le mélange devient plus visqueux et le poids moléculaire augmente. Ceci entraîne une faible compatibilité entre le polyester insaturé, le styrène et le PVAc [30]. La séparation des phases prend place et de petites particules

de PVAc apparaissent. Plus la réaction avance, plus les particules de PVAc migrent vers la phase riche en PVAc. Par contre, le nombre de particules de PVAc n'augmente pas. Vers la fin de la cuisson, la taille des particules de PVAc diminue. À faible concentration d'additif, une phase dispersée de PVAc dans la matrice de polyester insaturé est observée [30]. À des concentrations élevées, une structure co-continue est obtenue. Le PVAc et le polyester insaturé ont une faible compatibilité ce qui cause la formation de microgels à un faible degré de conversion. La formation de microgels diminue le degré de conversion final [30].

Il est mentionné dans cet article que le PVAc est efficace pour reproduire la surface du moule lorsque sa concentration est assez élevée pour produire une structure co-continue. Si la concentration en PVAc atteint 16%, il se produit une inversion de phases. Les particules dispersées deviennent du polyester insaturé dans une matrice de PVAc. L'article suppose que la formation des vides est critique pour la compensation du retrait [30].

Cette étude est intéressante puisqu'elle explique l'augmentation du poids moléculaire observée par Li et al. [25,26, 27] En combinant les recherches de ces différents auteurs et en effectuant d'autres expériences sur les concentrations de styrène et de PVAc, le mécanisme de formation de la morphologie devrait être mieux cerné. Dans la section expérimentale, plusieurs essais ont été effectués afin de déterminer l'influence de la concentration du styrène et du PVAc ainsi que du cycle de cuisson. Une étude concernant la rhéologie et le poids moléculaire ont également été réalisées.

2.2.2. Facteurs qui influencent la morphologie

Trois facteurs principaux sont interreliés pour la formation de la morphologie finale, il s'agit de la température de cuisson, la concentration de PVAc et du poids moléculaire des polymères.

Deux structures sont observées en fonction de l'augmentation ou de la diminution de la température. Il s'agit de la structure globulaire qui est associée avec la morphologie co-continue et la structure de type flocons qui est associée avec la structure de phase dispersée dans la matrice. Si on diminue la température de cuisson, les effets de ségrégation seront favorisés et conséquemment la structure globulaire est favorisée. Une température plus élevée aura tendance à former une structure de type flocons [21].

Pour contrer une augmentation de température, il faut augmenter la concentration en PVAc. Sous une température de polymérisation de 90°C, une phase discrète séparée et riche en PVAc est observée autour des particules de polyester insaturé [29]. Cette phase est observée pour une concentration de 5% en PVAc. En augmentant la température de cuisson au-dessus de 90°C, les particules fusionnent pour la même concentration de PVAc. En général, l'augmentation de la température de cuisson favorise la compatibilité entre le polyester insaturé et le PVAc [29]. Cependant, une augmentation de la température de cuisson aura pour effet de diminuer le temps de gel et augmentera le taux de réaction [29]. Si le taux de réaction est plus rapide et que le temps de gel est faible, il y aura formation de moins de microgels. La structure aura tendance à être de type flocons dans ce cas.

La concentration en PVAc influence la morphologie tout comme la température. De façon générale, les différentes études s'entendent pour dire que l'ajout d'un additif à faible taux de retrait favorise la séparation des phases et la formation de microgels.

L'ajout d'un additif à faible taux de retrait crée une morphologie fragile co-continue [7]. La diminution du retrait n'est pas seulement l'effet de l'interaction entre le polyester insaturé, le styrène et le PVAc. Le contrôle du retrait serait efficace seulement en présence de la morphologie co-continue. Ce type de morphologie fragilise la structure et

cause une diminution de la résistance du composite. Ceci expliquerait l'apparition de petites cavités dans les régions riches en PVAc [3, 4, 5].

Un autre aspect doit être considéré : il est possible que l'additif bas retrait entoure les microgels et ait un effet de ségrégation sur ces particules [19,20, 21]. Une grande concentration en PVAc va favoriser la ségrégation des particules de microgels. La ségrégation va mener à une structure globulaire. Si les effets de ségrégation sont inadéquats, la microstructure obtenue sera mixte, soit à la fois de type globulaire et flocons [19,20, 21]. Pour une faible concentration, une structure de type globulaire est observée tandis que pour une concentration élevée, la structure observée est de type flocons [18].

Une augmentation de concentration à 10% révèle une structure co-continue à toutes les températures étudiées selon certains auteurs [17, 29]. Pour d'autres chercheurs, la morphologie subit un changement majeur à une concentration de 8% en PVAc [31]. Il est mentionné que c'est à ce pourcentage de PVAc qu'un fini de surface de faible rugosité est obtenu [30]. À 8% PVAc, les globules commencent à être visibles et une inversion de phases se produit [17]. Selon certains auteurs, le contrôle du retrait optimal se situerait entre 6 et 10% de PVAc [22]. Suite à un test isotherme, un plateau d'activité du PVAc a été observé.

L'étude de W. Li et al. [25, 26, 27] poursuivie de 1998 à 2000 a mené aux découvertes suivantes en ce qui concerne la concentration en PVAc. Il commence à être efficace à partir de la formation de la structure co-continue qui est en fait la première transition. Il est question ici du changement de la morphologie avec phase dispersée à une structure co-continue. Le contrôle du retrait disparaît suite à une deuxième transition. Cette deuxième transition est marquée par la fusion des particules due à une concentration trop élevée en PVAc. La concentration de PVAc qui détermine les deux transitions dépend de l'additif et de son poids moléculaire [26]. Selon ce groupe de recherche, il existe des

limites inférieures et supérieures pour lesquelles le PVAc est efficace pour le contrôle du retrait. Si les particules atteignent la concentration maximale, elles fusionnent et leur effet sur le contrôle du retrait disparaît [26]. La fusion des particules empêche la formation de vides ce qui a pour effet de ne pas compenser le retrait.

Également, il a été montré par C.J.Liu et al. [30] en 1999 que la diminution du retrait s'explique par deux effets. Le premier est la dilution du retrait dû à la présence du PVAc. Le deuxième est l'expansion du mélange de polyester insaturé, de styrène et de PVAc qui commence après la cuisson. L'expansion a pour effet de diminuer la contrainte de retrait. La présence d'expansion s'explique par la séparation de phase qui est causée par une diminution de compatibilité entre le polyester insaturé et le PVAc. Un changement de chimie après le début de la cuisson serait la cause de la séparation des phases. Ceci est observé seulement pour des quantités supérieures à 14% en additif. La raison est que de petites quantités d'additifs ne dépassent pas la limite de solubilité de la résine. À une concentration inférieure à 14% en PVAc, la séparation de phases ne se produit pas selon Li et al. [25]. Une limite inférieure et supérieure de l'efficacité de la compensation du retrait ont été établies. La limite inférieure se situe à 15% PVAc et la limite supérieure à 20% PVAc selon leurs recherches.

En résumé, la théorie de Li et al. [25, 26, 27] est la plus probable. Il existerait donc un plateau où l'ajout du PVAc est efficace. Il est possible que la formation de la morphologie co-continue soit nécessaire à la compensation du retrait. Cependant, cette théorie n'est encore qu'une hypothèse qui devra être vérifiée.

Jusqu'à présent, il a été montré que la concentration en PVAc joue un rôle important sur la morphologie finale. Plusieurs auteurs sont arrivés à différents pourcentages pour la formation de la structure co-continue ou l'inversion de phases. Une des raisons qui pourrait expliquer cette différence est que le poids moléculaire du PVAc utilisé est

différent d'une étude à l'autre [25]. C'est pourquoi la section suivante traite des effets du poids moléculaire.

Un des premiers effets du poids moléculaire se produit au niveau de la thermodynamique du mélange. Une augmentation du poids moléculaire des espèces polymérisées réduit la contribution entropique de l'énergie de mélange ce qui rend la contribution enthalpique dominante. Puisque le mélange est endothermique, la séparation des phases se produit [3]. Selon le type d'additif à faible taux de retrait et le rapport molaire initial du styrène et du polyester, les changements morphologiques pendant la polymérisation varient beaucoup. En général, un haut poids moléculaire ou une haute concentration en additif à bas retrait va causer la ségrégation des microgels et mener à une structure globulaire [4]. Dans le cas où il n'y aurait pas de ségrégation, une structure de type flocons sera observée. La concentration en PVAc idéale dépend donc de son poids moléculaire et de sa nature chimique.

En conclusion, plusieurs théories sont probables autant en rhéologie qu'en morphologie. En rhéologie, les travaux de Yang [41] sont un bon départ pour déterminer l'influence de paramètres sur la rhéologie. Cependant, une simplification des expériences devra être effectuée. Des travaux sur deux appareils en simultanée sont une excellente idée qui a été proposée par Han et al. [14, 15, 16]. Des recherches sur d'autres combinaisons d'appareils pourront peut-être fournir des réponses sur le lien qui unit la rhéologie, la morphologie et le fini de surface. Dans le cadre de cette étude, le comportement des constituants du mélange de polyester insaturé, de styrène et de PVAc sera évalué de façon indépendante. Il s'agit de déterminer le caractère newtonien des constituants et de mesurer leur viscosité respective à la température d'injection. Également, des tests seront réalisés sur des mélanges de polyester insaturé, styrène et PVAc.

En ce qui concerne la morphologie, les informations sont abondantes mais contestables. À la lecture de tous ces articles, la formation de la morphologie par le procédé RTM semble être en partie celui proposé par W.Li. [25, 26, 27] avec quelques éléments de la théorie de C.J.Liu [30]. Avant la réaction, le mélange de polyester insaturé, styrène et PVAc est homogène. Après l'injection, la réaction s'amorce et les chaînes croient entre les molécules. Cela a pour effet de rendre le mélange plus visqueux et d'augmenter le poids moléculaire. La compatibilité entre le polyester insaturé, le PVAc et le styrène diminue. La séparation des phases est ainsi induite. Selon le poids moléculaire du PVAc, une concentration de près de 10% va favoriser la formation d'une morphologie co-continue. Des contraintes internes sont formées lors de ce changement de morphologie et des contraintes thermiques apparaissent au refroidissement en même temps que la pièce se contracte. La relaxation des contraintes sera effectuée par la création de vides. Le retrait sera compensé et le fini de surface ainsi obtenu sera de meilleure qualité.

L'objectif de ce rapport est de déterminer quelle morphologie est associée avec le meilleur fini de surface des plaques composites fabriquées par RTM. Une compréhension des étapes de la formation de cette morphologie sera donc nécessaire pour optimiser le fini de surface et établir un lien avec la rhéologie.

CHAPITRE III : MÉTHODOLOGIE EXPÉRIMENTALE

3.1. Planification d'expériences

La planification d'expériences comprend la définition du problème, l'identification des variables et la planification des essais. Le procédé étudié est le moulage à injection par transfert de résine (RTM). Plusieurs variables sont susceptibles d'affecter les propriétés finales de la pièce fabriquée. Les paramètres à prendre en considération sont la composition du mélange des polymères, le gradient de température, le cycle de cuisson, la pression d'injection, le mélange de polymères, le catalyseur et les fibres. Également, la conception du moule et le matériau du moule sont des facteurs susceptibles d'affecter le fini de surface de la pièce. Parmi ces facteurs, la composition du mélange de polymères et le gradient de température n'ont pas encore été étudiés d'une manière systématique. Les autres facteurs ont été étudiés par Eduardo Ruiz dans le cadre de sa thèse à l'École Polytechnique parue en décembre 2003 [36]. Le processus de planification des essais est présenté en figure 3.1.

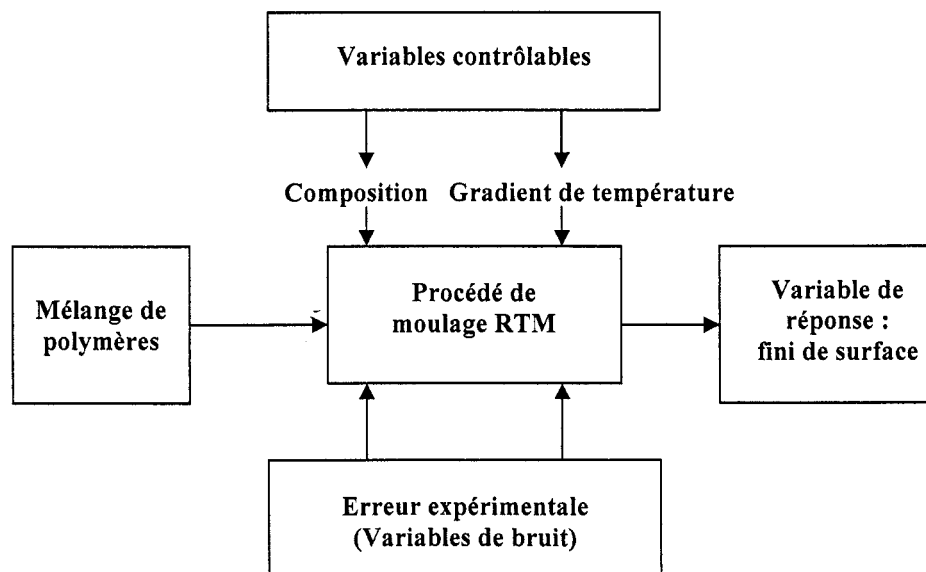


Figure 3.1. Description du processus

Il y a donc deux variables contrôlables. La variable de réponse à optimiser est le fini de surface. Les variables de bruit qui constituent l'erreur expérimentale n'ont pas été identifiées. Suite à la définition du problème, il est possible de concevoir un plan d'expérience complet avec deux variables qui sont la composition et le gradient de température. La composition est définie par le pourcentage de PVAc ajouté au polyester insaturé pour former le mélange de polymères. Le plan comprend 16 essais puisque chaque facteur varie selon 4 modalités. Les pourcentages de PVAc choisis sont 0%, 8%, 12% et 16 %. Les gradients choisis sont de 0, 5, 10 et 15 degrés Celsius. Le pourcentage de styrène varie avec le pourcentage de PVAc. Ces deux éléments sont dépendants. Les valeurs de pourcentage de PVAc ont été choisies en fonction des informations trouvées dans la littérature notamment dans le mémoire de S.Gordon. Les valeurs de gradient thermique ont été déterminées par des tests provenant de la thèse de E.Ruiz. Le tableau 3.1. présente la planification des 16 essais.

Tableau 3.1. Plan des essais

Essai	% PVAc	% Styrène	Gradient
1	0	37	0
2	0	37	5
3	0	37	10
4	0	37	15
5	8	39	0
6	8	39	5
7	8	39	10
8	8	39	15
9	12	40	0
10	12	40	5
11	12	40	10
12	12	40	15
13	16	41	0
14	16	41	5
15	16	41	10
16	16	41	15

La procédure de fabrication des plaques et le calcul du pourcentage massique de fibres utilisées sont disponibles à l'Annexe A. Le matériel utilisé pour la fabrication des plaques est montré au tableau 3.2.

Tableau 3.2. Produits utilisés pour la fabrication des plaques

Constituant	Compagnie	Nom du produit
Polyester insaturé	AOC Canada	T-580-63
PVAc	AOC Canada	LP40-A
Fibres de verre	OCF	8610 mat continu
Catalyseur		Peroxyde de cétone
Agent démoulant	Freekote	700
Nettoyant	Freekote	PMC (polyester mold cleaner)

Il est à noter que le produit T580-63 est du polyester insaturé dilué à 37% dans du styrène. Le LP40-A est composé à 40% en polyacétate de vinyle (PVAc) et à 60% en styrène. Dans les méthodes de planification d'expériences, il est fortement suggéré de faire les expériences dans un ordre aléatoire. Suite au plan d'expériences du tableau II, quelques tests supplémentaires ont été réalisés. Des plaques avec des pourcentages de PVAc de 14%, 15% et 17% de PVAc et un gradient thermique de 15 degrés Celsius ont été fabriquées. Puis, une autre série de tests a été réalisée dans le but d'optimiser plus précisément le gradient thermique appliqué entre les deux plaques du moule. Le pourcentage de PVAc a été fixé à une valeur de 16% et le gradient thermique a été varié de 11 à 14 degrés. L'ordre dans lequel les expériences ont été effectuées ainsi que les détails sur les quantités utilisées lors de chaque expérience sont disponibles en Annexe B.

3.2. Moule thermique et son instrumentation

Les plaques ont été fabriquées dans un moule thermique en aluminium tel que montré à la figure 3.2. Les plaques fabriquées sont de dimensions égales à 100 mm de largeur par 300 mm de longueur par 5 mm d'épaisseur.

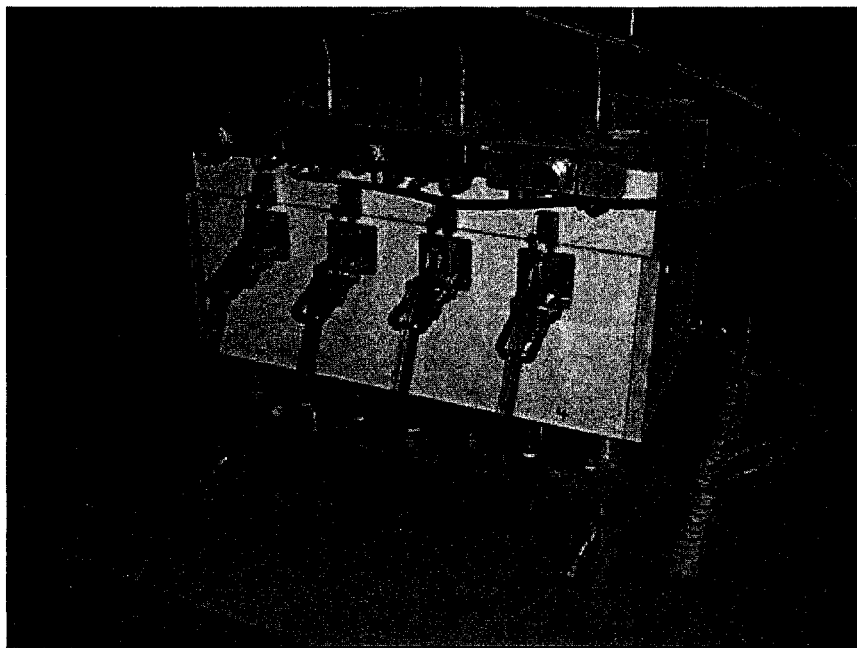


Figure 3.2. Moule thermique

Le moule est la composante principale nécessaire à la fabrication de la pièce. Les moules en aluminium permettent de faciliter la régulation thermique et ils sont plus légers que les moules en acier. Ce type de moule permet la fabrication de pièces de grande taille également. Cependant, ils sont relativement coûteux à fabriquer. Il faut prévoir un nombre de pièces élevé, de l'ordre de quelques milliers, pour rentabiliser un moule en aluminium ou en acier [1]. Le moule est composé d'une embouchure pour l'injection de la résine et d'une autre pour l'éjection de la résine une fois le moule rempli.

Le système de chauffage et de refroidissement influence la qualité de la pièce finale. Ce système permet de contrôler le taux de chauffe, de conserver une température stable et de choisir le taux auquel la pièce est refroidie. Également, il est possible d'appliquer un gradient thermique à travers l'épaisseur. Un réservoir sous pression est également utilisé pour transférer la résine dans le moule tel qu'illustré à la figure 3.3.

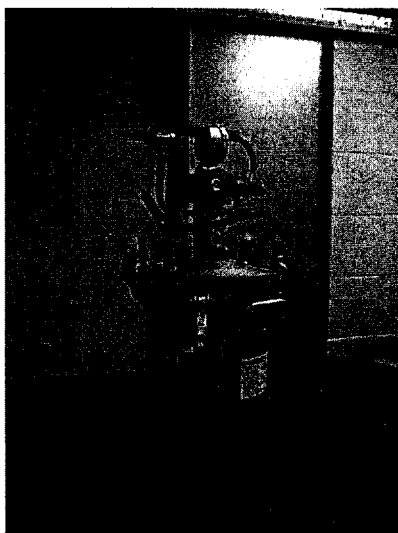


Figure 3.3. Réservoir sous pression

La pression d'injection est de 150 kPa. La pression se règle à l'aide d'une valve. Une fois l'injection complétée, la valve est fermée. Un tube de téflon sert à alimenter le moule en résine. Ces tubes sont nettoyés après chaque injection. Le temps d'injection pour le moule utilisé est de l'ordre d'une trentaine de secondes. Un autre instrument utilisé est le bain thermostaté tel que présenté à la figure 3.4. Il est utilisé pour préchauffer la résine afin de faciliter l'injection.

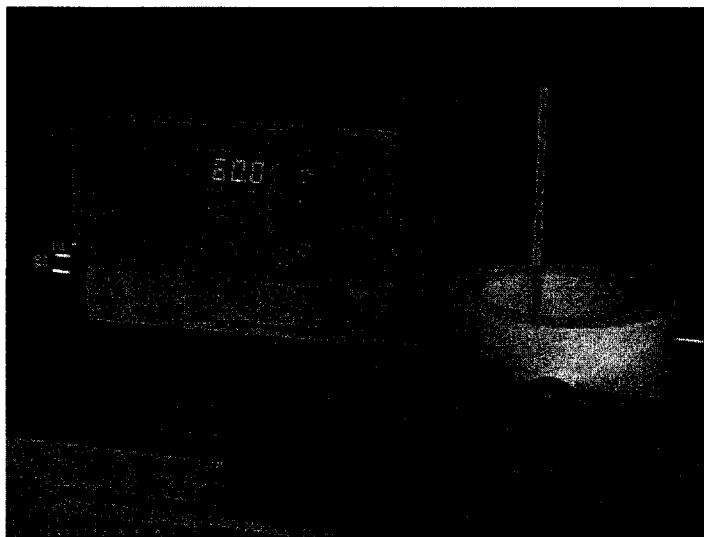


Figure 3.4. Bain thermostaté

Une augmentation de température aura pour effet de diminuer la viscosité du mélange de polyester insaturé, styrène, PVAc et de faciliter la mouillabilité des fibres dans le moule. Également, un gabarit, c'est-à-dire une plaque de forme rectangulaire, est utilisée pour découper le tissu. Le tissu est ensuite déposé dans le moule. Ainsi, la taille des échantillons est toujours constante.

Afin d'éviter que la plaque composite ne reste emprisonnée à l'intérieur du moule, un agent démoulant est appliqué sur le moule et les joints. L'agent démoulant peut être du silicone, de la cire ou autres produits. Pour éviter tout collage et la contamination de la plaque, l'agent démoulant de type silicone est utilisé. Comme le fini de surface du moule influence le fini de surface de la pièce, il est très important de bien nettoyer ce dernier. L'agent nettoyant employé est le PMC «polyester mold cleaner» de la compagnie Freekote. Ce produit permet d'enlever la résine polymérisée sur le moule et les joints après la polymérisation sans éliminer l'agent démoulant.

3.3. Rugosimètre

Suite à la fabrication des plaques, les plaques ont été coupées en échantillons de 30 mm par 30 mm à l'aide d'une scie à diamant selon le schéma à la figure 3.5.

1	4	7	10	13	16	19	22	25	28
2	5	8	11	14	17	20	23	26	29
3	6	9	12	15	18	21	24	27	30

Figure 3.5. Coupe de la plaque

Cette méthode de coupe facilite l'analyse de la plaque au rugosimètre en permettant de placer l'échantillon à plat sur trois points d'appui. Le rugosimètre utilisé pour la mesure de la rugosité de surface est le SVC-400 de la compagnie Mitutoyo tel qu'illustré à la figure 3.6.



Figure 3.6. Rugosimètre Mitutoyo

La procédure de calibration ainsi que la fiche technique de l'appareil sont disponibles en annexe C. Le standard utilisé pour l'analyse de la rugosité de chaque échantillon est la norme ANSI 1995. Les valeurs de rugosité sont comparées à la valeur du fini de surface du moule en aluminium utilisé pour la fabrication. Chaque carré de 30 mm par 30 mm a été évalué selon la figure 3.7.

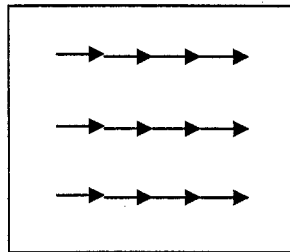


Figure 3.7. Sens des mesures

Chaque flèche indique le sens de la mesure effectuée par le palpeur. En tout, 4 mesures de 4 mm par ligne ont été effectuées afin de balayer l'ensemble de la surface. Une distance d'environ 5 mm a été laissée autour des mesures à cause des bris de surface provoqué lors de la coupe des échantillons avec la scie à diamant. La longueur de mesure de 4 mm provient du standard ANSI 1995. La distance entre les flèches est d'environ 10 mm.

Le paramètre choisi lors de l'analyse de rugosité de la surface est le Ra. Il est la moyenne arithmétique des valeurs absolues des écarts du profil dans les limites de la longueur de base. Dans le cadre de cette étude, la longueur de base a été fixée à 4 mm pour respecter le standard.

La figure 3.8. illustre le calcul du paramètre Ra qui est défini comme suit :

$$Ra = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n |y_i|$$

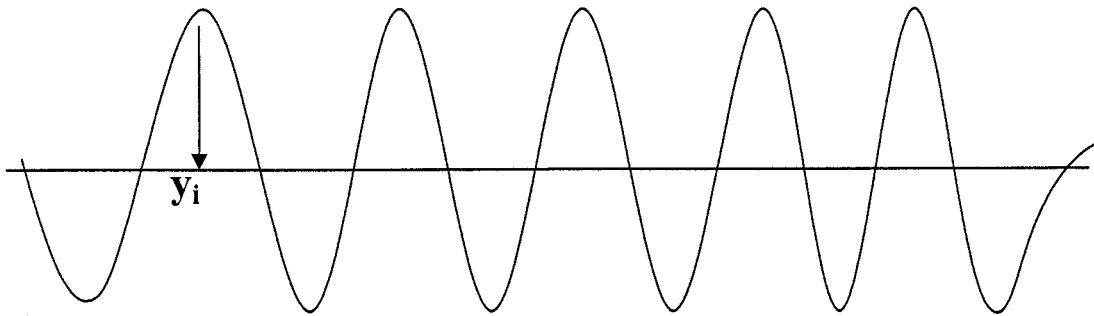


Figure 3.8. Description du paramètre Ra

3.3. Rhéomètre

Pour déterminer la viscosité des polymères, un rhéomètre de type couette de la compagnie TA Instrument provenant de la série AR-2000 a été utilisé. Ce rhéomètre est composé de deux cylindres coaxiaux dont l'intervalle est rempli du fluide à mesurer. La figure 3.9. illustre le rhéomètre de type couette AR-2000.

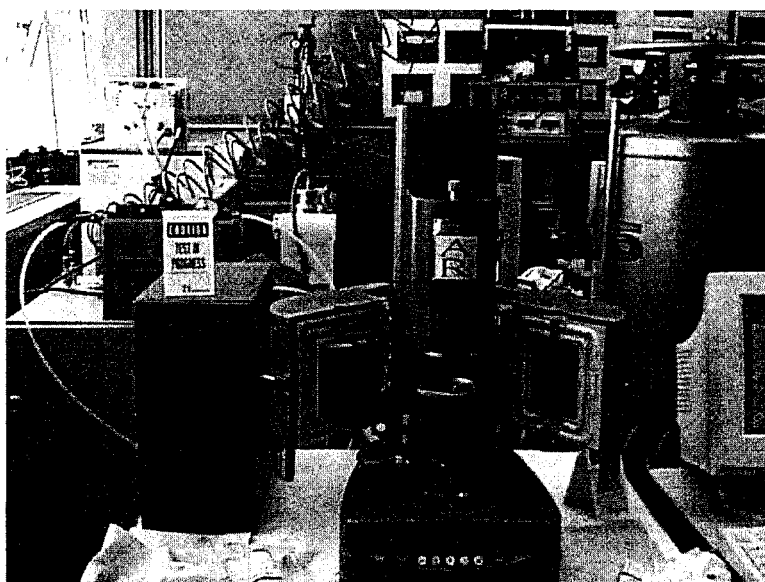


Figure 3.9. Rhéomètre de type Couette AR-2000.

Il existe deux modes de fonctionnement pour ce type de rhéomètre:

- Un des deux cylindres est mis en mouvement à vitesse constante et le couple visqueux est mesuré sur l'autre cylindre.
- Un des deux cylindres est mis en mouvement sous l'action d'un couple constant et sa vitesse de rotation est mesurée.

Dans le cadre de cette étude, le couple est mesuré. Une pipette est utilisée pour injecter le liquide entre les deux cylindres. Une quantité de 15,6 mL est utilisée pour chaque test. Les expériences sont réalisées sous atmosphère d'azote. La procédure d'utilisation du

rhéomètre AR-2000 est montrée en Annexe G. Des tests au rhéomètre ont été effectués sur chacun des deux constituants du mélange. Puis, d'autres tests ont été réalisés sur des mélanges de polyester insaturé avec du PVAc. Afin de déterminer le caractère newtonien de chacun des constituants, un test de la viscosité en fonction du cisaillement a été réalisé. Si la viscosité du fluide reste constante en fonction de la vitesse de cisaillement, le fluide sera considéré comme newtonien. Si la viscosité diminue, le fluide sera dit non newtonien. Les conditions d'opération pour l'évaluation du caractère newtonien sont montrées au tableau 3.3.

Tableau 3.3. Conditions des tests pour l'évaluation du caractère newtonien

Paramètres	Valeurs
Vitesse de cisaillement	0.1 à 10 s ⁻¹
Température	80°C
Durée	15 minutes

Dans le but de déterminer la viscosité de chacun des constituants et des mélanges des deux polymères, des tests de balayage en temps ont été réalisés. Les conditions des tests pour déterminer la viscosité sont montrées au tableau 3.4.

Tableau 3.4. Conditions des tests pour la mesure de la viscosité

Paramètres	Valeurs
Fréquence	0.1 Hz
Déformation	5%
Température	80°C
Durée	15 minutes

Les avantages du rhéomètre de type Couette est qu'il diminue l'évaporation du styrène lors des tests. Il permet de travailler avec des faibles contraintes de cisaillement. Également, il est possible de mesurer de faibles quantités de fluide, inférieure à 1 mL. Par contre, il ne peut pas être utilisé pour des vitesses de rotation élevées.

3.4. Microscopie électronique à balayage

La préparation des échantillons pour le microscope électronique à balayage (MEB) consiste à couper en deux un échantillon de 30 mm par 30 mm à l'aide d'une scie à diamant. Par la suite, la surface interne de l'échantillon est déposée dans le fond d'un moule cylindrique de 40 mm de diamètre pour être enrobée dans la résine époxy. Après 24 heures de séchage pour la résine époxy, les surfaces sont polies. Les procédures d'enrobage et de polissage sont disponibles en Annexe D. Les échantillons polis sont ensuite recouverts d'une couche d'or et de palladium avant d'être observés au MEB.

Le microscope électronique à balayage utilisé est un JSM-840 JEOL. Le MEB est constitué d'un faisceau d'électrons qui est focalisé sur un échantillon à l'aide de lentilles électromagnétiques. Les électrons réémis par la surface sous l'effet du bombardement d'électrons sont captés par un détecteur d'électrons. Le signal électrique obtenu est amplifié pour obtenir l'intensité du faisceau d'électrons sur un écran cathodique. Des bobines de balayage permettent au faisceau incident de couvrir ligne par ligne la surface à étudier. Le faisceau d'électrons de l'écran cathodique se déplace de façon synchrone ligne par ligne. Ainsi, il est possible de reconstituer une image de la surface de l'échantillon étudié. La figure 3.10. illustre un microscope à balayage électronique de base.

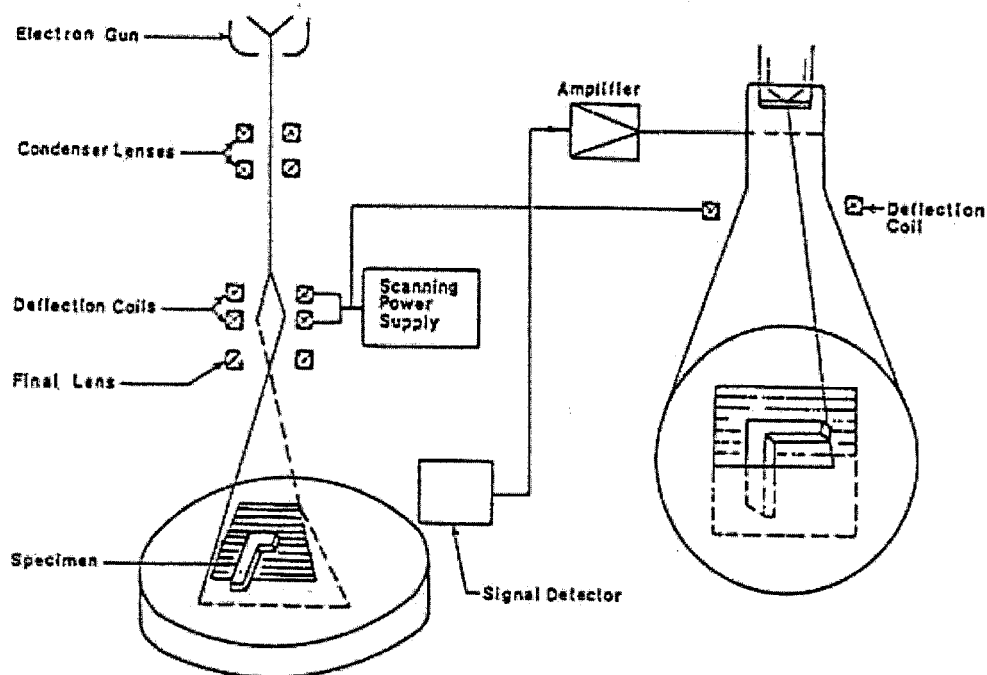


Figure 3.10. Schéma d'un microscope à balayage électronique [6]

L'échantillon est bombardé par un faisceau d'électrons en un point de la surface. La colonne du microscope est maintenue sous vide pour éviter l'oxydation de la source et empêcher le freinage et la déviation des électrons par collision avec les molécules d'air. La surface réémet des signaux caractéristiques à base d'électrons rétrodiffusés qui proviennent des interactions élastiques entre les électrons incidents et les atomes sous la surface. Ces types d'électron vont jusqu'à une profondeur de 1 micron sous la surface. L'intensité des électrons rétrodiffusés est fonction de l'orientation de la surface par rapport au faisceau incident et du numéro atomique de l'élément. Leurs applications sont pour le contraste atomique et les effets de diffraction. Il existe un autre type d'émission, il s'agit des électrons secondaires. Ces électrons sont produits par des chocs inélastiques entre les électrons incidents et les atomes de l'échantillon. Leur énergie est inférieure à 50 eV et ils proviennent d'une zone située à moins de 0,1 micron de la surface. De plus, leur intensité est fonction de l'orientation de la surface. Ils permettent d'observer la topographie de l'échantillon.

Les électrons Auger, quant à eux, sont créés par l'interaction des électrons incidents et des électrons des sous-couches électroniques des atomes. Leur distribution spectrale est fonction des éléments qui composent la surface. Ils proviennent des toutes premières couches atomiques de la surface. Ils sont utilisés pour faire des analyses chimiques superficielles. Finalement, les rayons X sont utilisés pour une analyse chimique semi-quantitative des éléments sous la surface à quelques micromètres d'épaisseur.

L'interaction produite entre les électrons et la matière conduit à des effets d'accumulation de charges à la surface. Ces charges sont évacuées vers la masse dans le cas d'un échantillon conducteur et dans le cas d'un isolant, leur accumulation déforme le faisceau d'électrons et modifie son énergie effective. Il est donc nécessaire de déposer une couche mince de métallisation à la surface. Ce procédé consiste à recouvrir la surface des échantillons d'une couche de 10 à 20 nm d'épaisseur par pulvérisation cathodique ou par vaporisation sous vide. Les matériaux le plus souvent utilisés pour la métallisation sont l'or et le palladium. Il existe deux modes de déposition soient le mode continu ou discontinu. Le mode continu est utilisé pour les matériaux plus durs et le mode discontinu, pour les matériaux plus mous. En pulvérisant de façon discontinue, la déposition ne risque pas d'endommager les surfaces plus sensibles. Le mode de pulvérisation discontinu a été utilisé pour recouvrir les surfaces internes des échantillons.

Les avantages du MEB sont qu'il est simple d'utilisation, il permet une grande profondeur de champ. Cette méthode est efficace pour la détection des défauts tels que les trous, les fissures ou autres. Dans le cas des échantillons de polymères, un faible voltage et un faible courant doivent être utilisés. Le mode par électrons secondaires a été employé pour l'étude des échantillons afin d'observer la topographie de surface.

3.5. La spectroscopie infrarouge à transformation de Fourier

La spectroscopie infrarouge à transformation de Fourier (FTIR) dans le mode photoacoustique est une technique qui ne requiert pas que l'échantillon soit transmissible. Elle permet de mesurer directement les infrarouges absorbés en détectant la chaleur absorbée ou induite par l'échantillon. La chaleur se transfère au gaz environnant et transmet un signal qui est détectable par un microphone. La génération d'un signal photoacoustique est initiée par le faisceau de FTIR qui oscille en intensité et il est absorbé par l'échantillon. L'oscillation de la température qui se produit dans les couches de l'échantillon produit des ondes thermiques qui se propagent dans l'échantillon. Ces ondes thermiques définissent l'épaisseur de la couche ou la profondeur de l'échantillon dans laquelle l'information spectrale est obtenue. Une haute fraction de l'onde thermique est réfléchi à l'échantillon et n'est pas détectée ce qui crée un signal de bruit.

Des analyses de spectroscopie à infrarouge à transformation de Fourier ont été effectuées par Craig Hyett au laboratoire d'analyse de surface du département de génie physique de l'École Polytechnique de Montréal. Le FTIR utilisé est le FTS6000 Spectrometer de la compagnie Digilab. La préparation des échantillons pour la spectroscopie à transformation de Fourier est simple, il s'agit de respecter les dimensions du porte-échantillon. L'échantillon ne doit pas dépasser 10 mm de diamètre et l'épaisseur doit être au maximum de 3 mm. La méthode du FTIR permet d'identifier des groupes fonctionnels dans une molécule. La spectrométrie est en fait une source lumière qui balaie la surface de l'échantillon. Un prisme sépare la source de radiation en différentes longueurs d'onde. L'échantillon va absorber la lumière selon ses propriétés chimiques.

Dans un faisceau double, un séparateur de faisceau va séparer le faisceau en deux, la moitié du faisceau va sur l'échantillon et l'autre comme référence. Un détecteur va collecter les radiations qui passent à travers l'échantillon et comparer l'énergie à la

référence. Dans le cas du FTIR, toute l'énergie passe à travers un interféromètre et à travers l'échantillon. La lumière passe à travers un séparateur de faisceau qui envoie la lumière dans deux directions à des angles droits. Un faisceau va sur un miroir fixe et revient au séparateur de faisceau tandis que l'autre faisceau va sur un miroir en mouvement. Lorsque les deux miroirs se rencontrent au séparateur de faisceau, il se recombine et la différence de longueur de chemin entre les deux crée de l'interférence donc un interférogramme. La figure 3.11. illustre le schéma de l'intérieur du FTIR.

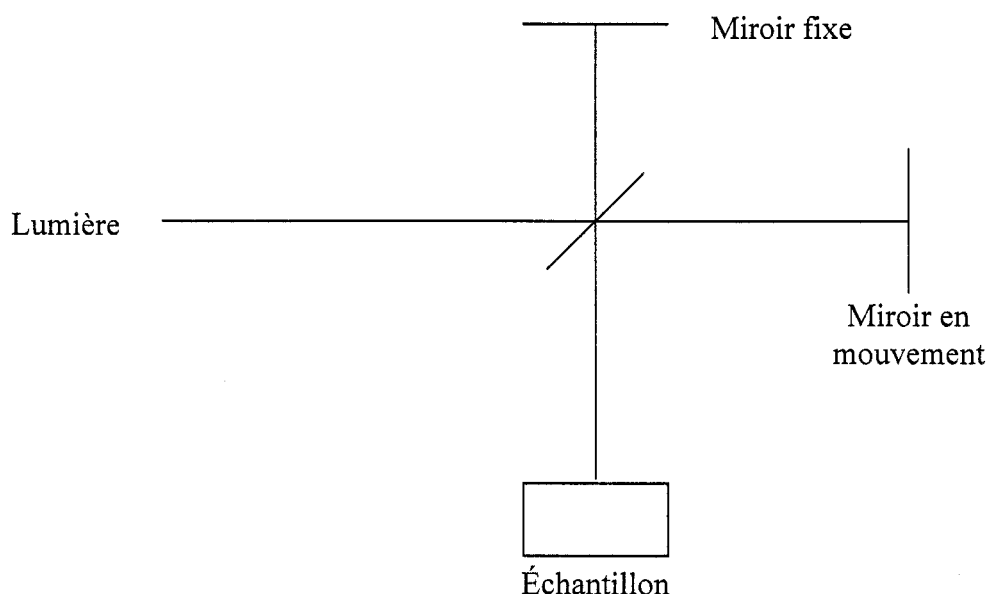


Figure 3.11. Schéma du FTIR

La position des miroirs est reliée à des angles de déphasage entre les différents constituants de l'échantillon. Si des composés n'ont pas le même angle de déphasage, c'est qu'ils ne sont pas situés sur la même couche.

Par la suite, le détecteur rapporte des variations de l'énergie en fonction du temps pour toutes les longueurs d'onde simultanément. Un faisceau laser est surimposé pour donner une référence à l'instrument. L'énergie en fonction du temps est la méthode utilisée pour enregistrer un spectre. Il existe une relation entre le temps et la fréquence. Cette relation

est en fait une fonction mathématique appelée transformation de Fourier qui permet de convertir un spectre de l'intensité en fonction du temps en un spectre de l'intensité en fonction de la fréquence.

Il existe plusieurs méthodes pour obtenir ces spectres d'intensité en fonction de la fréquence. Il est possible de faire l'évaluation de l'échantillon en mode «rapid scan» ou en mode «step scan» appelé aussi DSP (digital signal processing). Le mode de «rapid scan» ne permet pas de différencier la surface du reste de l'échantillon. Pour les DSP ou step scan, cela permet de séparer la surface du reste de l'échantillon. Ainsi, il est possible de différencier dans quelles couches les composés chimiques détectés se retrouvent. La profondeur de l'échantillon analysée est reliée à la fréquence utilisée pour effectuer la mesure. La fréquence choisie dépend de l'échantillon à observer. Il faut choisir la fréquence qui va produire le moins de bruit possible. Par exemple, pour une fréquence de 200 Hz, le FTIR analyse à une profondeur d'environ 13 microns. Pour une fréquence plus élevée telle que 1,8 kHz, l'appareil mesure à une profondeur de 6 microns. Plus la fréquence est élevée, plus le bruit sera important.

Un nombre important de paramètres doit être posés pour une mesure optimale au FTIR. La résolution spectrale devrait être la plus faible possible puisque lorsqu'on réduit la résolution d'un certain facteur, cela réduit le temps de mesure. Par exemple, si on passe d'une résolution 4 à 8 cm^{-1} , le temps de mesure est réduit par un facteur de 4. La résolution spectrale utilisée dans le cadre de ce rapport pour les mesures au FTIR est de 8 cm^{-1} de longueur d'onde. Le gaz hélium est utilisé dans la chambre car il possède des bonnes propriétés thermiques et un bon coefficient d'expansion thermique. Les tests au FTIR ont été réalisés à la température et à la pression ambiante.

CHAPITRE IV : RÉSULTATS ET ANALYSE

4.1. Résultats du rugosimètre

Les résultats des analyses au rugosimètre ont donné les valeurs suivantes pour les 16 plaques mesurées. Les plaques sont comparées à la rugosité du moule en aluminium pour former un rapport de rugosité. La valeur Ra mesurée pour le moule d'aluminium est de 0.05 micron.

Tableau 4.1. Résultats du rugosimètre

PVAc (%)	Gradient de température (°C)	Résultats Ra (microns)		Rapport Ra plaque/ Ra moule
		Moyenne	Écart-type	
0	0	2.210	0.583	44
0	5	1.054	0.287	21
0	10	0.815	0.264	16
0	15	0.940	0.234	19
8	0	2.750	0.517	55
8	5	1.859	0.246	37
8	10	0.863	0.159	17
8	15	2.138	0.512	43
12	0	2.595	0.245	52
12	5	2.314	0.369	46
12	10	0.952	0.113	19
12	15	2.364	0.429	47
16	0	1.266	0.374	25
16	5	1.233	0.189	25
16	10	1.004	0.365	20
16	15	0.742	0.128	15

Le rapport présenté au tableau 4.1. est la rugosité de la plaque sur la rugosité du moule en aluminium. Le rapport idéal serait de 1 puisque cela indiquerait que la plaque a un fini de surface identique au moule. Il est observé que le rapport minimum est de 15. Ce rapport est obtenu par la valeur minimale du paramètre Ra qui est de 0.742 microns. Ce minimum est obtenu pour les conditions d'opération correspondant à 16% de PVAc et un gradient de 15 degrés. En tenant compte de l'écart-type, il est remarqué que la valeur de rugosité pour 16% PVAc et 15 degrés Celsius de gradient est sensiblement la même que pour un gradient de 10 degrés. Également, une diminution de la rugosité est observée pour un gradient de 10 degrés Celsius dans le cas de tous les pourcentages d'additif. La figure 4.1. illustre la rugosité en fonction du pourcentage d'additif pour les quatre gradients.

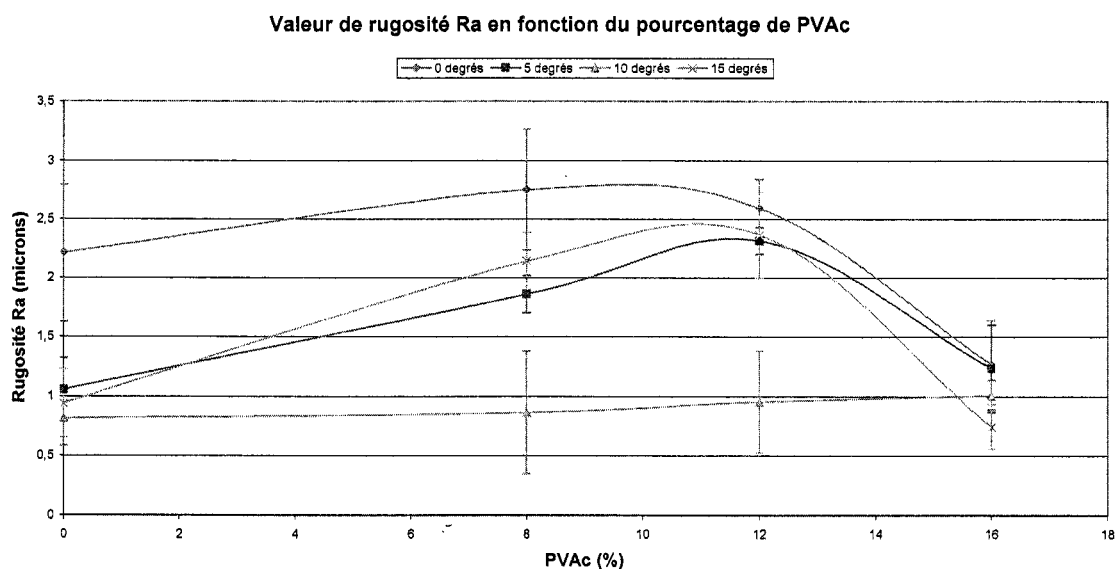


Figure 4.1. Rugosité en fonction du pourcentage de PVAc

Il est observé qu'en tenant compte des écart-types, les courbes de 0, 5 et 15 degrés de gradient sont similaires. Cependant, la courbe à 10 degrés Celsius de gradient croît linéairement avec le pourcentage de PVAc. Pour faciliter l'analyse des données, le logiciel d'analyse statistique Statistica a été utilisé.

4.1.1. Analyse des données du rugosimètre par le logiciel Statistica

Afin de réaliser l'analyse dans Statistica, les variables de pourcentage de PVAc et de gradient de température doivent être transformées sous la forme d'un code. Les variables ont été codées selon le tableau suivant.

Tableau 4.2. Codage dans Statistica

Essai no	Pourcentage PVAc	Codage	Gradient	Codage
1	0	--	0	--
2	8	-+	5	-+
3	12	+ -	10	+ -
4	16	++	15	++
5	0	--	5	-+
6	8	-+	10	+ -
7	12	+ -	15	++
8	16	++	0	--
9	0	--	10	+ -
10	8	-+	15	++
11	12	+ -	0	--
12	16	++	5	-+
13	0	--	15	++
14	8	-+	0	--
15	12	+ -	5	-+
16	16	++	10	+ -

Les surfaces et les courbes de désirabilité suivantes montrent l'optimisation du fini de surface pour les 16 plaques mesurées.

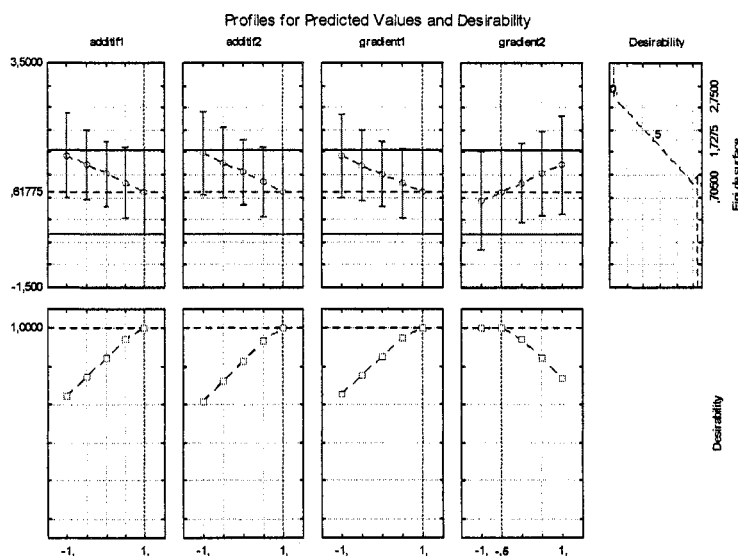


Figure 4.2. Courbes d'optimisation

Selon les courbes d'optimisation en figure 4.2., il est observé que le fini de surface minimum est obtenu pour un pourcentage de PVAc égal au code de +1, +1 et un gradient thermique égal au code de +1 et -0,5. Les courbes précédentes mettent en évidence qu'un pourcentage de PVAc égal à 16% semble donner le meilleur fini de surface puisque les valeurs +1 et +1 sont obtenues. Selon le codage établi au tableau VII, cela correspond à 16% de PVAc. En ce qui concerne le gradient, les valeurs de +1 et -0,5 sont obtenues. Ces valeurs correspondent à un gradient de température compris entre 10 et 15 degrés. Il est donc suggéré d'effectuer une nouvelle série d'essai afin de déterminer le gradient optimal.

Les figures 4.3. et 4.4. illustrent par des couleurs la région où le fini de surface est minimum.

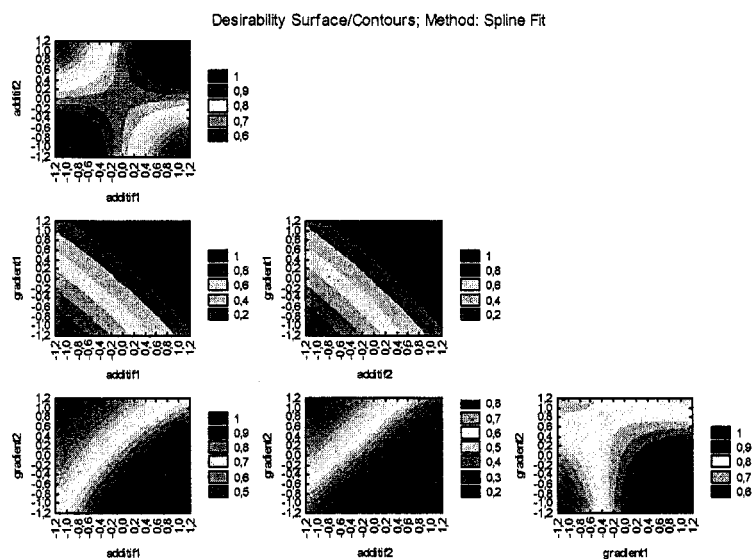


Figure 4.3. Courbe de désirabilité

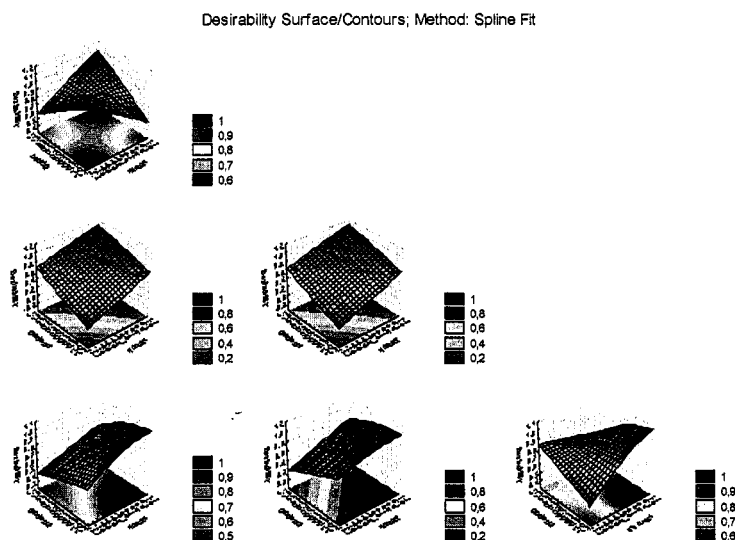


Figure 4.4. Surface de désirabilité

Une analyse statistique complète inclut l'analyse de la variance et l'analyse des résidus. Ces informations sont disponibles en Annexe F. Il est possible de conclure grâce aux

tableaux et graphiques de Statistica que la variance est constante et que les résidus sont normaux.

Suite à cette analyse, des essais avec 16 % en PVAc et différents degrés de gradient compris entre 10 et 15 degrés ont été effectués. Parallèlement, des plaques avec des pourcentages en PVAc de 14%, 15% et 17% pour un gradient thermique de 15 degrés Celsius ont été fabriquées et analysées. Les résultats du Ra des plaques mesurées au rugosimètre ont révélé les valeurs indiquées au tableau 4.3.

Tableau 4.3. Résultats Ra

PVAc (%)	Gradient de température (°C)	Résultats Ra (microns)		Rapport Ra plaque/ Ra moule
		Moyenne	Écart-type	
16	10	1.004	0.365	20
16	11	0.300	0.062	6
16	12	0.374	0.306	7
16	13	0.219	0.057	4
16	14	0.371	0.238	7
16	15	0.742	0.128	15
14	15	1.126	0.315	23
15	15	0.815	0.125	16
17	15	0.355	0.176	7

Il est remarqué au tableau 4.3. que la rugosité de la plaque à 17% de PVAc est plus faible que la rugosité de la plaque à 16% de PVAc pour des gradients de 15°C. Cependant, un pourcentage de PVAc plus élevé aura pour effet de diminuer le degré de conversion final selon Han et al. [14, 15,16]. Il est donc plus avantageux d'utiliser le pourcentage de PVAc le plus faible possible.

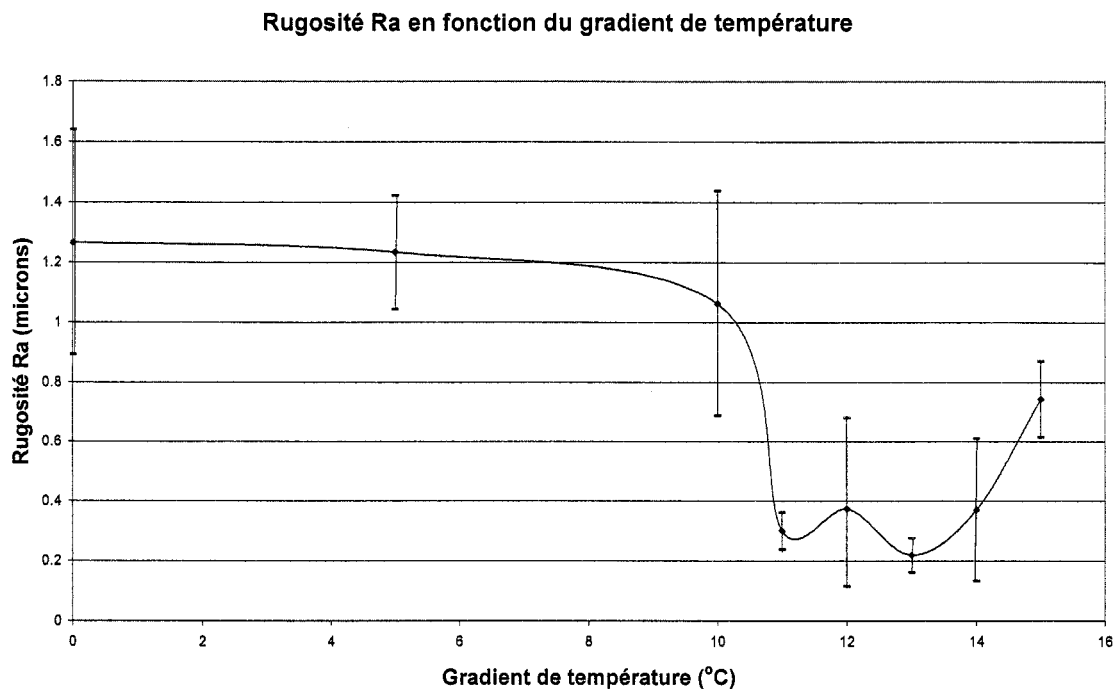


Figure 4.5. Ra en fonction du gradient de température

En tenant compte de l'écart-type, il est observé sur la figure 4.5. que les gradients de 11, 12, 13 et 14 degrés de gradient sont similaires. La valeur minimale est donnée pour un gradient de 13 degrés. Cependant, avec l'écart-type, il est possible que le gradient optimal soit de 12 ou de 14 degrés de gradient. Le fini de surface ayant la plus faible rugosité de surface serait donc obtenu pour un pourcentage de 16% PVAc et un gradient thermique de 13 degrés Celsius selon le tableau 4.3.

4.2. Résultats rhéologie

Les conditions d'opération du rhéomètre AR-2000 sont montrées en Annexe G. Des tests de rhéologie ont été effectués sur le polyester insaturé et sur le PVAc séparés. Puis, d'autres tests ont été effectués avec les mélanges de polyester insaturé et de PVAc. Afin de déterminer le caractère newtonien de chacun des constituants, un test de la viscosité en fonction du cisaillement a été réalisé. Dans le but de déterminer la viscosité de

chacun des constituants, des tests de balayage en temps ont été réalisés sur le polyester insaturé et sur le PVAc.

4.2.1. Le comportement rhéologique du polyester insaturé

Afin de déterminer si le polyester insaturé est un fluide de type Newtonien, un test de rhéologie a été effectué en fonction de la vitesse de cisaillement. La vitesse de cisaillement a été variée de 0.1 à 10 s^{-1} pour une durée de 15 minutes. Le graphique de l'évolution de la viscosité en fonction de la vitesse de cisaillement pour le polyester insaturé est montré en figure 4.6.

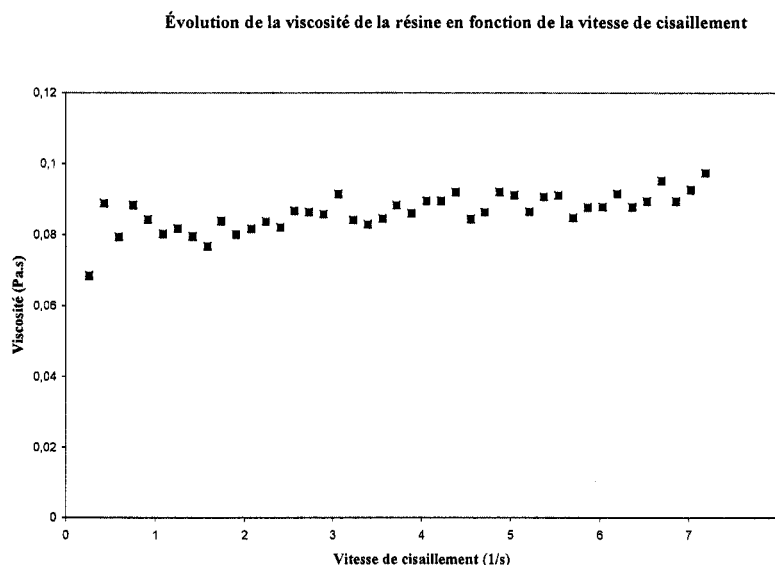


Figure 4.6. Caractère newtonien du polyester insaturé

Selon le graphique ci-haut, la viscosité est constante. Le polyester insaturé est donc un fluide newtonien. Une huile minéralisée a été utilisée pour empêcher l'évaporation du styrène pendant le test de rhéologie. La figure 4.7. présente la viscosité en fonction du

temps pour la résine de polyester insaturé avec et sans l'utilisation de l'huile minéralisée.

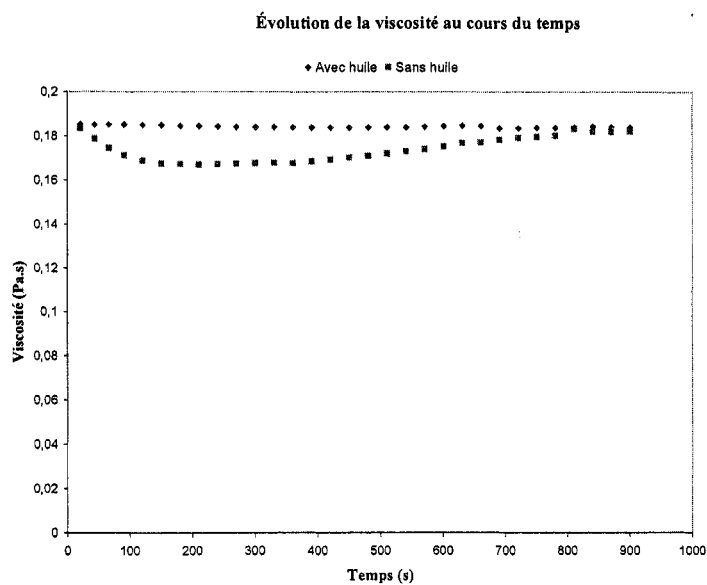


Figure 4.7. Évolution de la viscosité en fonction du temps

Il est observé que la présence de l'huile minéralisée empêche les variations de la viscosité due à l'évaporation de styrène. Suite à ces résultats, tous les tests ont été réalisés avec de l'huile minéralisée. Selon le graphique ci-haut, la viscosité du polyester insaturé est environ de 0.18. Quatre tests ont été effectués sur le polyester insaturé. Les résultats sont montrés au tableau 4.4.

Tableau 4.4. Viscosité du polyester insaturé

Test no	Viscosité moyenne (Pa.s)	Écart-type
1	0.1843	0.0005
2	0.1937	0.0129
3	0.1760	0.0042
4	0.1843	0.0005
Moyenne	0.1846	0.0045

Ces valeurs correspondent au premier lot de résine fourni par la compagnie AOC. Il a été observé lors de la fabrication que la viscosité du polyester insaturé change au cours des mois. La mesure de la viscosité du polyester insaturé du premier lot a été effectuée vers la fin du pot. Afin de comparer la viscosité du polyester insaturé au début de son utilisation, des mesures de viscosité ont été effectuées sur le nouveau lot de polyester insaturé. Les tests de rhéologie ont donné les résultats de viscosités suivants.

Tableau 4.5. Viscosité du polyester insaturé (2^e lot)

Test no	Viscosité moyenne (Pa.s)	Écart-type
1	0.0807	0.0018
2	0.0822	0.0035
3	0.0882	0.0028
4	0.0771	0.0015
Moyenne	0.0821	0.0024

Il est observé que le polyester insaturé du premier lot est de 0.18 et que la viscosité du deuxième lot est de 0.08. Cette différence de 0.1 Pa.s peut être expliquée par le fait que le styrène présent à 37% s'évapore avec le temps, cela a pour effet d'augmenter la concentration de polyester insaturé. Ainsi, le polyester insaturé devient de plus en plus visqueux après chaque utilisation. Le polyester insaturé ne se dégrade pas lors d'un chauffage en bain thermostaté. Un test de la viscosité en fonction du temps a été effectué à une température de 80°C afin de déterminer si le polyester insaturé se dégrade au cours du temps. La viscosité du polyester insaturé est constante dans le temps et aucun changement de couleur du liquide n'a été observé.

4.2.2. Le comportement rhéologique du polyacétate de vinyle

Un test de la variation de la vitesse de cisaillement a également été effectué sur le PVAc afin de déterminer son caractère newtonien. Les résultats sont présentés en figure 4.8.

Évolution de la viscosité du PVAc en fonction de la vitesse de cisaillement

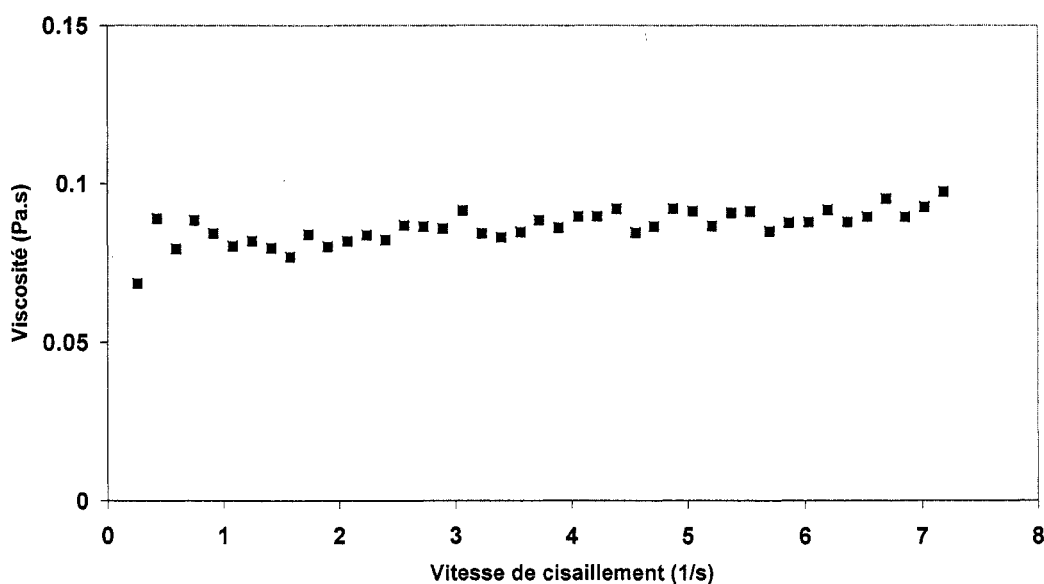


Figure 4.8. Viscosité en fonction du cisaillement

Il est observé une légère variation de 1 à 1.5 Pa.s. Étant donné que le test est effectué avec une géométrie de type cône-cylindre et que le PVAc est très visqueux, il est possible qu'il se forme des bulles dans le PVAc sous l'action de rotation du cylindre. Cela pourrait expliquer cette légère variation dans la viscosité. Le PVAc est considéré comme newtonien selon le graphique de la viscosité en fonction du cisaillement puisque sa viscosité est relativement constante.

Quatre tests de viscosité ont été réalisés sur le PVAc. Les résultats des valeurs de la viscosité du PVAc sont présentés au tableau 4.5.

Tableau 4.5. Viscosité en Pa.s du PVAc

Test no	Viscosité moyenne (Pa.s)	Écart-type
1	1.1865	0.0553
2	1.2097	0.0815
3	1.2168	0.0473
Moyenne	1.2043	0.0614

Dans le cas du PVAc, il n'y a pas eu la livraison d'un nouveau lot. Cependant, il est supposé que la viscosité du PVAc augmente avec le temps. Étant donné que le PVAc est dilué dans une solution de styrène tout comme le polyester insaturé, l'augmentation de la concentration en PVAc est probablement causée par l'évaporation du styrène lors de chaque utilisation du fluide. Il est possible que l'huile minéralisée ne soit pas aussi efficace avec le PVAc comparativement au polyester insaturé. De plus, il a été observé que le PVAc subit une dégradation au cours du temps. Selon une observation visuelle, la couleur du PVAc change après 30 minutes de chauffage dans un bain thermostaté à 60°C.

4.2.3. Rhéologie des mélanges de polymères

Des tests de rhéologie sur des mélanges entre le polyester insaturé et le PVAc ont été réalisés. Les concentrations de 8%, 12% et 16% en PVAc ont été mesurées pour les deux lots de polyester insaturé. Les résultats de viscosité sont présentés au tableau 4.6.

Tableau 4.6. Viscosité en Pa.s des mélanges de polymères

	1 ^{er} lot		2 ^e lot	
	Moyenne	Écart-type	Moyenne	Écart-type
Polyester insaturé	0.1846	0.0614	0.0821	0.0024
8% PVAc	0.2925	0.0234	0.1268	0.0034
12% PVAc	0.3265	0.0230	0.1401	0.0061
16% PVAc	0.3797	0.0360	0.1650	0.0095

Les mesures sur les mélanges de polymères ont été réalisées avec le polyester insaturé du premier lot et le polyester insaturé du 2^e lot. Il est observé d'après les résultats du tableau 4.6. qu'il existe une différence de 0.1 sur le polyester insaturé. En ce qui concerne les mélanges de polymères, les différences sont également importantes. Pour le mélange avec 8% PVAc, il est noté une différence d'environ 0,16 Pa.s. Pour le mélange avec 12% PVAc, il y a une différence de 0,19 Pa.s. À 16% PVAc, il y a une différence d'environ 0,21 Pa.s. Il a été constaté que tous les mélanges sont newtoniens. Cette observation a également été faite par Han et al. en 1983. Des tests sur des mélanges variant de 5 à 20% en concentration de PVAc ont été effectués. Les résultats sont présentés à la figure 4.9.

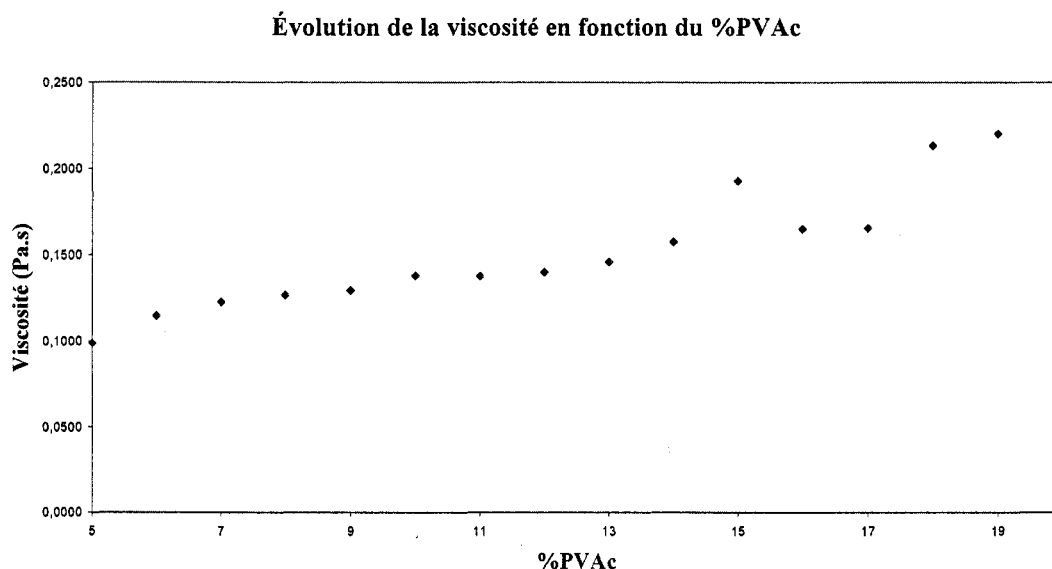


Figure 4.9. Viscosité en fonction du pourcentage de PVAc

Il est observé que la viscosité du mélange croît avec l'augmentation du pourcentage de PVAc. De plus, entre 14% et 16% PVAc, il se produit une variation de la viscosité. Également, vers 18% PVAc, la viscosité change brusquement. Il est possible que cette variation de viscosité soit reliée à un changement de la microstructure.

4.2.4. Relation entre la viscosité et la rugosité

Les tests de viscosité sur le polyester insaturé ont montré une différence importante de la viscosité quant à l'utilisation du polyester insaturé dans le temps. En comparant les résultats de viscosité avec les résultats de rugosité, il est observé que la rugosité de surface ne semble pas être affectée par une différence de 0,22 Pa.s sur la viscosité du polyester insaturé.

Le tableau 4.7. présente les résultats de rugosité et de viscosité pour quelques plaques.

Tableau 4.7. Comparaison rugosité et viscosité

Lot de résine	Pourcentage de PVAc	Rugosité Ra (microns)	Viscosité (Pa.s)
1	16	0.742 ± 0.128	0,380
2	16	0.454 ± 0.119	0,165

Le graphique suivant illustre l'évolution de la rugosité et de la viscosité en fonction du pourcentage de PVAc. Les résultats du graphique en figure 4.10 correspondent au tableau 4.7 pour le lot de résine 2.

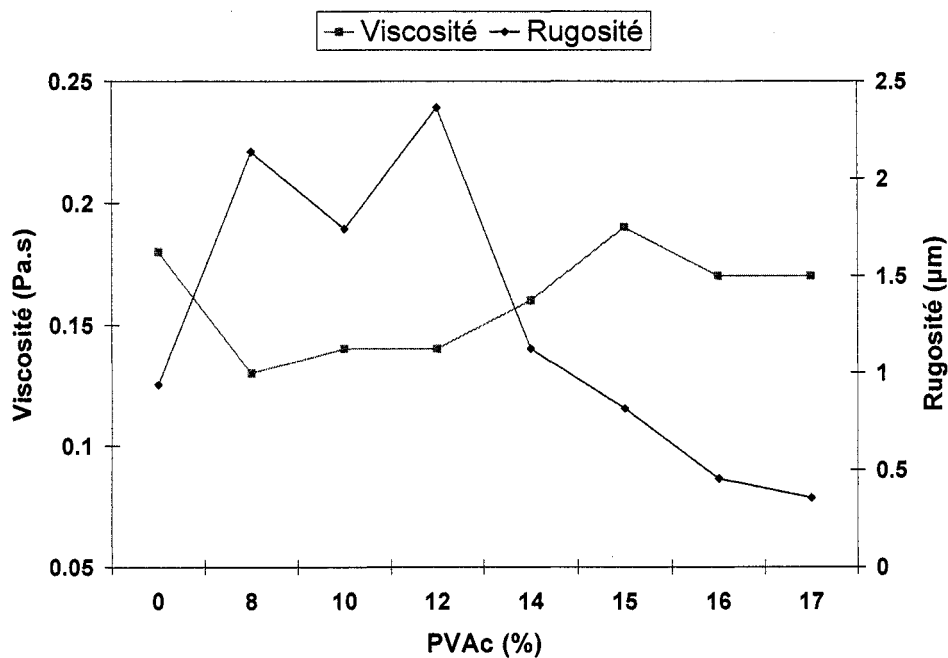


Figure 4.10. Comparaison de la viscosité et de la rugosité

Le graphique ci-haut met en évidence une chute de la rugosité vers 14% de PVAc. Également, c'est à ce pourcentage que la viscosité commence à augmenter. L'étude morphologique permettra peut-être d'expliquer ce changement de rugosité et de viscosité simultanée.

Les ratios de viscosité peuvent être comparés au rapport de rugosité. Le rapport de rugosité le plus faible obtenu avec le premier lot de polyester insaturé correspond à un rapport de 15 pour la rugosité. Le rapport de viscosité est également de 15. En ce qui concerne le deuxième lot, le rapport de viscosité est de 6,7 et le rapport de rugosité se situe entre 4 et 6 pour les plaques fabriquées avec le deuxième pot de polyester insaturé. Il semblerait que le rapport de viscosité soit similaire au rapport de rugosité.

4.3. Résultats au microscope électronique à balayage

Les plaques fabriquées et analysées au rugosimètre ont été observées à l'aide d'un microscope électronique à balayage. Un échantillon par plaque a été photographié du côté lisse et du côté rugueux. La variation de la morphologie en fonction du pourcentage de PVAc pour un gradient thermique de 15 degrés est illustrée sur les photos 4.11. à 4.17.

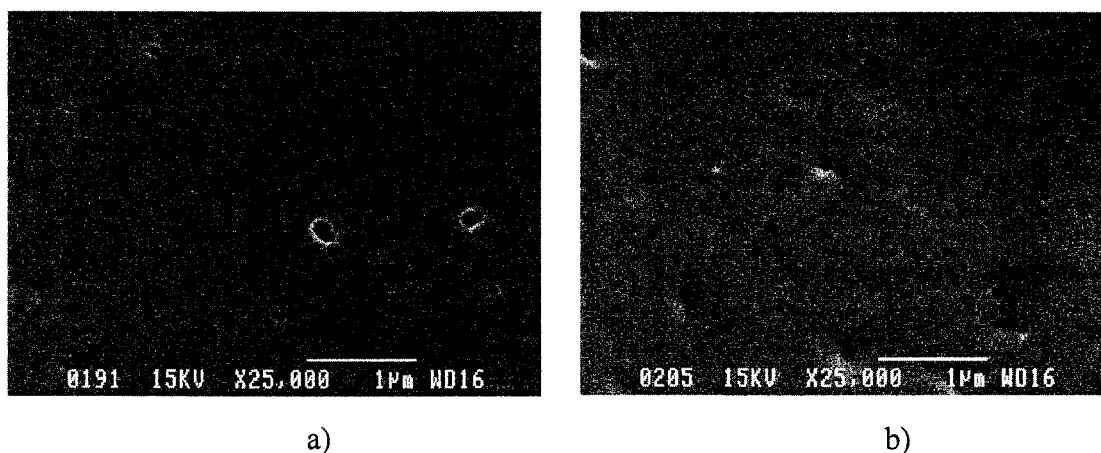


Figure 4.11. Plaque 0%-15°C
(a : côté rugueux, b : côté lisse)

Sur les photos 4.11.a et 4.11.b, la microstructure possède quelques porosités. Sur la photo 4.12.a, des microfissures sont présentes tandis que sur la photo 4.12.b, des porosités sont observées. Sur les figures suivantes, pour un pourcentage de PVAc de 12%, de nombreuses porosités et fissures sont notées sur les deux surfaces de la plaque. Il semble que le nombre de porosités et de fissures soit moins important du côté lisse de la plaque.

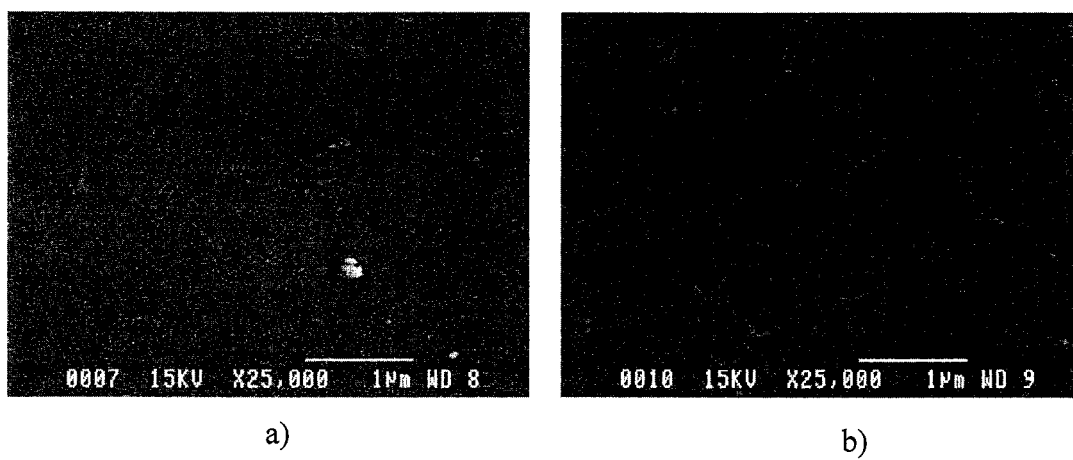


Figure 4.12. Plaque 8%-15°C
(a : côté rugueux, b : côté lisse)

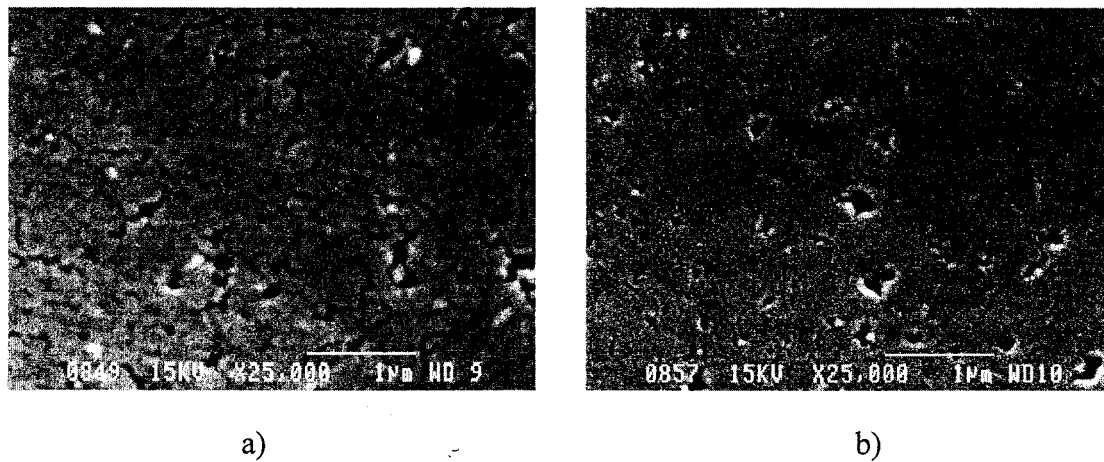


Figure 4.13. Plaque 12%-15°C
(a : côté rugueux, b : côté lisse)

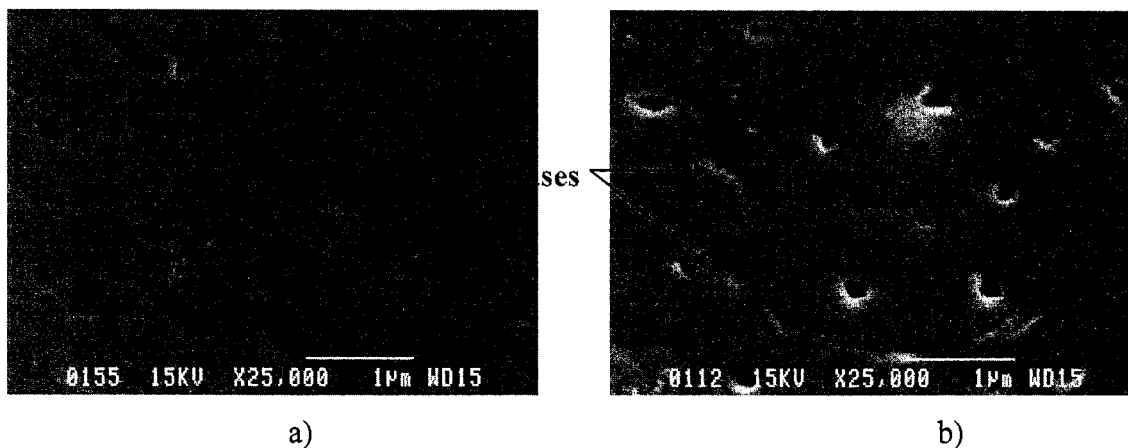


Figure 4.14. Plaque 15%-15°C

(a: côté rugueux, b : côté lisse)

Sur la figure 4.14.b, les porosités semblent caractéristiques de la surface lisse de la plaque. De plus, des phases creuses dans la microstructure sont observées. Ces phases sont présentes sur la surface lisse de la plaque avec 16% de PVAc (figure 4.14.b).

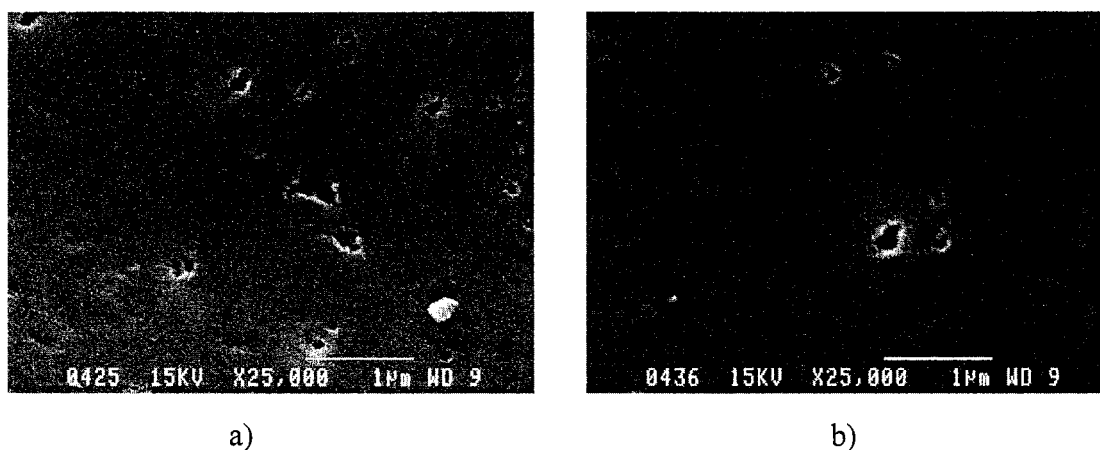


Figure 4.15. Plaque 16%-15°C

(a: côté rugueux, b : côté lisse)

Sur la figure 4.15.a et 4.15.b, les phases creuses sont présentes. Il est noté de petites particules d'alumine de taille 0,05 microns sur les deux surfaces observées. Ces particules proviennent du polissage.

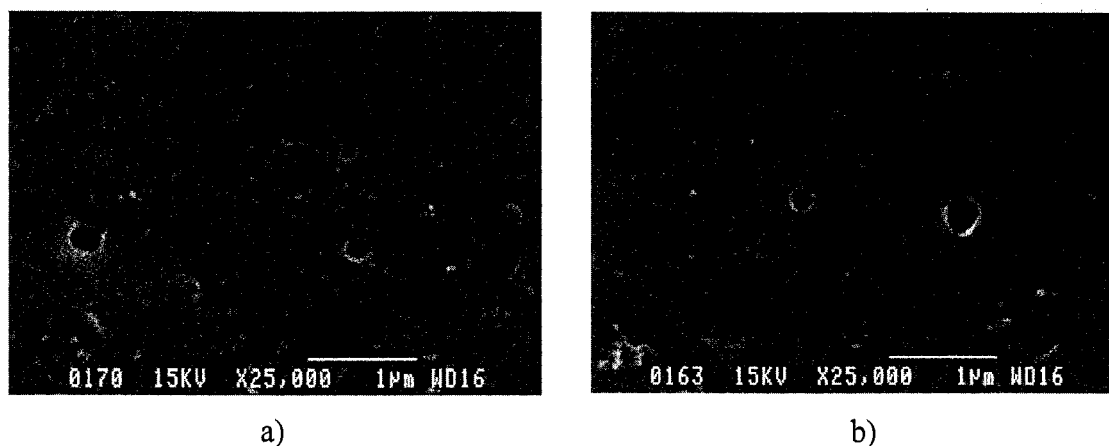


Figure 4.16. Plaque 17%-15°C

(a: côté rugueux, b : côté lisse)

Il semble se produire un phénomène autour de 8% PVAc et 12% PVAc puisque des porosités et des fissures apparaissent de façon importante. Également, vers 15% de PVAc, des phases creuses apparaissent dans la microstructure. Quelques porosités sont présentes dans les échantillons à partir de 15% PVAc. Selon la littérature du chapitre 2, à 8% de PVAc, une séparation des phases est observée sur la microstructure. Selon l'évaluation des échantillons des plaques à 8% de PVAc, aucune phase secondaire n'est observée à ce pourcentage. En ce qui concerne l'apparition des phases creuses vers 15% de PVAc, il est mentionné dans la littérature que vers un pourcentage de 16% en PVAc, il se produit une inversion des phases. Dans le cas présent, une inversion de phases est peu probable. Seul l'apparition d'une phase secondaire est notée.

La seconde partie de l'étude morphologique porte sur l'évolution de la morphologie pour les plaques avec un pourcentage de 16% PVAc et pour les gradients de 0, 5, 10, 11, 12, 13, 14 et 15 degrés. Le pourcentage de 16% de PVAc a été choisi puisque cette valeur minimise la rugosité de surface selon l'étude statistique effectuée précédemment.

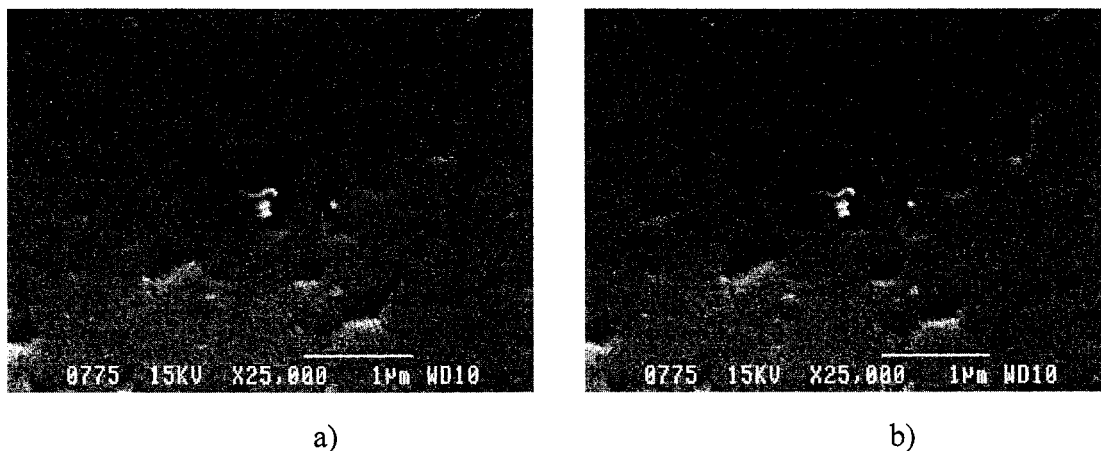


Figure 4.17. Plaque 16%-0°C

(a: côté rugueux, b : côté lisse)

Il est observé sur les figures ci-haut que des phases creuses sont présentes. Des microfissures sont remarquées dans l'ensemble de la microstructure pour ce gradient thermique. Pour un gradient thermique de 5°C, les microfissures semblent être plus prononcées. Elles sont présentes dans l'ensemble de l'échantillon. Les phases creuses sont plus difficiles à observer sur cet échantillon. Elles sont présentes mais de façon moins importante que dans l'échantillon à 0 degrés de gradient.

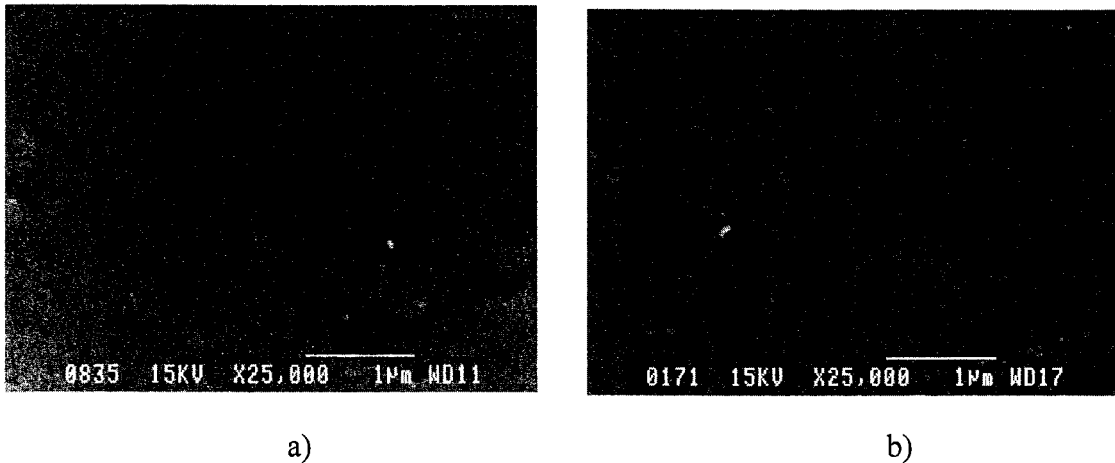


Figure 4.18. Plaque 16%-5°C
(a: côté rugueux, b : côté lisse)

Une micrographie à 50 000X a permis d'observer plus en détail les microfissures présentes dans l'échantillon de 16% et 5 degrés Celsius de gradient thermique.

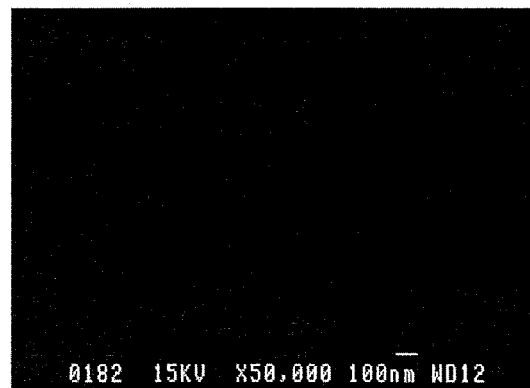


Figure 4.19. Plaque 16% - 5°C, microfissures

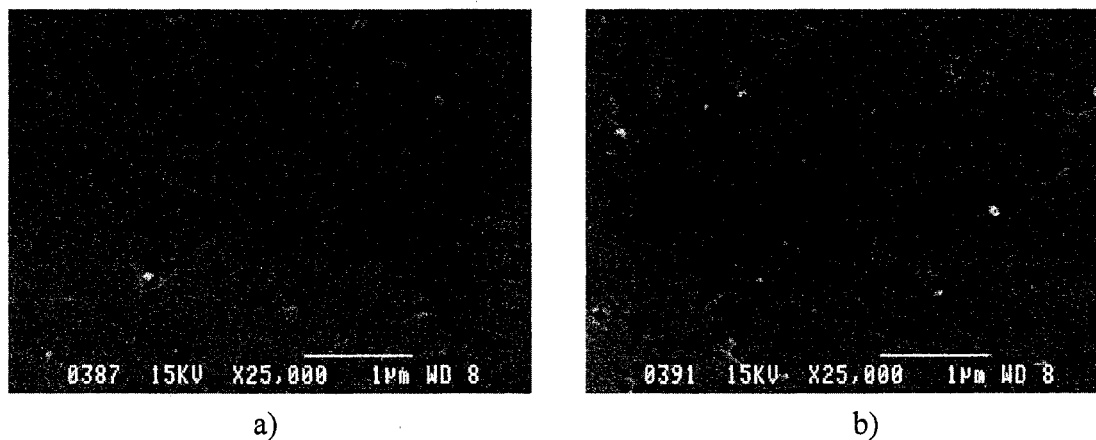


Figure 4.20. Plaque 16%-10°C

(a: côté rugueux, b : côté lisse)

Avec un gradient de 10 degrés, les microfissures s'atténuent et les phases creuses sont présentes.

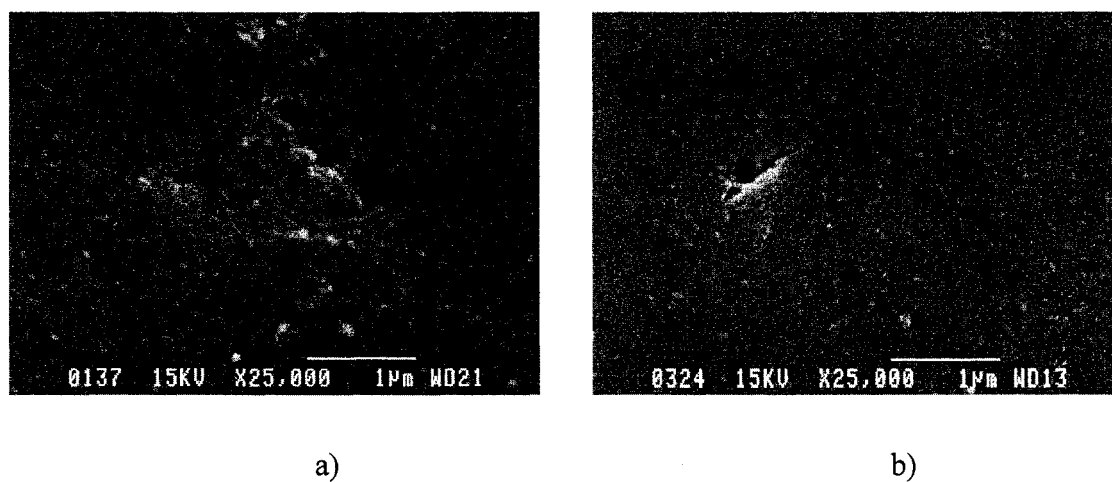


Figure 4.21. Plaque 16%-11°C

(a: côté rugueux, b : côté lisse)

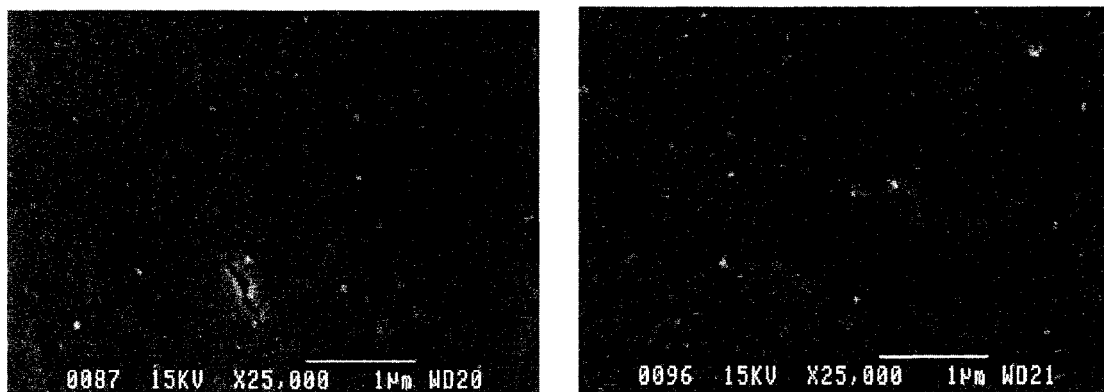
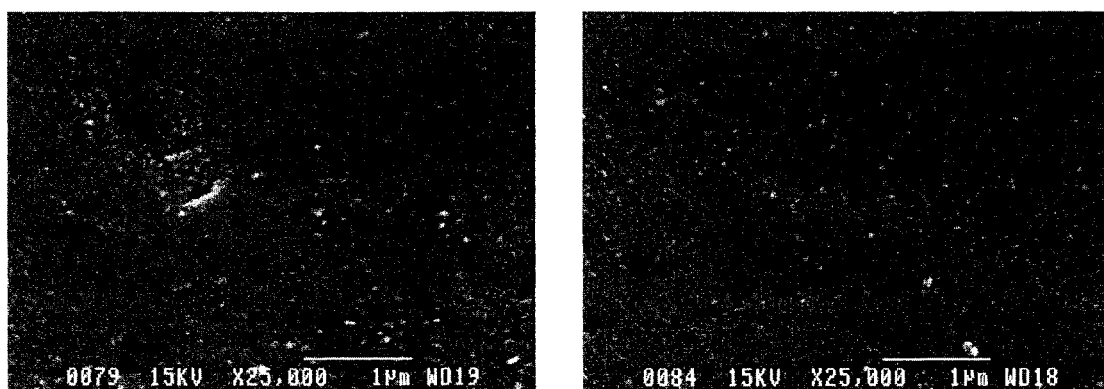


Figure 4.22. Plaque 16%-12°C

(a: côté rugueux, b : côté lisse)

Pour un gradient de 11 degrés, les phases creusent ne sont pas observées. Quelques porosités du côté de la surface rugueuse de la plaque sont notées. En ce qui attrait à la plaque avec 12 degrés de gradient, les phases creuses sont présentes et davantage du côté lisse de la plaque. Ces observations sont également remarquées pour l'échantillon avec 13 degrés de gradient.

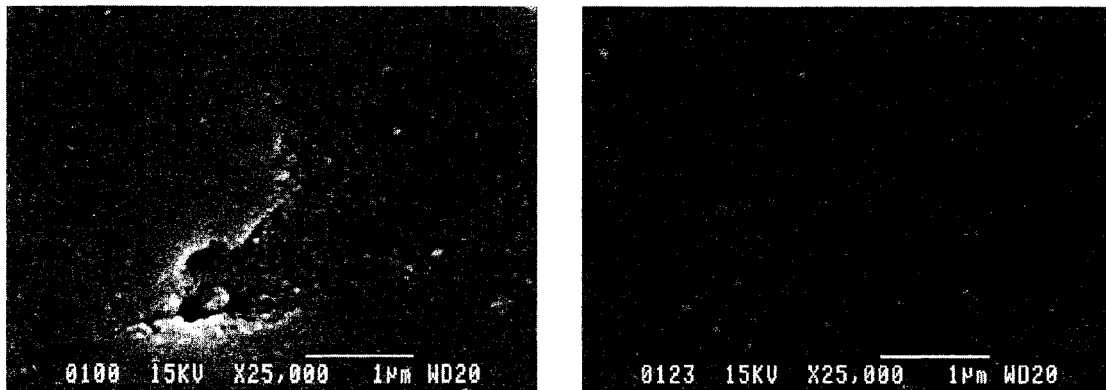


a)

b)

Figure 4.23. Plaque 16%-13°C

(a: côté rugueux, b : côté lisse)



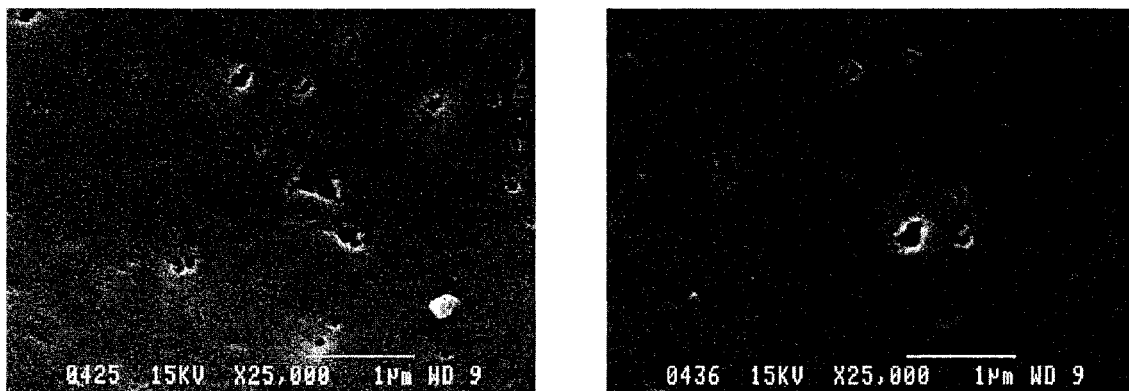
a)

b)

Figure 4.24. Plaque 16%-14°C

(a: côté rugueux, b : côté lisse)

L'échantillon avec 14 degrés de gradient n'est pas constant des deux côtés de la plaque. Des porosités visibles à l'œil nu sont observées sur le côté rugueux de la plaque. Le fini de surface du côté lisse donne un Ra de faible rugosité. Cependant, le fini de surface du côté rugueux présente de grandes porosités visibles à l'œil nu.



a)

b)

Figure 4.25. Plaque 16%-15°C

(a: côté rugueux, b : côté lisse)

L'échantillon avec un gradient de 15 degrés possède une microstructure avec de faibles porosités du côté lisse de la plaque. Les phases creuses sont également observées des deux côtés de la plaque.

Il semblerait que la faible rugosité de surface soit associée à un pourcentage de PVAc au-dessus de 15% et à un gradient variant entre 10 et 15 degrés. Sur ces échantillons, quelques porosités sont observées. Aucune microfissure n'a été notée. Des phases creuses sont remarquées sur la plupart des échantillons ayant une faible rugosité de surface. Les deux côtés des échantillons ont une apparence lisse. Cependant, le côté rugueux est toujours moins esthétique. Visuellement, il a été observé une mince couche transparente en surface du côté lisse. Cette couche est présente sur toutes les plaques fabriquées. Les analyses au FTIR permettront d'identifier cette couche.

Il est évident que la méthode de préparation pour l'observation au microscope électronique à balayage n'est pas idéale. La présence de raies de polissage et de particules d'alumine provenant du polissage de précision n'est pas désirable pour observer correctement la morphologie des plaques. Plusieurs méthodes ont été testées pour la préparation des plaques telles que la microtomie et la rupture fragile. Les deux méthodes ont été sans succès puisque les fibres à l'intérieur de l'échantillon rendent la microtomie et la rupture fragile impossibles. Il faudra trouver pour des travaux futurs une méthode plus adéquate et moins laborieuse.

4.3.1. Relation entre la morphologie et la rhéologie

Il a été démontré dans la section 4.2. que plus la viscosité du mélange de polyester insaturé, styrène et PVAc augmente avec la concentration en PVAc. Également, il a été observé une diminution de la rugosité et une augmentation importante de la viscosité à partir de 14% de PVAc. D'après l'étude morphologique effectuée sur les plaques fabriquées, à 15% de PVAc, il y a formation d'une phase secondaire dans la microstructure. Cette phase correspond à une augmentation importante de la viscosité. Il est supposé que la séparation des phases se produit pour un pourcentage de PVAc au-dessus de 14%. Ce phénomène expliquerait l'augmentation de la viscosité et la diminution de la rugosité observée. Afin de confirmer qu'il s'agit de la séparation des phases et non de l'inversion des phases, une analyse spectroscopique infrarouge à transformation de Fourier a été réalisée. Il s'agit de déterminer la composition sur la surface lisse de l'échantillon. Si les phases mineures retrouvées correspondent au PVAc, le spectre devrait indiquer une présence majoritaire de résine de polyester insaturé avec du styrène.

4.4. Résultats de la spectroscopie infrarouge à transformation de Fourier

Pour analyser les spectres mesurés par le FTIR en mode photoacoustique, un logiciel d'analyse est nécessaire. La compagnie Digilab a conçu le logiciel Win -IR Pro qui permet de déterminer les composés chimiques dans chaque couche par des angles de déphasage.

Deux échantillons ont été analysés au FTIR. Il s'agit d'un échantillon de 0% PVAc à 15 degrés de gradient thermique. C'est donc un échantillon qui contient uniquement du polyester insaturé et du styrène. Le second échantillon analysé est celui qui donne le meilleur fini de surface selon les résultats au rugosimètre soit 16% de PVAc et 15 degrés de gradient thermique. Les résultats ont révélé la présence de styrène en plus grande quantité dans l'échantillon avec 16% PVAc. Cette information a été obtenue en faisant la soustraction du spectre de l'échantillon avec 16% PVAc moins le spectre de l'échantillon sans PVAc. En réalisant cette soustraction, il y a du styrène qui reste sur le spectre. Également, il a été observé la présence de groupement OH. Il est fort probable que ces groupements soient présents étant donné que l'échantillon est coupé avec une scie à diamant et de l'eau. Comme le PVAc a tendance à absorber l'eau, il est justifié d'en retrouver une faible quantité dans l'analyse.

Les fréquences utilisées pour les analyses sont de 200 Hz, 600 Hz, 1000 Hz, 1,4 kHz et 1,8 kHz. Les spectres de l'intensité photoacoustique en fonction du numéro d'onde mesurés par le FTIR pour les différentes fréquences étudiées sont illustrés à la figure 4.26.

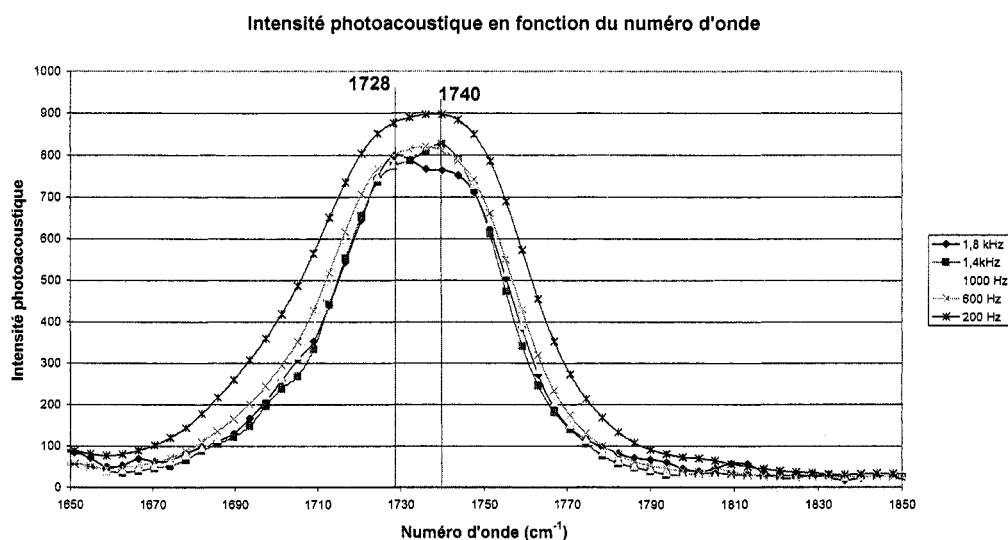


Figure 4.26. Spectre de l'intensité photoacoustique en fonction du numéro d'onde.

À l'aide de ces fréquences, il a été possible d'identifier un groupement esther $C = O$ qui proviendrait du polyester insaturé. Ce groupement dans un polyester correspond à un numéro d'onde au environ de 1730 cm^{-1} . Selon le graphique ci-dessus, il est observé que pour les fréquences étudiées, le numéro d'onde est de 1728 cm^{-1} . Également, un groupement acétate $C = O$ associé au polyacétate de vinyle a été trouvé comme un groupement avec un numéro d'onde de 1740 cm^{-1} . Selon le graphique à la Figure 4.26, il est possible de constater la présence d'un pic d'intensité à ce numéro d'onde pour les fréquences étudiées. Ces numéros d'ondes correspondent à des angles de déphasage qui permettent d'identifier dans quelles couches les composés se retrouvent. Pour le groupement esther provenant du polyester insaturé, l'angle de déphasage associé au numéro d'onde 1730 cm^{-1} est de 99 degrés. Pour le groupement acétate provenant du polyacétate de vinyle, le numéro d'onde de 1740 cm^{-1} , l'angle de déphasage est de 100 degrés. Le graphique à la figure 4.27. illustre les angles de déphasage pour le groupement esther et l'acétate.

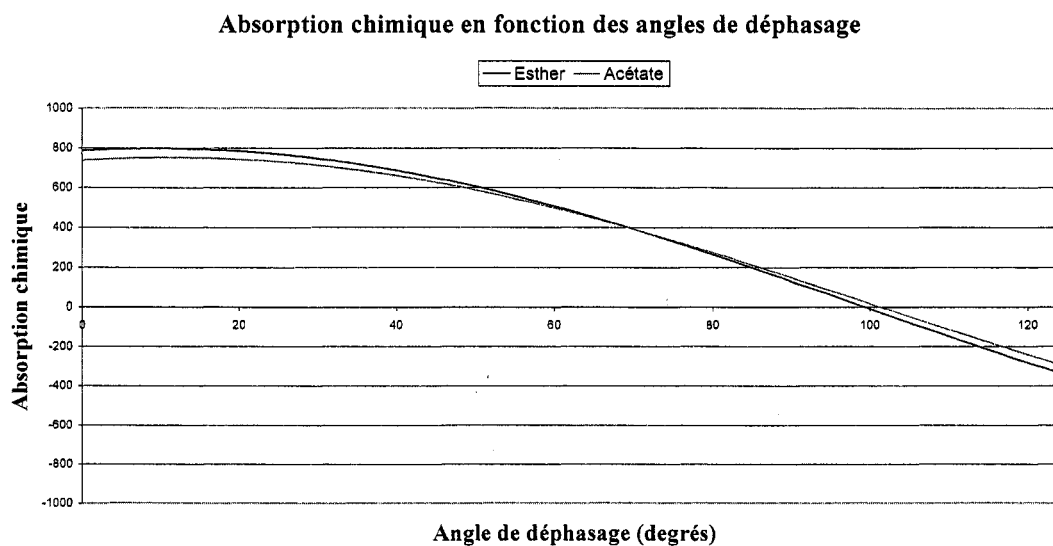


Figure 4.27. Angle de déphasage

Il est observé à la Figure 4.27. que le groupement ester correspondant à un angle de déphasage plus petit que le groupement acétate. Les petits angles de déphasage sont plus proches de la surface à cause de la réflexion de la lumière qui est plus rapide. Selon les données du graphique, il existe une différence d'un seul degré entre les deux groupements. Cela signifie que la couche en surface est très mince. Il s'agirait d'une couche de moins de 2 microns. Un autre groupement a été identifié sur les spectres, il s'agit du groupement C-H provenant du styrène. Son numéro d'onde est compris entre 3000 et 3100 cm^{-1} .

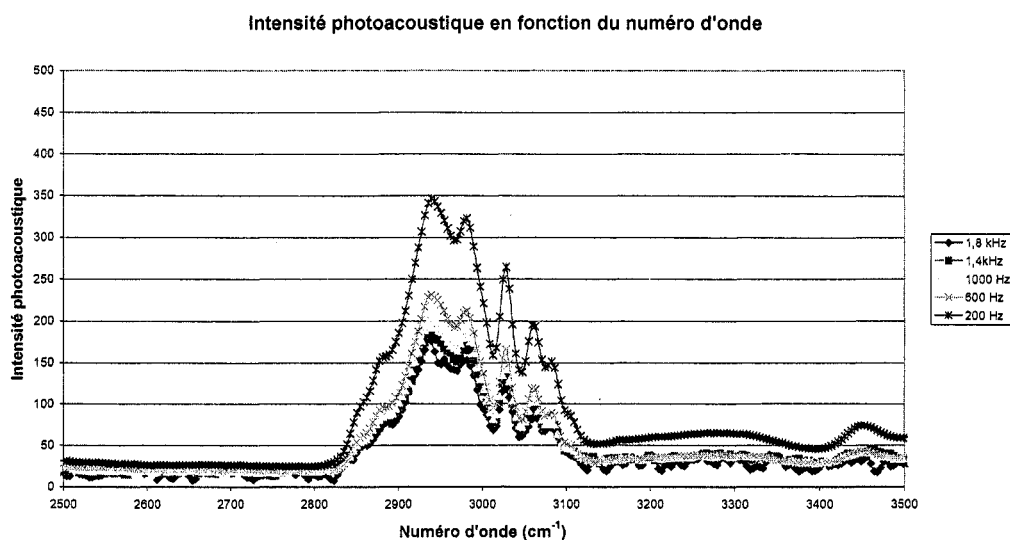


Figure 4.28. Identification du groupement styrene

Selon le graphique à la figure 4.28., les pics de styrene sont présents à toutes les fréquences analysées ce qui signifie que le styrene est présent dans toutes les couches sur une profondeur de 13 microns. D'après la hauteur des pics, il serait constant dans la profondeur de l'échantillon évaluée. Il est possible que certaines molécules de styrene n'aient pas réagi et donc elles vont se volatiliser lors de l'analyse au FTIR.

Selon les résultats du FTIR, il est supposé que la molécule qui interagit le plus favorablement avec l'environnement est le polyester insaturé dans le cas de la surface lisse. Cette molécule va avoir tendance à aller vers l'environnement extérieur tandis que le PVAc aura tendance à aller vers l'intérieur. Ces résultats permettent de supposer la présence du polyester insaturé polymérisé avec le styrene sous la forme d'une fine couche de moins de 2 microns en surface. Sous cette couche de 2 microns, l'échantillon est composé du mélange de polyester insaturé polymérisé avec le styrene et le polyacétate de vinyle.

Selon les spectres obtenus pour les surfaces rugueuses, le styrène et le polyester insaturé seraient présents en surface. Le PVAc se retrouve sous la couche du polyester et du styrène. Sur la surface lisse de l'échantillon, le polyester insaturé est la molécule la plus en surface. Du côté rugueux, le styrène est la molécule la plus près de la surface.

4.4.1. Analyse des résultats du FTIR

Le PVAc est sous forme de polymère et non de monomère. Étant donné son poids moléculaire élevé en solution soit 42 000g/mol, les chaînes de PVAc sont probablement longues. Les chaînes de styrène sont petites étant donné son faible poids moléculaire soit 104 g/mol. Il est supposé que le PVAc va entremêler ses chaînes les unes avec les autres et pénétrer le réseau tridimensionnel formé par le polyester insaturé et le styrène. Il est peu probable qu'il réagisse avec le styrène étant donné ses longues chaînes. Selon les résultats du rugosimètre, pour l'échantillon de la plaque à 0% PVAc et 15 degrés de gradient, le $R_a = 0,940 \pm 0,234$. Tandis que pour la plaque à 16% PVAc et 15 degrés de gradient, le $R_a = 0,742 \pm 0,128$. Ces résultats permettent de confirmer la présence de la même couche en surface dans le cas des deux plaques. Il est fort possible que la couche de polyester insaturé polymérisé avec le styrène se retrouve en surface. Cette couche aurait pour effet de donner un bon fini de surface. La présence du polyacétate de vinyle diminue le pourcentage de retrait selon les informations obtenues dans la littérature. Le PVAc donne une couleur blanchâtre à la plaque. Il semblerait que le polyacétate de vinyle ne serait pas responsable d'un meilleur fini de surface puisque les valeurs de R_a pour les deux plaques sont très rapprochées. Étant donné les résultats obtenus, il est possible de conclure qu'il se produit une séparation des phases étant donné que le PVAc ne semble pas réagir avec le polyester insaturé. S'ils avaient réagi ensemble, le PVAc aurait été retrouvé dans la couche en surface de la plaque. Il est donc supposé que le PVAc et le polyester insaturé deviennent immiscibles lors de la réaction de polymérisation. La réaction de polymérisation se produira seulement entre la résine de

polyester et le styrène puisque le PVAc a commencé sa dégradation une fois que le mélange est injecté dans le moule thermique.

En conclusion, le FTIR s'avère un outil précis dans l'analyse des polymères. Cependant, il ne faut pas oublier que les trois polymères étudiés possèdent des éléments similaires soient le carbone, le styrène et l'hydrogène. De plus, la couche en surface est très mince, de l'ordre de 2 microns. Pour confirmer les résultats obtenus avec cette méthode, des analyses de spectroscopie à rayons X (XPS) seraient appropriées pour des travaux futurs.

DISCUSSION

La rugosité de surface

La planification d'expériences a permis d'optimiser les paramètres d'opération afin d'obtenir un fini de surface de faible rugosité. Le pourcentage de PVAc optimal déterminé par le logiciel Statistica est de 16%. Le gradient de température optimal se situe aux environs de 12 et 13 degrés Celsius de gradient thermique. Un rapport a été établi pour quantifier la rugosité de surface. Le rapport idéal serait de 1 puisque la surface du moule d'aluminium serait identique à la surface de la pièce fabriquée. Cependant, selon les résultats obtenus, pour un pourcentage de 16% de PVAc et un gradient thermique de 12 ou 13 degrés Celsius, le rapport est de 4,4 et de 6,1 respectivement. Ces rapports sont les plus faibles qu'il a été possible d'obtenir pour les valeurs de gradient thermique et de pourcentage de PVAc étudiés.

La rhéologie

Il a été démontré que le polyester insaturé dilué dans le styrène et le PVAc dilué dans le styrène également sont newtoniens, que le mélange de ces deux fluides est newtonien et homogène avant l'injection. La viscosité initiale est donc constante en fonction de la vitesse de cisaillement qui augmente. Une valeur de viscosité initiale de 0,08 Pa.s a été trouvée pour la viscosité du polyester insaturé du nouveau lot et une valeur initiale de 0,18 Pa.s a été mesurée pour la viscosité de l'ancien pot de polyester insaturé. En ce qui concerne le PVAc, la valeur initiale mesurée est de 1,2 Pa.s. Le rapport de viscosité initiale est donc de 15 si la viscosité du polyester insaturé est de 0,08 et il est de 6,7 si elle est de 0,18 Pa.s. Il a été observé que la viscosité initiale du mélange croît avec le pourcentage de PVAc qui augmente. Aux environs de 15% PVAc, il est noté une croissance importante de la viscosité. La viscosité initiale diminue ensuite pour 16% et

17% de PVAc avant de reprendre une pente croissante jusqu'à 20% de PVAc. La valeur de 20% de PVAc est la valeur maximale étudiée pour la viscosité initiale.

Relation rugosité-rhéologie

En mettant en relation la rhéologie et la rugosité en fonction du pourcentage de PVAc, il est remarqué que la viscosité initiale du mélange de polyester insaturé, styrène et PVAc augmente drastiquement lorsque la rugosité diminue de façon importante. Cela est observé pour un pourcentage de PVAc aux environs de 15%. Également, il semblerait que le rapport de viscosité initiale est identique au rapport de rugosité. En effet, le rapport le plus faible obtenu avec le premier lot de résine correspond à un rapport de 15 pour la rugosité et pour la viscosité initiale. En ce qui concerne le deuxième lot de résine, le rapport de viscosité initiale est de 6,7 et le rapport de rugosité se situe entre 4 et 6 pour les plaques fabriquées avec le deuxième pot de résine. Il est probable que le rapport de la viscosité initiale soit relié au rapport de rugosité. L'écoulement de la résine à l'intérieur du moule et la vitesse à laquelle les fibres sont mouillées par le mélange de polymères peuvent influencer le fini de surface. Lorsque l'injection commence, le mélange commence à mouiller les fibres et à être en contact avec les surfaces chaudes du moule. Il en résulte une solidification plus rapide du mélange de polymères en surface du moule dû à l'effet de la chaleur.

La morphologie

Il semble avoir beaucoup de porosités et de fissures dans les échantillons contenant moins de 15% en PVAc. Le côté rugueux et le côté lisse sont observables à l'œil nu. Morphologiquement, il est noté une plus faible quantité de porosités et de fissures du côté lisse. Il semblerait aussi qu'il y ait apparition d'une seconde phase à partir de 15% en PVAc et ce sur les deux côtés de la plaque. Il est possible que cela soit du styrène en

excès ou encore une phase dispersée de PVAc qui est le constituant mineur du mélange. Dans le cas où la seconde phase est du PVAc, la matrice serait composée du polyester insaturé et du styrène. Cette observation serait concordante avec la théorie de Li et al. qui ont établi un plateau pour lequel le PVAc est efficace pour la compensation du retrait. Dans le cadre de cette étude, il existerait un plateau pour lequel le PVAc permet d'obtenir un fini de surface de faible rugosité. Selon les micrographies du MEB, la morphologie observée est une matrice avec phase dispersée. Les zones de PVAc sont très petites et elles sont visibles à un grossissement de 25 000X. Il est donc impossible de faire une analyse chimique par rayons X (EDX). Également, les trois polymères sont composés des mêmes éléments, il serait donc difficile de les identifier par cette méthode. Le gradient thermique a une influence sur les résultats de la rugosité de surface. Cependant, il est difficile de noter une différence au niveau morphologique. En surface des échantillons, il existe une couche très fine observable à l'œil nu, elle est différente du reste de l'échantillon. Afin de déterminer la composition de cette couche et de connaître l'arrangement moléculaire à l'intérieur des échantillons, des tests de FTIR ont été effectués.

La spectroscopie infrarouge à transformation de Fourier

Les tests effectués sur des échantillons avec 16% de PVAc et 0% de PVAc pour un gradient de 15 degrés ont révélé la présence du polyester insaturé et du styrène en surface. Ces deux éléments formeraient une couche mince de moins de 2 microns. Le côté rugueux et le côté lisse des échantillons ont été mesurés. Il est possible que ce phénomène soit causé par l'effet Soret, la molécule la plus légère aura tendance à aller sur la surface la plus chaude. Ce phénomène de diffusion thermique a été couramment observé dans les mélanges de polymères. Si ce phénomène se produit lorsqu'un gradient thermique est imposé, les molécules les plus légères telles que le polyester insaturé (2300 g/mol) et le styrène (104 g/mol) devraient se retrouver en surface. Tandis que les molécules de PVAc (42000 g/mol) devraient se retrouver sous la surface. Par contre, le

temps d'injection et le temps de polymérisation sont rapides pour que la diffusion thermique par effet Soret se produise. Une autre possibilité est que le polyester insaturé qui est moins visqueux que le PVAc encapsule ce dernier dans le but de diminuer sa dispersion énergétique [9].

Il a été découvert grâce aux spectres de FTIR que la fine couche en surface serait composée de styrène et de polyester insaturé polymérisé. La surface rugueuse serait composée de styrène et de polyester insaturé également. Le styrène serait le premier constituant en surface du côté rugueux et le polyester serait le premier constituant en surface dans le cas du côté lisse des échantillons. Ce phénomène pourrait être expliqué par un effet Soret négatif ou par le phénomène d'encapsulation. Quelques exceptions dans les mélanges de polymères ont été découvertes quant à l'effet Soret [10]. Dans le cas étudié, la molécule la plus lourde va sur la surface la plus chaude tandis que la molécule la plus légère a tendance à se regrouper sur la surface la plus froide. Cela expliquerait la présence du polyester en surface du côté lisse des échantillons et le styrène sur la surface du côté rugueux de l'échantillon. Il ne faut pas oublier que le styrène et le polyester insaturé sont polymérisés, ils forment une structure tridimensionnelle. Cependant, il est possible que les molécules de polyester insaturé se présentent en surface avec les molécules de styrène juste en dessous dans le cas de la surface lisse. Le phénomène par lequel les molécules se présentent à la surface du moule n'a pu être identifié mais il devra être à l'étude pour des travaux futurs. Par contre, il est possible de conclure que le fini de surface de faible rugosité est associé à la présence du polyester insaturé et du styrène en surface. Le PVAc est donc utile pour compenser le retrait mais n'améliore pas le fini de surface puisque ce dernier est présent sous la surface formée de polyester insaturé et de styrène sur le côté lisse et le côté rugueux des échantillons. Il est possible que cette conclusion découle du fait que le PVAc est dégradé avant d'être injecté. Les mesures de rugosimètre ont révélé, en tenant compte des écarts-types, que la rugosité de surface est similaire pour une plaque avec 0% de PVAc ou 16% de PVAc pour un gradient thermique de 15 degrés.

CONCLUSION

Les mélanges de polyester insaturé, styrène avec le polyacétate de vinyle (PVAc) renforcés par des fibres de verre sont destinés à de nombreuses applications industrielles où le fini de surface est une propriété essentielle. Ce mémoire touche à plusieurs disciplines dans le but de comprendre la formation d'un fini de surface de faible rugosité. Le fini de surface a été quantifié par un rugosimètre et il a été caractérisé par une étude morphologique. La spectroscopie infrarouge a permis de déterminer la nature des éléments chimiques qui forment un fini de surface de faible rugosité. Finalement, la rhéologie a été utilisée pour comprendre le comportement du mélange de polymères lors de la fabrication.

Le mélange étudié est homogène avant l'injection. Cependant, il a été observé une séparation des phases à partir d'un certain pourcentage de PVAc. Le mélange serait donc immiscible à certaines concentrations et pour un certain gradient thermique. Les deux surfaces des plaques fabriquées ont été observées au MEB suite à une préparation métallographique adéquate. Les micrographies ont révélé une microstructure poreuse et fissurée pour une concentration en PVAc inférieure à 15%. Au-dessus de 15% en PVAc, une seconde phase est observée sur la surface lisse et rugueuse des échantillons. La microstructure est de type matrice avec phases dispersées. Il a été observé que les porosités et les fissures sont moins nombreuses pour un pourcentage supérieur à 15% en PVAc.

En ce qui a trait aux résultats de la spectroscopie infrarouge à transformation de Fourier, les spectres ont montré la présence de polyester insaturé et de styrène en surface du côté lisse et du côté rugueux des échantillons. Le styrène et le polyester insaturé polymérisé sont présents à travers l'épaisseur de l'échantillon également. Le polyester insaturé serait la molécule la plus en surface pour le côté lisse des échantillons. Tandis que pour le côté rugueux, le styrène serait la molécule la plus en surface. En ce qui concerne le PVAc, il

serait présent mais sous la surface de styrène et de polyester insaturé polymérisé dans le cas du côté rugueux et du côté lisse.

En conclusion, le mélange avant injection est homogène et newtonien, le PVAc est dégradé. Le mélange de polymères va mouiller les fibres une fois à l'intérieur du moule. Sous l'effet de la température, les particules de styrène et de polyester insaturé vont diffusées vers le haut et le bas du moule. Le PVAc se retrouve donc au centre de l'échantillon. Au contact des surfaces chaudes du moule, les molécules de polyester insaturé vont polymériser avec les molécules de styrène afin de former une structure tridimensionnelle. Cette polymérisation va causer une séparation des phases entre le PVAc et la matrice de polyester insaturé et de styrène. Le PVAc va se retrouver sous la forme d'une phase dispersée mais seulement pour une concentration supérieure à 15%. Étant donné que le PVAc est dégradé, il est possible qu'il change simplement d'état. Il passerait donc de l'état liquide à l'état solide sans réagir avec le styrène. Il est supposé dans ce cas que les longues chaînes de PVAc vont venir s'entremêler à travers la structure tridimensionnelle formée par la polymérisation du polyester insaturé et du styrène. Il est possible également que les phases dispersées soient composées de styrène en excès dans le système.

Il est évident qu'il faudrait améliorer la fabrication RTM par l'automatisation. Également, le procédé gagnerait à être fait sous vide afin d'éviter les émissions de styrène. Dans le but de connaître et de déterminer au niveau moléculaire les phénomènes de séparation des phases, de diffusion, de coalescence et de tension interfaciale, il est suggéré de fabriquer tous les mélanges de polymères. Dans le cadre de ce mémoire, des mélanges commerciaux ont été utilisés. Malgré la description des constituants, il est difficile de connaître en détail un produit commercial. Également, il faudrait fabriquer un nouveau mélange à chaque fabrication pour éviter l'augmentation de la viscosité de la résine due à l'évaporation du styrène. D'autres études avec des pourcentages de PVAc

plus élevés devraient être effectuées afin de déterminer l'influence du PVAc sur les propriétés mécaniques et le retrait.

D'autres travaux dans ce domaine de recherche sont à venir. Il y a maintenant plus de 20 ans que le mélange de polymères utilisé dans ce travail est à l'étude. Ce mémoire a contribué à l'avancement des travaux par une combinaison de plusieurs disciplines soient mécanique, physique, chimique, métallurgique et mathématique pour optimiser et caractériser la propriété du fini de surface.

RÉFÉRENCES

- [1] ASM Handbook, Composites, ASM International, 21, 1201.
- [2] BLANC, R., AGASSANT, J.F. et VINCENT, M. (1992). Injection Molding of Unsaturated Polyester Compounds, Polymer Engineering and Science, 32, 1440-1449.
- [3] BUCKNALL, C.B., DAVIES, P. et PARTRIDGE, I.K. (1985). Phase separation in styrenated polyester resin containing a poly(vinyl acetate) low-profile additive, Polymer, 86, 109-112.
- [4] BUCKNALL, C.B., PARTRIDGE, I.K. et PHILLIPS, M.J. (1991). Mechanism of Shrinkage control in polyester resins containing low-profile additives, Polymer, 32, 636-640.
- [5] BUCKNALL, C.B., PARTRIDGE, I.K. et PHILLIPS, M.J. (1991). Morphology and properties of thermoset blends made from unsaturated polyester resin, poly(vinyl acetate) and styrene, Polymer, 32, 786-790.
- [6] BUDINSKI, K.G. et BUDINSKI, M.K. (1999). Engineering materials properties and selection, 6^e édition, Éditions Prentice-Hall, États-Unis, 436.
- [7] COOK, W.D., ZIPPER, M.D. et A.C-H. CHUNG, A.C-H. (1998). PVAc phase precipitation in vinyl ester and polyester resins, Polymer, 39, 5431-5439.
- [8] DORLOT, J-M., BAILON, J-P. et MASOUNAVE, J. (1986). Des matériaux, 2^e édition, Éditions de l'École Polytechnique De Montréal, Montréal, 474.
- [9] FAVIS, B. (Automne 2003), Polymer Blends, École Polytechnique de Montréal, Canada.
- [10] GANS, B-J., KITA, R., WIEGAND, S. et LUETTNER-STRATHMANN J. (2003). To the hot or the cold? Unusual thermal diffusion in polymer solutions, Université de Akron, Allemagne, 4.
- [11] GORDON, S., BOUKILHI, R. et TROCHU, F. (2001). Fabrication de matériaux composites de classe A par le procédé RTM et analyse de l'effet du PVAc

sur le polyester insaturé, Mémoire de maîtrise, École Polytechnique de Montréal, 172.

[12] JORDHAMO, G.M., MANSON J.A. et SPERLING, L.H. (198) Phase continuity and Inversion in Polymer Blends and Simultaneous Interpenetrating Networks, Polymer Engineering Science, 26, 517-524.

[13] HAN, C.D.(1981), Multiphase flow in polymer processing, Éditions Academic Press, New York, 459.

[14] HAN, C.D. et LEE, D-S. (1987). Analysis of the Curing Behavior of Unsaturated Polyester Resins Using the Approach of Free Radical Polymerization, Journal of Applied Polymer Science, 33, 2859-2876.

[15] HAN, C.D. et LEM, K.W. (1983). Chemorheology of Thermosetting Resins. I. The Chemorheology and Curing Kinetics of Unsaturated Polyester Resin, Journal of Applied Polymer Science, 28, 3155-3183.

[16] HAN, C.D. et LEM, K.W. (1983). Rheology of Unsaturated Polyester Resins. I. Effects of Filler and Low-Profile Additive on the Rheological Behavior of Unsaturated Polyester Resin, Journal of Applied Polymer Science, 28, 743-762.

[17] HSIEH, Y.N. et YU, T.L. (1999). Phase separation of Unsaturated Polyester Resin Blended with Poly (vinyl acetate), Journal of Applied Polymer Science, 73, 2413-2428.

[18] HSU, C.P., KINKELAAR, M., HU P. et LEE, L.J. (1991). Effects of Thermoplastic Additives on the Cure of Unsaturated Polyester Resins, Polymer Engineering and Science, 31, 1450-1460.

[19] HUANG, Y.J. et SU, C-C. (1995). Effects of Poly (vinyl acetate) and poly (methyl methacrylate) Low-Profile Additives on the Curing of Unsaturated Polyester Resins. I. Curing kinetics by DSC and FTIR, Journal of Applied Polymer Science, 55, 305-322.

[20] HUANG, Y.J. et SU, C-C. (1995). Effects of Poly (vinyl acetate) and poly (methyl methacrylate) Low-Profile Additives on the Curing of Unsaturated Polyester

- Resins. II. Morphological changes during Cure, Journal of Applied Polymer Science, 55, 323-342.
- [21] HUANG, Y-J. et HORNG, J.C. (1998). Effects of thermoplastics additives on mechanical properties and glass transition temperatures for styrene-crosslinked low-shrink polyester matrices, Polymer, 39, 3683-3695.
- [22] KINKELAAR, M., MUZUMDAR, S. et LEE, L.J. (1995). Dilatometric Study of Low Profile Unsaturated Polyester Resins, Polymer Engineering and Science, 35, 823-836.
- [23] LEM, K-W. et HAN, C.D. (1983). Chemorheology of Thermosetting Resins. II. Effect of Particulates on the Chemorheology and Curing Kinetics of Unsaturated Polyester Resin. Journal of Applied Polymer Science, 28, 3185-3206.
- [24] LEM, K-W. et HAN, C.D. (1983). Chemorheology of Thermosetting Resins. III. Effect of Low-Profile Additive on the Chemorheology and Curing Kinetics of Unsaturated Polyester Resin. Journal of Applied Polymer Science, 28, 3207-3225.
- [25] LI, W. et LEE, L.J. (1999). Low temperature cure of unsaturated polyester resins with thermoplastics additives I. Dilatometry and morphology study, Polymer, 41, 685-696.
- [26] LI, W. et LEE, L.J. (1999). Low temperature cure of unsaturated polyester resins with thermoplastics additives II. Structure formation and shrinkage control mechanism, Polymer, 41, 697-710.
- [27] LI, W. et LEE, L.J. (1999). Low temperature cure of unsaturated polyester resins with thermoplastics additives III. Modification of polyvinyl acetate for better shrinkage control, Polymer, 41, 711-717.
- [28] LI, W. et LEE, L.J. (1998). Shrinkage control of low-profile unsaturated polyester resins cured at low temperature, Polymer, 39, 5677-5687.
- [29] LIU, C-H., YU, L.T. et CHEN, C-C. (2002). Effect of Curing Temperature on the Morphology of Unsaturated Polyester Resin Blended with Poly(vinyl acetate), Polymer Engineering Science, 42, 567-581.

- [30] LIU, C.J., KIASAT, M.S., NIJHOF, A.H.J., BLOCKLAND, H. et MARISSEN, R. (1999). The Effect of the addition of a low Profile Additive on the Curing Shrinkage of an Unsaturated Polyester Resin, Polymer Engineering and Science, **39**, 18-25.
- [31] LUCAS, J.C., BORRAJO, J. et WILLIAMS, R.J.J. (1993). Cure of unsaturated polyester resins : 2. Influence of low-profile additives and fillers on the polymerization reaction, mechanical properties and surface rugosities, Polymer, **34**, 1886-1890.
- [32] MICHAELI W. (1993). Plastics Processing: an introduction, Éditions Hanser, Munich, 211.
- [33] PATTISON, V.A., HINDERSINN, R.R. et W.T. SCHWARTZ, W.T. (1975) Mechanism of Low-Profile Behavior in Single-Phase Unsaturated Polyester Systems, Journal of Applied Polymer Science, **19**, 3045-3050.
- [34] REYNE, M. (1990). Les plastiques : applications et transformations, Éditions Hermès, Paris, 262.
- [35] REYNE, M. (1998). Technologie des composites, 3^e édition, Éditions Hermès, Paris, 222.
- [36] RUIZ, E. (2003). De la caractérisation des matériaux et simulation du procédé à l'optimisation de la fabrication des composites par injection sur renfort. Thèse de doctorat, École Polytechnique de Montréal, Canada.
- [37] SUN, B. et YU, T.L. (1995). Effects of Low-Profile Additives on the Curing Reaction of Unsaturated Polyester Resins, Journal of Applied Polymer Science, **57**, 7-23.
- [38] SUSPÈNE, L., FOURQUIER, D et YANG, Y-S. (1991). Application of phase diagrams in the curing of unsaturated polyester resins with low-profile additives, Polymer, **32**, 1593-1604.
- [39] THOMAS, M. (2004)., Application de fluides electro-rhéologiques et magnéto-rhéologiques au contrôle de structures. Cours d'application des matériaux intelligents, 1^E partie, Ecole de technologie supérieure de Montréal, Canada.

- [40] YANG, H. et LEE, L.J. (2001). Comparison of Unsaturated Polyester and Vinylester Resins in Low Temperature Polymerization, Journal of Applied Polymer Science, 79, 1230-1242.
- [41] YANG, Y-S. (1996). Viscosities of Unsaturated Polyester Resins: Combining Effects of Prepolymer Structure, Resin Composition, and Temperature, Journal of Applied Polymer Science, 60, 2387-2395.
- [42] ZHANG, Z. et ZHU, S. (2000). Microvoids in unsaturated polyester resins containing poly (vinyl acetate) and composites with calcium carbonate and glass fibers, Polymer, 41, 3861-3870.

BIBLIOGRAPHIE

- [43] ADVANI, S.G. et MURAT SOZER, E. (2003). Process modeling in composites manufacturing, Éditions Marcel Dekker Inc., New York, 436.
- [44] COLTHUP, N.B., DALY, L.H. et WIBERLEY, S.E. (1968). Introduction to Infrared and Raman Spectroscopy, Éditions Academic Press, New York, 511.
- KARAMI A., BALKE S.T. (2000), Polymer blend de-mixing and morphology development of immiscible polymer blends during tube flow, Polymer Engineering and Science, 40, 2342-2355.
- [45] PAUL, D.R. et NEWMAN, S. (1978). Polymers blends, Vol.1, Éditions Academic Press, New York, 501.
- [46] PAUL, D.R. et NEWMAN, S. (1978). Polymers blends, Vol.2, Éditions Academic Press, New York, 435.
- [47] PROGELHOF, R.C. (1993). Polymer engineering principles: properties, process and tests for design, Éditions Hanser, Munich, 918.

ANNEXES

ANNEXE A : PROCÉDURE DE FABRICATION D'UNE PLAQUE COMPOSITE PAR RTM

1. Allumer le bain thermostaté et régler la température à 60°C.
2. Mélanger les solutions de polyester insaturé dilué dans le styrène et de polyacétate de vinyle dilué dans le styrène pendant 2 minutes et déposer le récipient dans le bain.
3. Amener le moule sous la hotte et nettoyer la surface, les joints et les vis du moule avec le produit pour nettoyer le polyester (PMC). Bien nettoyer les parois creuses et gratter avec un grattoir en plexiglas les surfaces du moule.
4. Appliquer l'agent démoulant sur les surfaces du moule.
5. Mettre les joints de silicone autour du moule.
6. Pour une plaque de 5 mm, déposer 2 couches de fibres. Couper les fibres à l'aide de la préforme.
7. Visser les buses d'injection et d'éjection au maximum. Une fois vissée au maximum, la buse d'éjection doit être dévissée d'un tour et demi.
8. Une fois que le mélange de polymères a atteint une température de 50°C, ajouter le catalyseur. Bien mélanger et remettre dans le bain thermostaté jusqu'à la disparition des bulles dans le mélange.
9. Fermer le moule à l'aide des attaches mécaniques et chauffer les surfaces du moule selon le gradient de température.
10. Brancher un tuyau de téflon sur la buse d'éjection et placer un verre sous le tuyau pour récupérer le mélange de polymères en excès. Brancher un tuyau de téflon sur la buse d'injection et la relier au pot de pression.
11. Déposer le contenant du mélange de polymères dans le pot de pression. Fermer le pot de pression et brancher l'air comprimé au pot de pression.
12. Appliquer une pression de 150 kPa et ouvrir la valve pour débiter l'injection.

13. Lorsque le mélange de polymères a rempli le moule, il faut pincer le tuyau de l'éjection puis de l'injection.
14. Appliquer le cycle thermique désiré.
15. Une fois la cuisson terminée, fermer le système de chauffage et démouler la plaque délicatement.

CALCUL DU POURCENTAGE MASSIQUE DE FIBRES

Pour obtenir le pourcentage massique de fibres, il faut d'abord calculer le pourcentage volumique de fibres. Le moule a une largeur de 10 cm et une longueur de 30 cm. La plaque à fabriquer est d'une épaisseur $h = 5$ mm.

$$V_f = \frac{\text{Volume fibres}}{\text{Volume total}} = \frac{\text{poids des fibres}}{\text{largeur} \times \text{longueur}} \times \frac{1}{\left(\frac{\text{poids des fibres (} V_f = 1 \text{)}}{\text{largeur} \times \text{longueur}} \right) \times h}$$

$$\frac{\text{poids des fibres}}{\text{largeur} \times \text{longueur}} = \text{densité de surface des fibres} = \rho_{\text{surface}}$$

$$\frac{\text{poids des fibres (} V_f = 1 \text{)}}{\text{largeur} \times \text{longueur}} = \text{densité des fibres de verre} = \rho_{\text{verre}}$$

$$V_f = \frac{\text{Volume fibres}}{\text{Volume total}} = \frac{\rho_{\text{surface}}}{\rho_{\text{verre}} \times h}$$

Le tissu choisi a une densité de surface de 450 grammes par m². Les fibres sont des fibres de verres qui ont une masse volumique de 2540 kg/m³.

$$V_f = \frac{0,650 \text{ kg} / \text{m}^2}{0,005 \text{ m} \times 2540 \frac{\text{kg}}{\text{m}^3}} = 5,2\%$$

Pour obtenir la fraction massique, il suffit d'appliquer l'équation suivante sachant que la masse volumique de la matrice égale à 1350 kg/m³ et la masse volumique des fibres égale à 2540 kg/m³:

$$V_f = \frac{\frac{\%w_f}{\rho_f}}{\frac{\%w_f}{\rho_f} + \frac{\%w_m}{\rho_m}} = \frac{\frac{\%w_f}{2540}}{\frac{\%w_f}{2540} + \frac{(1 - \%w_f)}{1350}} = 5,2\%$$

La fraction massique est isolée par la suite. La valeur obtenue est de 9,4%.

ANNEXE B: DÉTAILS DES EXPÉRIENCES

Caractéristiques	PLAN D'EXPÉRIENCES 1	
Expérience no 1		
Date : 12 février 2004	16%-15 degrés	
	Calcul	Mesure
Masse totale (g)	500	501.6
Masse résine (g)	420	421.4
Masse additif (g)	80	80.3
Masse catalyseur (g)	7.5	7.5
% additive	16	16
% catalyseur	1.5	1.5
Type de fibres	OCF 8610 Mat continu	
V fibres (%)	4.8	4.9
Densité de fibres (g/m ²)	450	
Couches de fibre	2	
Masse de fibres (g)	24	24.4
Rapport résine/additif	5.3	5.3
% styrène dans la résine	37	37
% styrène dans l'additif	60	60
% styrène total	41	41
Température haut zone 1-2-3 (°C)	80	80
Température bas zone 4-5-6 (°C)	95	95
Gradient (°C)	15	15
Profil de température	Après injection, gradient 95°C et 110°C pendant 10 minutes. Toutes les zones à 125°C pendant 10 minutes.	
Pression d'injection (kPa)	150	
Problèmes rencontrés	Aucun	

Caractéristiques	PLAN D'EXPÉRIENCES 1	
Expérience no 2		
Date : 11 février 2004	8% -15 degrés	
	Calcul	Mesure
Masse totale (g)	500	497.4
Masse résine (g)	460	457.6
Masse additif (g)	40	39.8
Masse catalyseur (g)	7.5	7.5
% additive	8	8
% catalyseur	1.5	1.5
Type de fibres	OCF 8610 Mat continu	
V fibres (%)	4.8	4.9
Densité de fibres (g/m ²)	450	450
Couches de fibre	2	2
Masse de fibres (g)	24	24.3
Rapport résine/additif	11.5	11.5
% styrène dans la résine	37	37
% styrène dans l'additif	60	60
% styrène total	39	39
Température haut zone 1-2-3 (°C)	80	80
Température bas zone 4-5-6 (°C)	95	95
Gradient (°C)	15	15
Profil de température	Après injection, gradient 95°C et 110°C pendant 10 minutes. Toutes les zones à 125°C pendant 10 minutes.	
Pression d'injection (kPa)	150	
Problèmes rencontrés	Aucun	

Caractéristiques	PLAN D'EXPÉRIENCES 1	
Expérience no 3		
Date : 17 février 2004	16% -15 degrés	
	Calcul	Mesure
Masse totale (g)	500	495.6
Masse résine (g)	420	417.8
Masse additif (g)	80	77.8
Masse catalyseur (g)	7.5	7.8
% additive	16	16
% catalyseur	1.5	1.6
Type de fibres	OCF 8610 Mat continu	
V fibres (%)	4.8	5
Densité de fibres (g/m ²)	450	450
Couches de fibre	2	2
Masse de fibres (g)	24	24.8
Rapport résine/additif	5.3	5.4
% styrène dans la résine	37	37
% styrène dans l'additif	60	60
% styrène total	41	41
Température haut zone 1-2-3 (°C)	80	80
Température bas zone 4-5-6 (°C)	95	95
Gradient (°C)	15	15
Profil de température	Après injection, gradient 95°C et 110°C pendant 10 minutes. Toutes les zones à 125°C pendant 10 minutes.	
Pression d'injection (kPa)	150	
Problèmes rencontrés	Aucun	

Caractéristiques	PLAN D'EXPÉRIENCES 1	
Expérience no 4		
Date : 17 février 2004	8% -5 degrés	
	Calcul	Mesure
Masse totale (g)	500	499.2
Masse résine (g)	460	459.2
Masse additive (g)	40	40
Masse catalyseur (g)	7.5	7.5
% additive	8	8
% catalyseur	1.5	1.5
Type de fibres	OCF 8610 Mat continu	
V fibres (%)	4.8	5
Densité de fibres (g/m ²)	450	450
Couches de fibre	2	2
Masse de fibres (g)	24	23.6
Rapport résine/additif	5.3	4.7
% styrène dans la résine	37	37
% styrène dans l'additif	60	60
% styrène total	41	41
Température haut zone 1-2-3 (°C)	80	80
Température bas zone 4-5-6 (°C)	85	85
Gradient (°C)	5	5
Profil de température	Après injection, gradient 95°C et 100°C pendant 10 minutes. Toutes les zones à 125°C pendant 10 minutes.	
Pression d'injection (kPa)	150	
Problèmes rencontrés	Aucun	

Caractéristiques	PLAN D'EXPÉRIENCES 1	
Expérience no 5		
Date : 18 février 2004	12%-15 degrés	
	Calcul	Mesure
Masse totale (g)	500	500
Masse résine (g)	440	440
Masse additif (g)	60	60
Masse catalyseur (g)	7.5	7.5
% additive	12	12
% catalyseur	1.5	1.5
Type de fibres	OCF 8610 Mat continu	
V fibres (%)	4.8	4.5
Densité de fibres (g/m ²)	450	450
Couches de fibre	2	2
Masse de fibres (g)	24	22.7
Rapport résine/additif	7.3	7.3
% styrène dans la résine	37	37
% styrène dans l'additif	60	60
% styrène total	40	40
Température haut zone 1-2-3 (°C)	80	80
Température bas zone 4-5-6 (°C)	95	95
Gradient (°C)	15	15
Profil de température	Après injection, gradient 95°C et 110°C pendant 10 minutes. Toutes les zones à 125°C pendant 10 minutes.	
Pression d'injection (kPa)	150	
Problèmes rencontrés	Aucun	

Caractéristiques	PLAN D'EXPÉRIENCES 1	
Expérience no 6		
Date : 19 février 2004	12%- 5 degrés	
	Calculée	Mesurée
Masse totale (g)	500	500
Masse résine (g)	440	439.9
Masse additif (g)	60	60.33
Masse catalyseur (g)	7.5	7.64
% additive	12	12
% catalyseur	1.5	1.5
Type de fibres	OCF 8610 Mat continu	
V fibres (%)	4.8	4.7
Densité de fibres (g/m ²)	450	450
Couches de fibre	2	2
Masse de fibres (g)	24	23.4
Rapport résine /additif	7.3	7.3
% styrène dans la résine	37	37
% styrène dans l'additif	60	60
% styrène total	40	40
Température haut zone 1-2-3 (°C)	80	80
Température bas zone 4-5-6 (°C)	85	85
Gradient (°C)	5	5
Profil de température	Après injection, gradient 95°C et 100°C pendant 10 minutes. Toutes les zones à 125°C pendant 10 minutes.	
Pression d'injection (kPa)	150	
Problèmes rencontrés	Aucun	

Caractéristiques	PLAN D'EXPÉRIENCES 1	
Expérience no 7		
Date : 19 février 2004	16%- 0 degrés	
	Calcul	Mesure
Masse totale (g)	500	500.7
Masse résine (g)	420	420.8
Masse additif (g)	80	79.9
Masse catalyseur (g)	7.5	7.5
% additive	16	16
% catalyseur	1.5	1.5
Type de fibres	OCF 8610 Mat continu	
V fibres (%)	4.8	4.9
Densité de fibres (g/m ²)	450	450
Couches de fibre	2	2
Masse de fibres (g)	24	24.4
Rapport résine/additif	5.3	5.3
% styrène dans la résine	37	37
% styrène dans l'additif	60	60
% styrène total	41	41
Température haut zone 1-2-3 (°C)	80	80
Température bas zone 4-5-6 (°C)	80	80
Gradient (°C)	0	0
Profil de température	Après injection, toutes les zones à 95°C pendant 10 minutes. Toutes les zones à 125°C pendant 10 minutes.	
Pression d'injection (kPa)	150	
Problèmes rencontrés	Aucun	

Caractéristiques	PLAN D'EXPÉRIENCES 1	
Expérience no 8		
Date : 20 février 2004	16%- 10 degrés	
	Calcul	Mesure
Masse totale (g)	500	501.2
Masse résine (g)	420	421
Masse additif (g)	80	80.2
Masse catalyseur (g)	7.5	7.5
% additive	16	16
% catalyseur	1.5	1.5
Type de fibres	OCF 8610 Mat continu	
V fibres (%)	4.8	4.7
Densité de fibres (g/m ²)	450	450
Couches de fibre	2	2
Masse de fibres (g)	24	23.6
Rapport résine/additif	5.3	5.3
% styrène dans la résine	37	37
% styrène dans l'additif	60	60
% styrène total	41	41
Température haut zone 1-2-3 (°C)	80	80
Température bas zone 4-5-6 (°C)	90	90
Gradient (°C)	0	0
Profil de température	Après injection, toutes les zones à 95°C-105°C pendant 10 minutes. Toutes les zones à 125°C pendant 10 minutes.	
Pression d'injection (kPa)	150	
Problèmes rencontrés	Aucun	

Caractéristiques	PLAN D'EXPÉRIENCES 1	
Expérience no 9		
Date : 20 février 2004	16%- 15 degrés	
	Calcul	Mesure
Masse totale (g)	500	501.8
Masse résine (g)	420	419.9
Masse additif (g)	80	81.9
Masse catalyseur (g)	7.5	7.51
% additive	16	16
% catalyseur	1.5	1.5
Type de fibres	OCF 8610 Mat continu	
V fibres (%)	4.8	5
Densité de fibres (g/m ²)	450	450
Couches de fibre	2	2
Masse de fibres (g)	24	25.2
Rapport résine/additif	5.3	5.3
% styrène dans la résine	37	37
% styrène dans l'additif	60	60
% styrène total	41	41
Température haut zone 1-2-3 (°C)	80	80
Température bas zone 4-5-6 (°C)	95	95
Gradient (°C)	0	0
Profil de température	Après injection, toutes les zones à 95°C-110°C pendant 10 minutes. Toutes les zones à 125°C pendant 10 minutes.	
Pression d'injection (kPa)	150	
Problèmes rencontrés	Aucun	

Caractéristiques	PLAN D'EXPÉRIENCES 1	
Expérience no 10		
Date : 10 mai 2004	0%- 0 degrés	
	Calcul	Mesure
Masse totale (g)	500	506.15
Masse résine (g)	500	506.15
Masse additif (g)	0	0
Masse catalyseur (g)	7.5	7.5
% additive	0	0
% catalyseur	1.5	1.5
Type de fibres	OCF 8610 Mat continu	
V fibres (%)	4.8	4.7
Densité de fibres (g/m ²)	450	450
Couches de fibre	2	2
Masse de fibres (g)	24	23.6
Rapport résine/additif	0	0
% styrène dans la résine	37	37
% styrène dans l'additif	60	60
% styrène total	37	37
Température haut zone 1-2-3 (°C)	80	80
Température bas zone 4-5-6 (°C)	80	80
Gradient (°C)	0	0
Profil de température	Après injection, toutes les zones à 95°C pendant 10 minutes. Toutes les zones à 125°C pendant 10 minutes.	
Pression d'injection (kPa)	150	
Problèmes rencontrés	Aucun	

Caractéristiques	PLAN D'EXPÉRIENCES 1	
Expérience no 11		
Date : 10 mai 2004	12%- 0 degrés	
	Calculée	Mesurée
Masse totale (g)	500	500.5
Masse résine (g)	440	440.5
Masse additif (g)	60	60
Masse catalyseur (g)	7.5	7.55
% additive	0	0
% catalyseur	1.5	1.5
Type de fibres	OCF 8610 Mat continu	
V fibres (%)	4.8	4.7
Densité de fibres (g/m ²)	450	450
Couches de fibre	2	2
Masse de fibres (g)	24	24.2
Rapport résine/additif	0	0
% styrène dans la résine	37	37
% styrène dans l'additif	60	60
% styrène total	40	40
Température haut zone 1-2-3 (°C)	80	80
Température bas zone 4-5-6 (°C)	80	80
Gradient (°C)	0	0
Profil de température	Après injection, toutes les zones à 95°C pendant 10 minutes. Toutes les zones à 125°C pendant 10 minutes.	
Pression d'injection (kPa)	150	
Problèmes rencontrés	Aucun	

Caractéristiques	PLAN D'EXPÉRIENCES 1	
Expérience no 12		
Date : 11 mai 2004	12%- 10 degrés	
	Calcul	Mesure
Masse totale (g)	500	500.5
Masse résine (g)	440	440.5
Masse additif (g)	60	60
Masse catalyseur (g)	7.5	7.55
% additive	0	0
% catalyseur	1.5	1.5
Type de fibres	OCF 8610 Mat continu	
V fibres (%)	4.8	4.7
Densité de fibres (g/m ²)	450	450
Couches de fibre	2	2
Masse de fibres (g)	24	24.2
Rapport résine/additif	0	0
% styrène dans la résine	37	37
% styrène dans l'additif	60	60
% styrène total	40	40
Température haut zone 1-2-3 (°C)	80	80
Température bas zone 4-5-6 (°C)	80	80
Gradient (°C)	0	0
Profil de température	Après injection, les zones 1-2-3 à 95°C et 4-5-6 à 105 °C pendant 10 minutes. Toutes les zones à 125°C pendant 10 minutes.	
Pression d'injection (kPa)	150	
Problèmes rencontrés	Aucun	

Caractéristiques	PLAN D'EXPÉRIENCES 1	
Expérience no 13		
Date : 11 mai 2004	8% - 10 degrés	
	Calcul	Mesure
Masse totale (g)	500	500
Masse résine (g)	460	460
Masse additif (g)	40	40
Masse catalyseur (g)	7.5	7.5
% additif	8	0
% catalyseur	1.5	1.5
Type de fibres	OCF 8610 Mat continu	
V fibres (%)	4.8	4.8
Densité de fibres (g/m ²)	450	450
Couches de fibre	2	2
Masse de fibres (g)	24	24
Rapport résine/additif	11.5	11.5
% styrène dans la résine	39	39
% styrène dans l'additif	60	60
% styrène total	39	39
Température haut zone 1-2-3 (°C)	80	80
Température bas zone 4-5-6 (°C)	90	90
Gradient (°C)	0	0
Profil de température	Après injection, les zones 1-2-3 à 95°C et 4-5-6 à 110°C pendant 10 minutes. Toutes les zones à 125°C pendant 10 minutes.	
Pression d'injection (kPa)	150	
Problèmes rencontrés	Aucun	

Caractéristiques	PLAN D'EXPÉRIENCES 1	
Expérience no 14		
Date : 12 mai 2004	8% - 0 degrés	
	Calcul	Mesure
Masse totale (g)	500	503.13
Masse résine (g)	460	461.77
Masse additif (g)	40	41.36
Masse catalyseur (g)	7.5	7.52
% additif	8	0
% catalyseur	1.5	1.5
Type de fibres	OCF 8610 Mat continu	
V fibres (%)	4.8	4.9
Densité de fibres (g/m ²)	450	450
Couches de fibre	2	2
Masse de fibres (g)	24	24.66
Rapport résine/additif	11.5	11.2
% styrène dans la résine	39	39
% styrène dans l'additif	60	60
% styrène total	39	40
Température haut zone 1-2-3 (°C)	80	80
Température bas zone 4-5-6 (°C)	80	80
Gradient (°C)	0	0
Profil de température	Après injection, toutes les zones à 95°C pendant 10 minutes. Toutes les zones à 125°C pendant 10 minutes.	
Pression d'injection (kPa)	150	
Problèmes rencontrés	Aucun	

Caractéristiques	PLAN D'EXPÉRIENCES 1	
Expérience no 15		
Date : 12 mai 2004	0% - 15 degrés	
	Calculée	Mesurée
Masse totale (g)	500	500.8
Masse résine (g)	500	500.8
Masse additif (g)	0	0
Masse catalyseur (g)	7.5	7.52
% additif	0	0
% catalyseur	1.5	1.5
Type de fibres	OCF 8610 Mat continu	
V fibres (%)	4.8	4.9
Densité de fibres (g/m ²)	450	450
Couches de fibre	2	2
Masse de fibres (g)	24	24.3
Rapport résine/additif	0	0
% styrène dans la résine	37	37
% styrène dans l'additif	60	60
% styrène total	37	37
Température haut zone 1-2-3 (°C)	80	80
Température bas zone 4-5-6 (°C)	95	95
Gradient (°C)	15	15
Profil de température	Après injection, les zones 1-2-3 à 95°C et 4-5-6 à 110°C pendant 10 minutes. Toutes les zones à 125°C pendant 10 minutes.	
Pression d'injection (kPa)	150	
Problèmes rencontrés	Aucun	

Caractéristiques	PLAN D'EXPÉRIENCES 1	
Expérience no 16		
Date : 13 mai 2004	0% - 5 degrés	
	Calcul	Mesure
Masse totale (g)	500	501.42
Masse résine (g)	500	501.42
Masse additif (g)	0	0
Masse catalyseur (g)	7.5	7.5
% additif	0	0
% catalyseur	1.5	1.5
Type de fibres	OCF 8610 Mat continu	
V fibres (%)	4.8	4.8
Densité de fibres (g/m ²)	450	450
Couches de fibre	2	2
Masse de fibres (g)	24	24.12
Rapport résine/additif	0	0
% styrène dans la résine	37	37
% styrène dans l'additif	60	60
% styrène total	37	37
Température haut zone 1-2-3 (°C)	80	80
Température bas zone 4-5-6 (°C)	85	85
Gradient (°C)	5	5
Profil de température	Après injection, les zones 1-2-3 à 95°C et 4-5-6 à 100 °C pendant 10 minutes. Toutes les zones à 125°C pendant 10 minutes.	
Pression d'injection (kPa)	150	
Problèmes rencontrés	Aucun	

Caractéristiques	PLAN D'EXPÉRIENCES 1	
Expérience no 17		
Date : 13 mai 2004	0% - 10 degrés	
	Calcul	Mesure
Masse totale (g)	500	496.46
Masse résine (g)	500	496.46
Masse additif (g)	0	0
Masse catalyseur (g)	7.5	7.54
% additif	0	0
% catalyseur	1.5	1.5
Type de fibres	OCF 8610 Mat continu	
V fibres (%)	4.8	5.1
Densité de fibres (g/m ²)	450	450
Couches de fibre	2	2
Masse de fibres (g)	24	25.18
Rapport résine/additif	0	0
% styrène dans la résine	37	37
% styrène dans l'additif	60	60
% styrène total	37	37
Température haut zone 1-2-3 (°C)	80	80
Température bas zone 4-5-6 (°C)	90	90
Gradient (°C)	10	10
Profil de température	Après injection, les zones 1-2-3 à 95°C et 4-5-6 à 105 °C pendant 10 minutes. Toutes les zones à 125°C pendant 10 minutes.	
Pression d'injection (kPa)	150	
Problèmes rencontrés	Aucun	

Caractéristiques	PLAN D'EXPÉRIENCES 2	
Expérience no 18		
Date : 14 mai 2004	14% - 15 degrés	
	Calcul	Mesure
Masse totale (g)	500	500.3
Masse résine (g)	430	430.1
Masse additif (g)	70	70.2
Masse catalyseur (g)	7.5	7.5
% additif	14	0
% catalyseur	1.5	1.5
Type de fibres	OCF 8610 Mat continu	
V fibres (%)	4.8	4.8
Densité de fibres (g/m ²)	450	450
Couches de fibre	2	2
Masse de fibres (g)	24	24.2
Rapport résine/additif	6.1	6.1
% styrène dans la résine	37	37
% styrène dans l'additif	60	60
% styrène total	40	40
Température haut zone 1-2-3 (°C)	80	80
Température bas zone 4-5-6 (°C)	95	95
Gradient (°C)	15	15
Profil de température	Après injection, les zones 1-2-3 à 95°C et 4-5-6 à 110 °C pendant 10 minutes. Toutes les zones à 125°C pendant 10 minutes.	
Pression d'injection (kPa)	150	
Problèmes rencontrés	Aucun	

Caractéristiques	PLAN D'EXPÉRIENCES 2	
Expérience no 19		
Date : 19 mai 2004	15% - 15 degrés	
	Calcul	Mesure
Masse totale (g)	500	500.5
Masse résine (g)	425	425.1
Masse additif (g)	75	75.5
Masse catalyseur (g)	7.5	7.6
% additif	15	0
% catalyseur	1.5	1.5
Type de fibres	OCF 8610 Mat continu	
V fibres (%)	4.8	4.8
Densité de fibres (g/m ²)	450	450
Couches de fibre	2	2
Masse de fibres (g)	24	24
Rapport résine/additif	5.7	6.1
% styrène dans la résine	37	37
% styrène dans l'additif	60	60
% styrène total	40.5	40
Température haut zone 1-2-3 (°C)	80	80
Température bas zone 4-5-6 (°C)	95	95
Gradient (°C)	15	15
Profil de température	Après injection, les zones 1-2-3 à 95°C et 4-5-6 à 110 °C pendant 10 minutes. Toutes les zones à 125°C pendant 10 minutes.	
Pression d'injection (kPa)	150	
Problèmes rencontrés	Aucun	

Caractéristiques	PLAN D'EXPÉRIENCES 2	
Expérience no 20		
Date : 19 mai 2004	17% - 15 degrés	
	Calcul	Mesure
Masse totale (g)	500	501.2
Masse résine (g)	415	415.9
Masse additif (g)	85	85.3
Masse catalyseur (g)	7.5	7.5
% additif	17	17
% catalyseur	1.5	1.5
Type de fibres	OCF 8610 Mat continu	
V fibres (%)	4.8	4.6
Densité de fibres (g/m ²)	450	450
Couches de fibre	2	2
Masse de fibres (g)	24	24.2
Rapport résine/additif	4.9	4.9
% styrène dans la résine	37	37
% styrène dans l'additif	60	60
% styrène total	41	41
Température haut zone 1-2-3 (°C)	80	80
Température bas zone 4-5-6 (°C)	95	95
Gradient (°C)	15	15
Profil de température	Après injection, les zones 1-2-3 à 95°C et 4-5-6 à 110 °C pendant 10 minutes. Toutes les zones à 125°C pendant 10 minutes.	
Pression d'injection (kPa)	150	
Problèmes rencontrés	Aucun	

Caractéristiques	PLAN D'EXPÉRIENCES 2	
Expérience no 21		
Date : 20 mai 2004	10% - 15 degrés	
	Calcul	Mesure
Masse totale (g)	500	500.8
Masse résine (g)	450	450.1
Masse additif (g)	50	50.6
Masse catalyseur (g)	7.5	7.5
% additif	10	10
% catalyseur	1.5	1.5
Type de fibres	OCF 8610 Mat continu	
V fibres (%)	4.8	4.9
Densité de fibres (g/m ²)	450	450
Couches de fibre	2	2
Masse de fibres (g)	24	24.8
Rapport résine/additif	9	8.9
% styrène dans la résine	37	37
% styrène dans l'additif	60	60
% styrène total	39	39
Température haut zone 1-2-3 (°C)	80	80
Température bas zone 4-5-6 (°C)	95	95
Gradient (°C)	15	15
Profil de température	Après injection, les zones 1-2-3 à 95°C et 4-5-6 à 110 °C pendant 10 minutes. Toutes les zones à 125°C pendant 10 minutes.	
Pression d'injection (kPa)	150	
Problèmes rencontrés	Aucun	

Caractéristiques	PLAN D'EXPÉRIENCES 2	
Expérience no 22		
Date : 20 mai 2004	16% - 15 degrés	
	Calcul	Mesure
Masse totale (g)	500	500.6
Masse résine (g)	420	420.3
Masse additif (g)	80	80.3
Masse catalyseur (g)	7.5	7.5
% additif	16	16
% catalyseur	1.5	1.5
Type de fibres	OCF 8610 Mat continu	
V fibres (%)	4.8	4.6
Densité de fibres (g/m ²)	450	450
Couches de fibre	2	2
Masse de fibres (g)	24	23
Rapport résine/additif	5.3	5.3
% styrène dans la résine	37	37
% styrène dans l'additif	60	60
% styrène total	41	41
Température haut zone 1-2-3 (°C)	95	95
Température bas zone 4-5-6 (°C)	80	80
Gradient (°C)	15	15
Profil de température	Après injection, les zones 1-2-3 à 110°C et 4-5-6 à 95 °C pendant 10 minutes. Toutes les zones à 125°C pendant 10 minutes.	
Pression d'injection (kPa)	150	
Problèmes rencontrés	Aucun	

Caractéristiques	PLAN D'EXPÉRIENCES 2	
Expérience no 23		
Date : 7 juillet 2004	16% - 12 degrés	
	Calcul	Mesure
Masse totale (g)	500	500.7
Masse résine (g)	420	420.3
Masse additif (g)	80	80.4
Masse catalyseur (g)	7.5	7.5
% additif	16	16
% catalyseur	1.5	1.5
Type de fibres	OCF 8610 Mat continu	
V fibres (%)	4.8	4.8
Densité de fibres (g/m ²)	450	450
Couches de fibre	2	2
Masse de fibres (g)	24	24
Rapport résine/additif	5.3	5.3
% styrène dans la résine	37	37
% styrène dans l'additif	60	60
% styrène total	41	41
Température haut zone 1-2-3 (°C)	80	80
Température bas zone 4-5-6 (°C)	92	92
Gradient (°C)	12	12
Profil de température	Après injection, les zones 1-2-3 à 80°C et 4-5-6 à 92 °C pendant 10 minutes. Toutes les zones à 125°C pendant 10 minutes.	
Pression d'injection (kPa)	150	
Problèmes rencontrés	Aucun	

Caractéristiques	PLAN D'EXPÉRIENCES 2	
Expérience no 24		
Date : 7 juillet 2004	16% - 14 degrés	
	Calcul	Mesure
Masse totale (g)	500	500
Masse résine (g)	420	420
Masse additif (g)	80	80
Masse catalyseur (g)	7.5	7.5
% additif	16	16
% catalyseur	1.5	1.5
Type de fibres	OCF 8610 Mat continu	
V fibres (%)	4.8	4.8
Densité de fibres (g/m ²)	450	450
Couches de fibre	2	2
Masse de fibres (g)	24	24
Rapport résine/additif	5.3	5.3
% styrène dans la résine	37	37
% styrène dans l'additif	60	60
% styrène total	41	41
Température haut zone 1-2-3 (°C)	80	80
Température bas zone 4-5-6 (°C)	94	94
Gradient (°C)	14	14
Profil de température	Après injection, les zones 1-2-3 à 95°C et 4-5-6 à 109°C pendant 10 minutes. Toutes les zones à 125°C pendant 10 minutes.	
Pression d'injection (kPa)	150	
Problèmes rencontrés	Aucun	

Caractéristiques	PLAN D'EXPÉRIENCES 2	
Expérience no 25		
Date : 8 juillet 2004	16% - 11 degrés	
	Calcul	Mesure
Masse totale (g)	500	500
Masse résine (g)	420	420
Masse additif (g)	80	80
Masse catalyseur (g)	7.5	7.5 MEKP-9
% additif	16	16
% catalyseur	1.5	1.5
Type de fibres	OCF 8610 Mat continu	
V fibres (%)	4.8	4.8
Densité de fibres (g/m ²)	450	450
Couches de fibre	2	2
Masse de fibres (g)	24	22.9
Rapport résine/additif	5.3	5.3
% styrène dans la résine	37	37
% styrène dans l'additif	60	60
% styrène total	41	41
Température haut zone 1-2-3 (°C)	80	80
Température bas zone 4-5-6 (°C)	91	91
Gradient (°C)	11	11
Profil de température	Après injection, les zones 1-2-3 à 95°C et 4-5-6 à 106°C pendant 10 minutes. Toutes les zones à 125°C pendant 10 minutes.	
Pression d'injection (kPa)	150	
Problèmes rencontrés	Aucun	

Caractéristiques	PLAN D'EXPÉRIENCES 2	
Expérience no 26		
Date : 8 juillet 2004	16% - 13 degrés	
	Calcul	Mesure
Masse totale (g)	500	500
Masse résine (g)	420	420
Masse additif (g)	80	80
Masse catalyseur (g)	7.5	7.52 MEKP-9
% additif	16	16
% catalyseur	1.5	1.5
Type de fibres	OCF 8610 Mat continu	
V fibres (%)	4.8	4.6
Densité de fibres (g/m ²)	450	450
Couches de fibre	2	2
Masse de fibres (g)	24	23
Rapport résine/additif	5.3	5.3
% styrène dans la résine	37	37
% styrène dans l'additif	60	60
% styrène total	41	41
Température haut zone 1-2-3 (°C)	80	80
Température bas zone 4-5-6 (°C)	93	93
Gradient (°C)	13	13
Profil de température	Après injection, les zones 1-2-3 à 95°C et 4-5-6 à 108°C pendant 10 minutes. Toutes les zones à 125°C pendant 10 minutes.	
Pression d'injection (kPa)	150	
Problèmes rencontrés	Aucun	

Caractéristiques	PLAN D'EXPÉRIENCES 2	
Expérience no 27		
Date : 13 juillet 2004	16% - 12 degrés	
	Calcul	Mesure
Masse totale (g)	500	500
Masse résine (g)	420	420
Masse additif (g)	80	80
Masse catalyseur (g)	7.5	7.52 MEKP-9
% additif	16	16
% catalyseur	1.5	1.5
Type de fibres	OCF 8610 Mat continu	
V fibres (%)	4.8	4.8
Densité de fibres (g/m ²)	450	450
Couches de fibre	2	2
Masse de fibres (g)	24	23
Rapport résine/additif	5.3	5.3
% styrène dans la résine	37	37
% styrène dans l'additif	60	60
% styrène total	41	41
Température haut zone 1-2-3 (°C)	80	80
Température bas zone 4-5-6 (°C)	92	92
Gradient (°C)	12	12
Profil de température	Après injection, les zones 1-2-3 à 95°C et 4-5-6 à 107°C pendant 10 minutes. Toutes les zones à 125°C pendant 10 minutes.	
Pression d'injection (kPa)	150	
Problèmes rencontrés	Aucun	

Caractéristiques	PLAN D'EXPÉRIENCES 2	
Expérience no 28		
Date : 13 juillet 2004	16% - 12 degrés	
	Calcul	Mesure
Masse totale (g)	500	500
Masse résine (g)	420	420
Masse additive (g)	80	80
Masse catalyseur (g)	7.5	7.51 MEKP-9
% additive	16	16
% catalyseur	1.5	1.5
Type de fibres	OCF 8610 Mat continu	
V fibres (%)	4.8	4.7
Densité de fibres (g/m ²)	450	450
Couches de fibre	2	2
Masse de fibres (g)	24	23.5
Rapport	5.3	5.3
% styrène dans la résine	37	37
% styrène dans l'additif	60	60
% styrène total	41	41
Température haut zone 1-2-3 (°C)	80	80
Température bas zone 4-5-6 (°C)	92	92
Gradient (°C)	12	12
Profil de température	Après injection, les zones 1-2-3 à 95°C et 4-5-6 à 107°C pendant 10 minutes. Toutes les zones à 125°C pendant 10 minutes.	
Pression d'injection (kPa)	150	
Problèmes rencontrés	Aucun	

Caractéristiques	PLAN D'EXPÉRIENCES 2	
Expérience no 29		
Date : 15 juillet 2004	16% - 12 degrés	
	Calcul	Mesure
Masse totale (g)	500	500.4
Masse résine (g)	420	420.2
Masse additif (g)	80	80.1
Masse catalyseur (g)	7.5	7.52 MEKP-9
% additif	16	16
% catalyseur	1.5	1.5
Type de fibres	OCF 8610 Mat continu	
V fibres (%)	4.8	5.2
Densité de fibres (g/m ²)	450	450
Couches de fibre	2	2
Masse de fibres (g)	24	26.1
Rapport résine/additif	5.3	5.3
% styrène dans la résine	37	37
% styrène dans l'additif	60	60
% styrène total	41	41
Température haut zone 1-2-3 (°C)	80	80
Température bas zone 4-5-6 (°C)	92	92
Gradient (°C)	12	12
Profil de température	Après injection, les zones 1-2-3 à 95°C et 4-5-6 à 107°C pendant 10 minutes. Toutes les zones à 125°C pendant 10 minutes.	
Pression d'injection (kPa)	150	
Problèmes rencontrés	Aucun	

Caractéristiques	PLAN D'EXPÉRIENCES 2	
Expérience no 30		
Date : 15 juillet 2004	16% - 11 degrés	
	Calcul	Mesure
Masse totale (g)	500	500.4
Masse résine (g)	420	420
Masse additif (g)	80	80.4
Masse catalyseur (g)	7.5	7.50
% additif	16	16
% catalyseur	1.5	1.5
Type de fibres	OCF 8610 Mat continu	
V fibres (%)	4.8	4.8
Densité de fibres (g/m ²)	450	450
Couches de fibre	2	2
Masse de fibres (g)	24	24
Rapport résine/additif	5.3	5.3
% styrène dans la résine	37	37
% styrène dans l'additif	60	60
% styrène total	41	41
Température haut zone 1-2-3 (°C)	80	80
Température bas zone 4-5-6 (°C)	91	91
Gradient (°C)	11	11
Profil de température	Après injection, les zones 1-2-3 à 95°C et 4-5-6 à 106 °C pendant 10 minutes. Toutes les zones à 125°C pendant 10 minutes.	
Pression d'injection (kPa)	150	
Problèmes rencontrés	Aucun	

Caractéristiques	PLAN D'EXPÉRIENCES 2	
Expérience no 31		
Date : 16 juillet 2004	16% - 13 degrés	
	Calcul	Mesure
Masse totale (g)	500	500
Masse résine (g)	420	420
Masse additif (g)	80	80
Masse catalyseur (g)	7.5	7.5
% additif	16	16
% catalyseur	1.5	1.5
Type de fibres	OCF 8610 Mat continu	
V fibres (%)	4.8	4.8
Densité de fibres (g/m ²)	450	450
Couches de fibre	2	2
Masse de fibres (g)	24	24
Rapport résine/additif	5.3	5.3
% styrène dans la résine	37	37
% styrène dans l'additif	60	60
% styrène total	41	41
Température haut zone 1-2-3 (°C)	80	80
Température bas zone 4-5-6 (°C)	93	93
Gradient (°C)	13	13
Profil de température	Après injection, les zones 1-2-3 à 95°C et 4-5-6 à 108°C pendant 10 minutes. Toutes les zones à 125°C pendant 10 minutes.	
Pression d'injection (kPa)	150	
Problèmes rencontrés	Aucun	

Caractéristiques	PLAN D'EXPÉRIENCES 2	
Expérience no 32		
Date : 16 juillet 2004	100 % PVAc – 15 degrés	
	Calcul	Mesure
Masse totale (g)	500	500
Masse résine (g)	0	0
Masse additif (g)	500	500
Masse catalyseur (g)	7.5	7.5
% additif	0	0
% catalyseur	1.5	1.5
Type de fibres	OCF 8610 Mat continu	
V fibres (%)	4.8	4.8
Densité de fibres (g/m ²)	450	450
Couches de fibre	2	2
Masse de fibres (g)	24	24
Rapport résine/additif	0	5.3
% styrène dans la résine	37	37
% styrène dans l'additif	60	60
% styrène total	60	41
Température haut zone 1-2-3 (°C)	80	80
Température bas zone 4-5-6 (°C)	95	95
Gradient (°C)	15	15
Profil de température	Après injection, les zones 1-2-3 à 95°C et 4-5-6 à 110 °C pendant 10 minutes. Toutes les zones à 125°C pendant 10 minutes.	
Pression d'injection (kPa)	150	
Problèmes rencontrés	Aucun	

ANNEXE C : GUIDE DE CALIBRATION DU RUGOSIMÈTRE SV-C4000H4

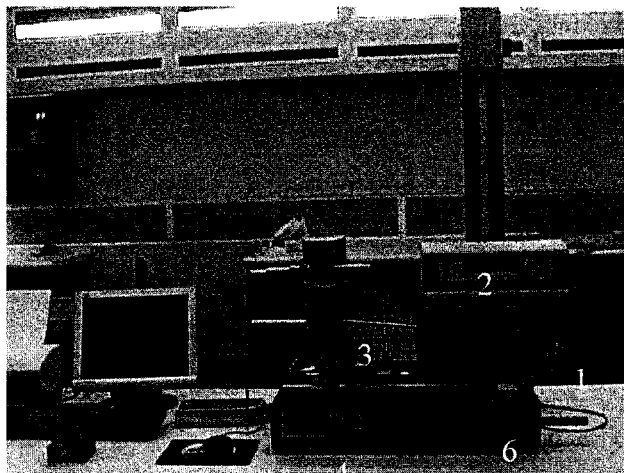
1. Objectif

L'objectif de ce guide est de faciliter l'apprentissage du fonctionnement du rugosimètre/profilographe SV-C4000H4. Ce guide ne remplace pas les manuels d'opérations mais renseigne sur les caractéristiques, l'étalonnage et le fonctionnement du SV-C4000H4.

2. Système

L'appareil SV-C4000H4 (voir figure 1) fait partie de la génération SV-C3000/4000 de la famille des analyseurs de surface de Mitutoyo. L'appareil SV-C4000H4 possède deux têtes de mesure : une pour l'état de surface et l'autre pour l'obtention du profil. Au niveau opérationnel, le système fait appel à un ensemble de trois logiciels: SURFPAK-SV pour l'état de surface, FORMPAK-1000 pour le profil et LOUTEDITS pour la création de rapports d'inspection. Le système est situé au C-124, Laboratoire de Recherche en Fabrication Virtuelle. C'est dans un environnement de classe 1000 contrôlé à $20,0 \pm 0,1^{\circ}\text{C}$ et $45 \pm 5\%\text{Hr}$.

3. Terminologie



- 1 Unité d'entraînement
- 2 Colonne ascendante et descendante
- 3 Support
- 4 Plateau
- 5 Marbre
- 6 Profilographe ou rugosimètre
(sur cette photo :
profilographe)

Figure 1 : Vue d'ensemble du rugosimètre/profilographe



Figure 2 : Styler, bras, détecteur et contrepoids du profilographe en position horizontale, en pointillé, la position haute.

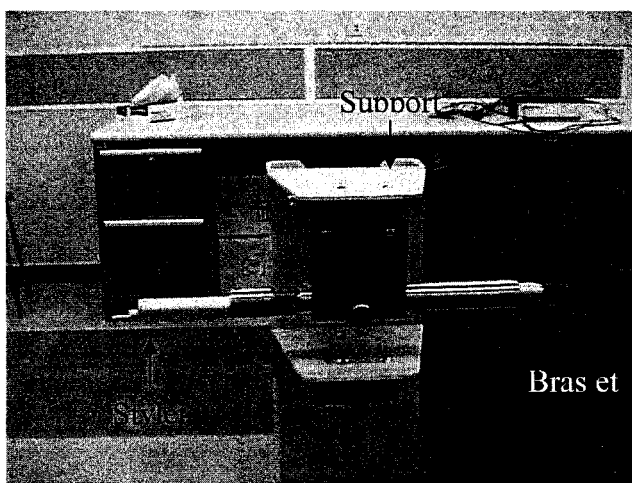


Figure 3 : Styler, bras et détecteur du rugosimètre

Le styler, tant pour le profilographe que pour le rugosimètre, palpe la surface de l'échantillon. Le bras sert à maintenir le styler et le support est employé lorsque le rugosimètre ou le profilographe n'est pas connecté à l'appareil.

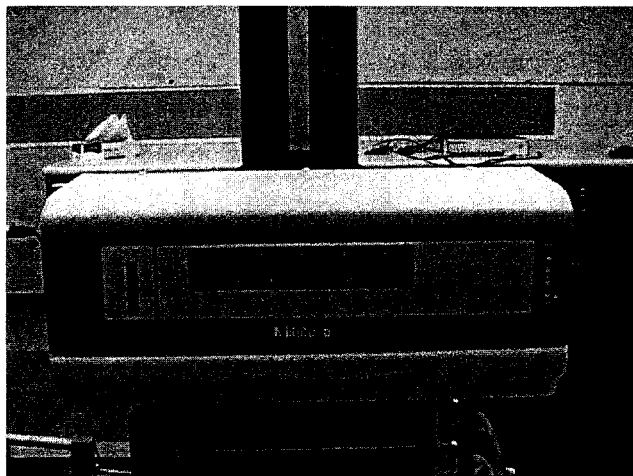


Figure 4: Unité d'entraînement et ses échelles

L'échelle à gauche donne la position en y du stylet. La deuxième échelle permet de voir la position en x et l'avancement du bras. La troisième échelle, située au dessus de l'unité d'entraînement, permet de connaître l'angle de mesure avec l'horizontale.

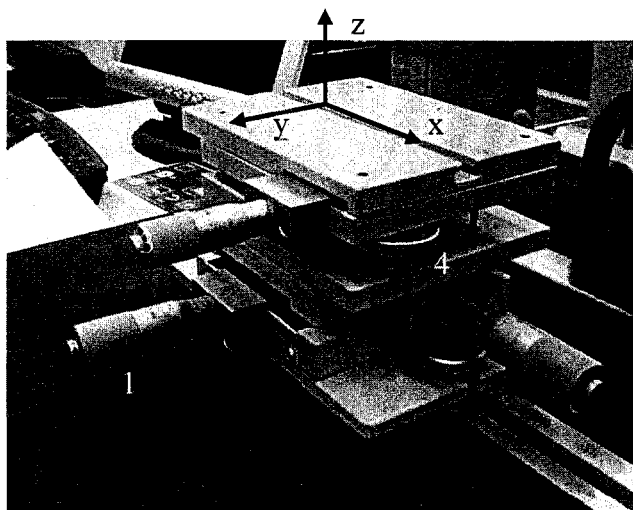


Figure 5: Plateau et ses vis de déplacement

Le plateau sert de support à l'échantillon. À l'aide des vis sur le côté et à l'arrière, il est possible de positionner l'échantillon à l'endroit désiré par rapport au stylet. La vis 1 permet des déplacements selon l'axe y, tandis que la vis 2 déplace le plateau selon l'axe x. Les vis 3 et 4 permettent respectivement de faibles rotations autour des axes z et y. La rainure dans le marbre permet de grands déplacements du plateau selon l'axe x.

4. Caractéristiques métrologiques

Les tableaux suivants présentent les caractéristiques métrologiques pour le profilographe et le rugosimètre.

Tableau I : Caractéristiques métrologiques du profilographe

<i>Caractéristiques</i>		<i>Axe</i>	<i>Valeur</i>
Étendue de mesure		X	100 mm (4 pouces)
		Z	50 mm (2 pouces)
Rectitude		-	0,8 $\mu\text{m}/100\text{mm}$ (32 $\mu\text{pouces}/4\text{pouces}$)
Précision		X	$\pm (0,8 + 2L/100) \mu\text{m}$ ($\pm [31+20L] \mu\text{pouces}$) ¹
		Z	$\pm (0,8 + 10,5H/25) \mu\text{m}$ ($\pm [31+110H] \mu\text{pouces}$) ²
Résolution		X	0,00005mm (0,000002 pouces)
		Z	0,00005mm (0,000002 pouces)
Orientation du stylet		-	Haut/ Bas
Sens d'entraînement		-	Horizontal
Force de mesure		-	30 mN (3gF)
Angle de profil maximum		-	77° en montant
		-	87° en descendant ³
Inclinaison de l'unité d'entraînement		-	$\pm 45^\circ$
Vitesse du stylet	Traçage	-	0,02 à 2 mm/s (0,0008 à 0,08 pouces/s)
	Retraçage	-	5 mm/s (0,2 pouces/s)
	Positionnement	-	0,1 à 5 mm/s (0,004 à 0,2 pouces/s)

¹ L est la longueur mesurée en mm ou en pouce

² H est la hauteur mesurée (à l'intérieur de 25 mm ou 1 pouce)

³ Dépend de l'état de surface

Tableau II : Caractéristiques métrologiques du rugosimètre

<i>Caractéristiques</i>		<i>Valeur</i>
Étendue de mesure		En X : 100mm (4 pouces)
Rectitude		$(0,05 + 1,5L/1000) \mu\text{m} [(2+1,5L) \mu\text{pouce}]^1$
Étendue de mesure/Résolution		En X : $80\mu\text{m}/0,001\mu\text{m}$ (3200 $\mu\text{pouces}/0,04\mu\text{pouce}$)
Force de mesure		4 mN (0,4gF)
Rayon de courbure		40 mm à $1,6^\circ$
Motif R		Mesure de la rugosité
Motif W		Mesure de [waviness]
Grossissement	Vertical	100X à 500 000X
	Horizontal	1X à 10 000X

5. Étalonnage du rugosimètre

L'étalonnage du rugosimètre s'effectue en quatre étapes. La première est l'étalonnage avec le plat optique et la seconde est la compensation systématique. En troisième étape, une plaque pour mesurer le paramètre Ra est utilisée. Pour compléter l'étalonnage, un échelon est utilisé.

5.1. Le plat optique

Cette étape d'étalonnage sert à voir le bruit, à vérifier la poussière sur la pointe et les vibrations qui peuvent influencer les mesures. Il faut d'abord vérifier si la pointe du stylet est propre à l'aide d'une loupe. Par la suite, l'appareil de mesure de tension [*tension gage*] est utilisé pour vérifier si le ressort est brisé. Si la tension est de 0, c'est que le ressort du bras du stylet est brisé. Si la tension est de 4mN ou 4 g-Force, l'ensemble du bras et du stylet est en bon état.

Il faut ensuite déposer la plaque optique sur trois points d'appui. La table d'élévation doit être mise à niveau à l'aide de la vis d'élévation qui est située à l'arrière de la table de mesure. Pour effectuer la mise à niveau, il faut cliquer sur [*View-Counter*] pour faire apparaître le compteur et régler ce dernier à zéro avec [*Auto-Set Z= 0*]. Appuyer sur la touche [*Start*] pour débiter la mesure. La mesure doit être effectuée sur toute la longueur du plat optique.

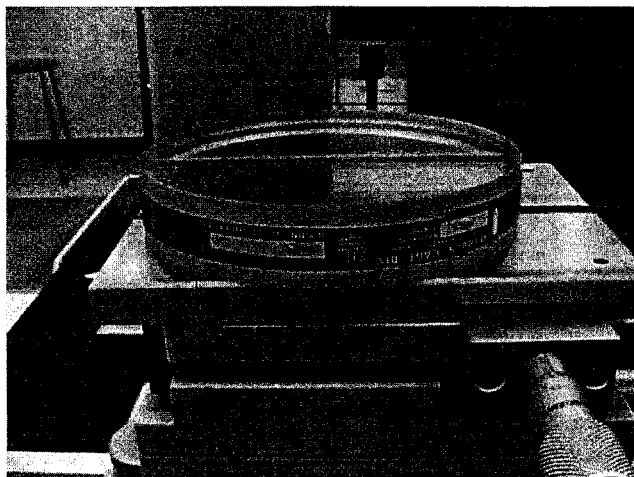


Figure 6 : Plat optique

5.2. Compensation de rectitude

Cette étape est à effectuer pour obtenir une mesure précise. Cependant, si on place la compensation à [*Off*] pendant la mesure, l'erreur sur celle-ci est négligeable. Pour procéder à l'étalonnage, aller sur le logiciel dans [*Measurement- Straightness Compensation- OK*]. Modifier la longueur de mesure en cliquant dans [*Set Measurement Condition- Define no Profile*]. Entrer la longueur du plat optique et cliquer sur [*OK*]. Régler l'origine en allant dans [*Set-Up Origin*]. Effectuer la mesure puis aller dans le dossier [*Data*]. Inscrire le nom du fichier à conserver. Ce fichier sera utilisé lors des mesures.

5.3. Paramètre de rugosité Ra

Installer la plaque de Ra sur trois points d'appui. Le stylet est ensuite centré sur la plaque et il doit toucher le bord de la plaque (voir la figure 7). Cliquez ensuite sur [*Auto-Set Origin*] pour placer l'origine à zéro. Aller dans [*Measurement- Detector Calibration Measurement- Roughness Specimen*]. Vérifier la valeur inscrite et l'ajuster selon la valeur sur la plaque de Ra. Cliquez sur [*Start*] pour effectuer la mesure. Le stylet retourne à sa position d'origine. Il est possible d'accepter ou de refuser la valeur mesurée.



Figure 7 : Échantillon de mesure pour le Ra

5.4. L'échelon

Il faut positionner le stylet entre les deux coches de l'échelon (voir figure 8). Choisir la valeur de l'échelon appropriée à la mesure de rugosité des échantillons à mesurer. Deux microns est une valeur appropriée étant donné la rugosité des échantillons mesurés (plaque composite par RTM). Aller dans le logiciel et cliquer sur [*Measurement-Detector Calibration- Step Gage*]. Inscrire la valeur nominale de 2. Effectuer la mesure et l'accepter si elle est satisfaisante. La figure 15 montre l'étalon pour la mesure de l'échelon dans sa boîte de rangement. Sur le côté de l'étalon, les valeurs nominales sont indiquées.

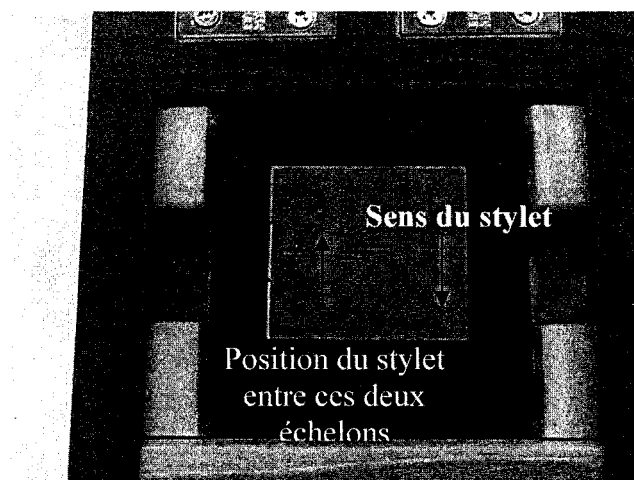


Figure 8 : Échantillon pour la mesure de l'échelon

Il est à noter que tous les paramètres tels que la vitesse, le pas et la longueur de mesure sont ajustés automatiquement par le logiciel lors de l'étalonnage.

6. Acquisition de données avec le rugosimètre

Il est à noter que cette section ne couvre pas toutes les options du logiciel. Cette partie sert à effectuer des mesures de paramètres de rugosité.

Avant de débiter, effectuer [*File-New*] pour effacer d'autres données qui auraient pu être conservées. Pour effectuer une mesure en deux dimensions, cliquez sur [*Setup-Set Evaluation Condition*].

6.1. Les conditions de mesure

La première étape est de déterminer le standard. Allez dans [*Set Standard*]. Le profil standard est choisi selon la mesure à effectuer. Par exemple, le ANSI 1995. Toutes les valeurs sont alors ajustées pour respecter ce standard. Il existe le R ANSI et le W ANSI. R signifie Roughness et W signifie Waveness. Il faut choisir R ANSI puisque c'est la rugosité qui sera mesurée. La compensation est à zéro. Le filtre utilisé est souvent de type Gaussien.

Pour établir des conditions de mesure, il faut aller dans [*Set-Measurement Condition*]. Les options principales telles que [*General*], [*Parameters*] et [*Analysis Graph*] sont alors disponibles.

6.1.1. L'icône [*General*]

Appuyer sur l'icône [*General*] puisque les mesures seront effectuées en deux dimensions. Si la touche [*Define Profil*] est sélectionnée, les paramètres de longueur de mesure, le nombre de points et la vitesse de mesure ne pourront pas être modifiés. Ils sont déjà sélectionnés avant la mesure. Si l'option [*No Profil*] est choisie, il est possible de définir l'ensemble des paramètres avant ou après que la mesure soit effectuée. Voici la description des paramètres variables disponibles :

Nombre de profils [*Number of Meas*] : le nombre de profils à mesurer

Longueur [*Meas Length*] : la longueur de mesure

Pas de mesure [*Pitch*] : la distance entre deux points

Nombre de points [*Number of points*] : le nombre de points par longueur de mesure

La vitesse de mesure et l'axe de mesure peuvent également être définies. Il est très important de sélectionner l'étendue de mesure en z et la position initiale du stylet. L'étendue est en général placée à 800 microns. Sur la fenêtre, il sera indiqué 400 microns ce qui signifie qu'on peut aller à 400 en-dessous et au-dessus de l'origine. Si pendant la mesure, l'étendue définie avant la mesure est dépassée, il est possible de continuer la mesure en cliquant sur l'option [*Continue*]. Si on clique sur [*Abort*], la mesure va s'arrêter.

La section [*Measurement Axis Escape*] sert à la fin de la mesure. Si on veut que le stylet retourne à sa position d'origine, on clique sur [*Return*]. Sinon, on clique sur [*Not Escape*]. Si on veut le déplacer à une autre position, cliquez sur [*Relative Movement*]. Il est possible de faire les mêmes options mais avec la colonne qui permet de monter ou de descendre le stylet.

6.1.2. L'icône [*Parameters*]

Dans cette section, pour chaque item à mesurer, par exemple le Ra, quatre carreaux sont placés à côté de l'item. Il faut cliquer dans les carreaux pour obtenir les informations suivantes :

Le premier carreau (Calc) signifie calculation et il permet au logiciel de calculer automatiquement la valeur du paramètre. Le deuxième (Stat) est la statistique du paramètre. Le troisième (Sheet) est le résumé de la feuille des paramètres et le quatrième (Tol) est la tolérance. Il est possible de cliquer sur [*Set all*]. Ainsi, toutes les options seront sélectionnées.

L'icône Analysis Graph ne sera pas expliqué dans ce guide. Pour plus d'informations, voir les références.

6.2. La mesure

Une fois les conditions de mesure sélectionnées, il faut aller dans [*Measurement Screen*]. Par la suite, cliquez sur [*Auto-Set*] pour mettre à zéro. Cette étape est à refaire à chaque mesure. Cliquez ensuite sur [*Start*] pour effectuer la mesure.

7. Sauvegarder les résultats

Une fois la mesure terminée et le profil tracé, il est possible de sauvegarder les données. Aller dans l'option [*Save Result*]. Sauver les données sous le format CSV. Ainsi, il sera possible d'ouvrir les données dans Excel et de travailler le graphique ou de refaire le profil illustré par le logiciel.

Également, il est possible de faire une feuille de présentation des données à l'aide de l'option [*Layout*] du logiciel. Cliquez sur [*Layout-Paste*] suivit de [*Layout-Evaluation Profil*] pour copier le profil mesuré sur la feuille de présentation. Il faut placer la souris sur le graphique ou les données que vous voulez transférer sur la page de présentation et effectuer [*Layout-Paste*]. Ainsi, les données seront présentées dans l'ordre désiré.

8. Conclusion

En conclusion, ce guide est un outil qui permettra d'orienter l'utilisateur du profilographe et du rugosimètre pour l'étalonnage et des mesures de base. En effet, certains aspects de l'utilisation du profilographe et du rugosimètre n'ont pas été présentés. Il existe une multitude d'options sur les deux appareils. Pour plus de renseignements, voir la section suivante sur les références.

ANNEXE D: RÉSULTATS RUGOSIMÈTRE

0% - 0 degrés									
1	4	7	10	13	16	19	22	25	28
2	5	8	11	14	17	20	23	26	29
3	6	9	12	15	18	21	24	27	30
	2.041		2.145		1.875		2.495		3.122
1.803		1.420		2.043		3.164		3.326	
2.128		2.054		1.891		1.443		2.199	

La moyenne de rugosité Ra pour la plaque 0% et 0°C est de 2.210 microns et l'écart-type est de 0.583. La valeur maximale de rugosité est de 3.326 (position 26 sur la plaque). La valeur minimale est de 1.420 (position 8).

0% - 5 degrés									
1	4	7	10	13	16	19	22	25	28
2	5	8	11	14	17	20	23	26	29
3	6	9	12	15	18	21	24	27	30
	1.261		0.938		0.942		0.965		0.614
1.508		0.764		0.919		1.039		0.999	
1.801		1.086		0.955		1.032		0.984	

La moyenne de rugosité Ra pour la plaque 0% et 5°C est de 1.054 microns et l'écart-type est de 0.287. La valeur maximale de rugosité est de 1.801 (position 3). La valeur minimale est de 0.614 (position 28).

0% - 10 degrés									
1	4	7	10	13	16	19	22	25	28
2	5	8	11	14	17	20	23	26	29
3	6	9	12	15	18	21	24	27	30
	1.134		0.474		0.956		0.545		0.986
0.508		0.333		0.645		0.802		0.685	
0.577		0.646		0.603		0.817		0.867	

La moyenne de rugosité Ra pour la plaque 0% et 10°C est de 0.815 microns et l'écart-type est de 0.264. La valeur maximale de rugosité est de 1.134 (position 4). La valeur minimale est de 0.333 (position 8).

0% - 15 degrés									
1	4	7	10	13	16	19	22	25	28
2	5	8	11	14	17	20	23	26	29
3	6	9	12	15	18	21	24	27	30
	0.958		0.878		0.782		1.182		0.749
0.601		0.795		0.753		0.674		1.106	
1.529		1.251		0.931		0.957		0.955	

La moyenne de rugosité Ra pour la plaque 0% et 15°C est de 0.940 microns et l'écart-type est de 0.234. La valeur maximale de rugosité est de 1.529 (position 3). La valeur minimale est de 0.601 (position 2).

8% - 0 degrés									
1	4	7	10	13	16	19	22	25	28
2	5	8	11	14	17	20	23	26	29
3	6	9	12	15	18	21	24	27	30
	2.474		1.973		2.636		2.444		3.331
3.233		3.299		3.281		2.799		3.383	
3.275		1.983		2.236		2.239		2.659	

La moyenne de rugosité Ra pour la plaque 8% et 0°C est de 2.750 microns et l'écart-type est de 0.517. La valeur maximale de rugosité est de 3.383 (position 26). La valeur minimale est de 1.973 (position 10).

8% - 5 degrés									
1	4	7	10	13	16	19	22	25	28
2	5	8	11	14	17	20	23	26	29
3	6	9	12	15	18	21	24	27	30
1.916	2.151	2.016	1.739	1.816	1.774	1.727	1.970	2.459	2.122
1.729	2.856	1.581	1.776	1.797	1.734	2.303	1.859	1.738	1.836
2.000	2.225	2.107	1.879	1.399	1.847	1.621	1.737	1.855	1.431

La moyenne de rugosité Ra pour la plaque 8% et 5°C est de 1.859 microns et l'écart-type est de 0.246. La valeur maximale de rugosité est de 2.856 (position 5). La valeur minimale est de 1.399 (position 15).

8% - 10 degrés									
1	4	7	10	13	16	19	22	25	28
2	5	8	11	14	17	20	23	26	29
3	6	9	12	15	18	21	24	27	30
	0.627		0.878		0.903		0.874		0.813
0.773		0.975		0.982		1.104		0.858	
0.995		0.960		0.450		0.920		0.838	

La moyenne de rugosité Ra pour la plaque 8% et 10°C est de 0.863 microns et l'écart-type est de 0.159. La valeur maximale de rugosité est de 1.104 (position 20 sur la plaque). La valeur minimale est de 0.450 (position 15).

8% - 15 degrés									
1	4	7	10	13	16	19	22	25	28
2	5	8	11	14	17	20	23	26	29
3	6	9	12	15	18	21	24	27	30
2.332	1.869	2.018	1.449	1.442	1.454	2.394	1.352	2.177	3.032
2.160	2.653	2.441	2.294	2.309	2.507	2.535	1.995	3.008	2.764
2.086	1.808	1.870	1.491	2.548	1.588	1.930	1.159	2.209	1.865

La moyenne de rugosité Ra pour la plaque 8% et 15°C est de 2.138 microns et l'écart-type est de 0.512. La valeur maximale de rugosité est de 3.032 (position 28). La valeur minimale est de 1.159 (position 24).

12% - 0 degrés									
1	4	7	10	13	16	19	22	25	28
2	5	8	11	14	17	20	23	26	29
3	6	9	12	15	18	21	24	27	30
	1.993		1.97		2.692		2.617		2.880
2.973		2.547		2.747		2.243		2.434	
2.970		2.939		1.961		2.602			

La moyenne de rugosité Ra pour la plaque 12% et 0°C est de 2.595 microns et l'écart-type est de 0.245. La valeur maximale de rugosité est de 3.362 (position 27). La valeur minimale est de 1.961 (position 15).

12% - 5 degrés									
1	4	7	10	13	16	19	22	25	28
2	5	8	11	14	17	20	23	26	29
3	6	9	12	15	18	21	24	27	30
2.231	2.696	2.463	2.647	3.167	2.003	2.459	2.987	1.939	2.302
1.980	2.966	2.114	2.571	2.236	2.115	2.184	2.202	2.056	2.264
2.927	2.124	1.999	2.408	1.798	1.752	2.168	2.041	2.616	1.987

La moyenne de rugosité Ra pour la plaque 12% et 5°C est de 2.314 microns et l'écart-type est de 0.369. La valeur maximale de rugosité est de 3.167 (position 13). La valeur minimale est de 1.752 (position 18).

12% - 10 degrés									
1	4	7	10	13	16	19	22	25	28
2	5	8	11	14	17	20	23	26	29
3	6	9	12	15	18	21	24	27	30
	0.798		0.860		0.953		0.992		0.853
0.904		0.936		1.167		0.910		1.051	
0.791		1.166		0.986		0.926		0.993	

La moyenne de rugosité Ra pour la plaque 12% et 10°C est de 0.952 microns et l'écart-type est de 0.113. La valeur maximale de rugosité est de 1.167 (position 14). La valeur minimale est de 0.791 (position 3).

12% - 15 degrés									
1	4	7	10	13	16	19	22	25	28
2	5	8	11	14	17	20	23	26	29
3	6	9	12	15	18	21	24	27	30
2.228	2.129	2.306	3.033	3.217	2.373	2.547	1.721	1.990	2.772
2.995	2.316	2.465	2.131	2.281	2.127	1.557	2.719	2.237	2.794
2.414	2.323	2.482	2.201	2.569	2.030	1.825	1.885	2.602	1.902

La moyenne de rugosité Ra pour la plaque 12% et 15°C est de 2.364 microns et l'écart-type est de 0.429. La valeur maximale de rugosité est de 3.217 (position 13). La valeur minimale est de 1.557 (position 20).

16% - 0 degrés									
1	4	7	10	13	16	19	22	25	28
2	5	8	11	14	17	20	23	26	29
3	6	9	12	15	18	21	24	27	30
1.095	0.741	0.863	1.084	1.030	1.052	0.830	1.066	0.967	0.839
1.449	1.347	1.119	1.107	1.034	1.513	1.315	1.404	1.536	1.872
1.757	1.335	1.680	0.904	1.066	1.575	2.120	1.454	1.126	0.984

La moyenne de rugosité Ra pour la plaque 16% et 0°C est de 1.266 microns et l'écart-type est de 0.374. La valeur maximale de rugosité est de 2.120 (position 21). La valeur minimale est de 0.741 (position 4).

16% - 5 degrés									
1	4	7	10	13	16	19	22	25	28
2	5	8	11	14	17	20	23	26	29
3	6	9	12	15	18	21	24	27	30
1.109	1.471	1.306	1.197	1.098	1.278	1.318	1.400	1.218	1.301
1.229	1.536	0.937	0.944	1.184	1.083	1.176	1.397	1.261	1.396
1.505	1.525	1.431	1.324	1.231	1.111	0.809	1.079	1.090	1.648

La moyenne de rugosité Ra pour la plaque 16% et 5°C est de 1.233 microns et l'écart-type est de 0.189. La valeur maximale de rugosité est de 1.648 (position 30). La valeur minimale est de 0.809 (position 8).

16% - 10 degrés									
1	4	7	10	13	16	19	22	25	28
2	5	8	11	14	17	20	23	26	29
3	6	9	12	15	18	21	24	27	30
1.256	1.411	1.269	1.274	1.192	1.368	1.154	0.839	0.932	1.206
1.225	1.479	1.301	0.709	0.683	0.916	0.511	0.689	0.717	1.093
1.671	1.417	0.517	0.601	0.659	0.683	0.894	0.785	0.782	0.855

La moyenne de rugosité Ra pour la plaque 16% et 10°C est de 1.004 microns et l'écart-type est de 0.365. La valeur maximale de rugosité est de 1.671 (position 3). La valeur minimale est de 0.511 (position 20).

16%-11 degrés									
1	4	7	10	13	16	19	22	25	28
2	5	8	11	14	17	20	23	26	29
3	6	9	12	15	18	21	24	27	30
	0.319		0.263		0.254		0.208		0.366
0.335		0.445		0.332		0.361		0.301	
0.319		0.240		0.241		0.263		0.261	

La moyenne de rugosité Ra pour la plaque 16% et 11°C est de 0.300 microns et l'écart-type est de 0.062. La valeur maximale de rugosité est de 0.445 (position 8). La valeur minimale est de 0.208 (position 22).

16%-12 degrés									
1	4	7	10	13	16	19	22	25	28
2	5	8	11	14	17	20	23	26	29
3	6	9	12	15	18	21	24	27	30
	0.219		0.318		0.272		0.216		0.350
0.495		1.157		0.533		0.377		0.431	
0.416		0.197		0.208		0.211		0.204	

La moyenne de rugosité Ra pour la plaque 16% et 12°C est de 0.306 microns et l'écart-type est de 0.116. La valeur maximale de rugosité est de 1.157 (position 8). La valeur minimale est de 0.197 (position 9).

16%-13 degrés									
1	4	7	10	13	16	19	22	25	28
2	5	8	11	14	17	20	23	26	29
3	6	9	12	15	18	21	24	27	30
	0.181		0.186		0.166		0.254		0.245
0.297		0.171		0.174		0.198		0.165	
0.319		0.166		0.238		0.202		0.327	

La moyenne de rugosité Ra pour la plaque 16% et 13°C est de 0.219 microns et l'écart-type est de 0.057. La valeur maximale de rugosité est de 0.327 (position 27). La valeur minimale est de 0.165 (position 26).

16%-14 degrés									
1	4	7	10	13	16	19	22	25	28
2	5	8	11	14	17	20	23	26	29
3	6	9	12	15	18	21	24	27	30
	0.663		0.343		0.392		0.786		0.477
0.324		0.215		0.609		0.216		0.203	
0.303		0.213		0.221		0.296		0.256	

La moyenne de rugosité Ra pour la plaque 16% et 14°C est de 0.368 microns et l'écart-type est de 0.184. La valeur maximale de rugosité est de 0.786 (position 22). La valeur minimale est de 0.203 (position 26).

16% - 15 degrés (12fév)									
1	4	7	10	13	16	19	22	25	28
2	5	8	11	14	17	20	23	26	29
3	6	9	12	15	18	21	24	27	30
1.212	1.033	1.083	0.890	0.985	0.680	0.808	0.841	0.748	1.048
1.129	0.815	0.866	0.718	0.632	0.472	0.632	0.502	0.757	1.009
1.063	0.994	0.965	0.783	0.849	0.676	0.778	0.847	1.042	0.875

La moyenne de rugosité Ra pour la plaque 16% et 15°C est de 0.880 microns et l'écart-type est de 0.163. La valeur maximale de rugosité est de 1.212 (position 1). La valeur minimale est de 0.472 (position 17).

16% - 15 degrés (20fév)									
1	4	7	10	13	16	19	22	25	28
2	5	8	11	14	17	20	23	26	29
3	6	9	12	15	18	21	24	27	30
0.434	0.905	0.772	0.753	0.830	0.877	1.041	1.084	1.073	0.714
0.681	0.838	0.798	0.600	0.667	0.846	0.594	0.498	0.624	0.921
0.667	0.735	0.710	0.965	0.697	0.452	0.652	0.735	0.709	0.528

La moyenne de rugosité Ra pour la plaque 16% et 15°C est de 0.742 microns et l'écart-type est de 0.128. La valeur maximale de rugosité est de 1.084 (position 22). La valeur minimale est de 0.434 (position 1).

16% - 15 degrés inv									
1	4	7	10	13	16	19	22	25	28
2	5	8	11	14	17	20	23	26	29
3	6	9	12	15	18	21	24	27	30
	0.318		0.329		0.659		0.472		0.416
0.458		0.459		0.626		0.584		0.560	
0.258		0.427		0.425		0.515		0.314	

La moyenne de rugosité Ra pour la plaque 16% et 15°C gradient inversé est de 0.454 microns et l'écart-type est de 0.119. La valeur maximale de rugosité est de 0.659 (position 16). La valeur minimale est de 0.258 (position 3).

10% - 15 degrés									
1	4	7	10	13	16	19	22	25	28
2	5	8	11	14	17	20	23	26	29
3	6	9	12	15	18	21	24	27	30
	1.790		1.519		1.010		1.521		2.016
1.793		1.986		2.051		1.794		2.154	
1.671		2.025		1.697		1.882		1.235	

La moyenne de rugosité Ra pour la plaque 10% et 15°C est de 1.743 microns et l'écart-type est de 0.317. La valeur maximale de rugosité est de 2.154 (position 26). La valeur minimale est de 1.010 (position 16).

14% - 15 degrés									
1	4	7	10	13	16	19	22	25	28
2	5	8	11	14	17	20	23	26	29
3	6	9	12	15	18	21	24	27	30
	0.379		0.419		0.342		0.372		0.603
0.826		0.481		0.240		0.248		0.275	
0.341		0.187		0.196		0.168		0.247	

La moyenne de rugosité Ra pour la plaque 14% et 15°C est de 1.126 microns et l'écart-type est de 0.315. La valeur maximale de rugosité est de 0.826 (position 2). La valeur minimale est de 0.168 (position 21).

15% - 15 degrés									
1	4	7	10	13	16	19	22	25	28
2	5	8	11	14	17	20	23	26	29
3	6	9	12	15	18	21	24	27	30
	0.855		0.854		0.795		0.891		1.101
0.650		0.870		0.908		0.791		0.881	
0.660		0.801		0.668		0.627		0.866	

La moyenne de rugosité Ra pour la plaque 15% et 15°C est de 0.815 microns et l'écart-type est de 0.125. La valeur maximale de rugosité est de 1.101 (position 28). La valeur minimale est de 0.627 (position 21).

17% - 15 degrés									
1	4	7	10	13	16	19	22	25	28
2	5	8	11	14	17	20	23	26	29
3	6	9	12	15	18	21	24	27	30
	0.379		0.419		0.342		0.372		0.603
0.826		0.481		0.240		0.248		0.275	
0.341		0.187		0.196		0.168		0.247	

La moyenne de rugosité Ra pour la plaque 17% et 15°C est de 0.355 microns et l'écart-type est de 0.176. La valeur maximale de rugosité est de 0.826 (position 2). La valeur minimale est de 0.168 (position 21).

26% - 15 degrés									
1	4	7	10	13	16	19	22	25	28
2	5	8	11	14	17	20	23	26	29
3	6	9	12	15	18	21	24	27	30
0.267	0.324	0.249	0.277	0.244	0.238	0.268	0.185	0.242	0.342
0.173	0.423	0.347	0.348	0.273	0.333	0.278	0.301	0.385	0.352
0.220	0.290	0.232	0.318	0.169	0.170	0.229	0.231	0.242	0.334

La moyenne de rugosité Ra pour la plaque 26% et 15°C est de 0.276 microns et l'écart-type est de 0.065. La valeur maximale de rugosité est de 0.423 (position 5). La valeur minimale est de 0.169 (position 15).

Selon les résultats de rugosité, la rugosité minimale se situerait au centre de la plaque (position 15). Pour la rugosité maximale, elle se situerait près des points d'injection et d'éjection (position 3 et 26).

En ce qui concerne la reproductibilité des plaques, le tableau suivant présente la rugosité des plaques qui ont été fabriqués plus d'une fois.

Plaque	Rugosité moyenne (μm)
16%-11°C	0.552 ± 0.152
16%-11°C	0.300 ± 0.062
16%-12°C	0.374 ± 0.244
16%-12°C	0.306 ± 0.116
16%-13°C	0.631 ± 0.280
16%-13°C	0.219 ± 0.057
16%-15°C	0.880 ± 0.163
16%-15°C	0.742 ± 0.128
16%-15°C	0.754 ± 0.235

Les valeurs de rugosité avec l'écart-type le plus faible ont été choisies pour les résultats étant donné que ce ne sont pas toutes les plaques qui ont été fabriquées plus d'une fois.

ANNEXE E : PROCÉDURE D'ENROBAGE ET DE POLISSAGE

Demander l'ensemble époxy à Élise Campeau au CM².

1. Calculer la masse de résine et de durcisseur pour l'enrobage

Calcul de la masse de résine pour enrober 5 échantillons :

Il faut 25 g de résine pour 3 g de durcisseur.

Pour remplir un moule de 20 cm³, il faut 20g de résine.

Masse de résine pour enrober 5 échantillons = 20g x 5 échantillons = 100 g

Masse de durcisseur : 20g x 3g x 5 échantillons = 11,5 g

2. Brasser le mélange pendant 5 minutes.
3. Mettre les échantillons dans les moules oranges.
4. Verser le mélange dans les moules. Ne pas oublier de mettre une planche en bois en dessous pour le transport des moules jusqu'à l'appareil sous vide.
5. Déposer les moules dans l'appareil sous vide. Attendre 10 minutes avant de faire le vide. Cela permet à l'époxy et au durcisseur de commencer la réaction.
6. Placer la valve air en position vertical et la clé noir en position vertical. Laisser les échantillons sous vide 10 minutes.

7. Fermer les valves (position horizontale = fermée) jusqu'au lendemain pour polir.

Polissage

8. Utiliser les tables de polissage avec les papiers abrasifs

9. Polir les échantillons à la main avec les papiers abrasifs suivants en ordre croissant.

- 240
- 400
- 600
- 2400
- 4000
- 1 micron
- 0.05 microns et solution d'alumine

ANNEXE F: ANALYSE STATISTIQUE

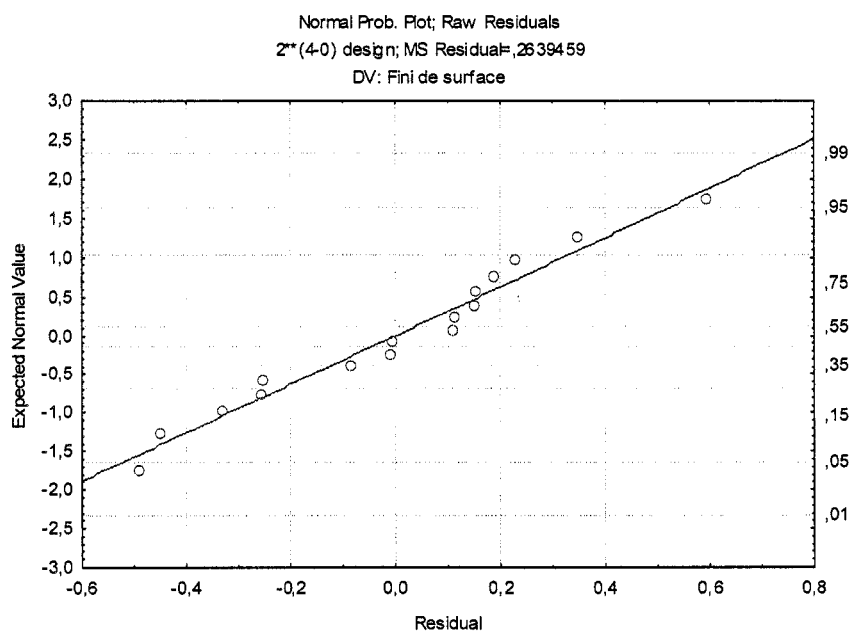


Figure F.1. Distribution de probabilité normale

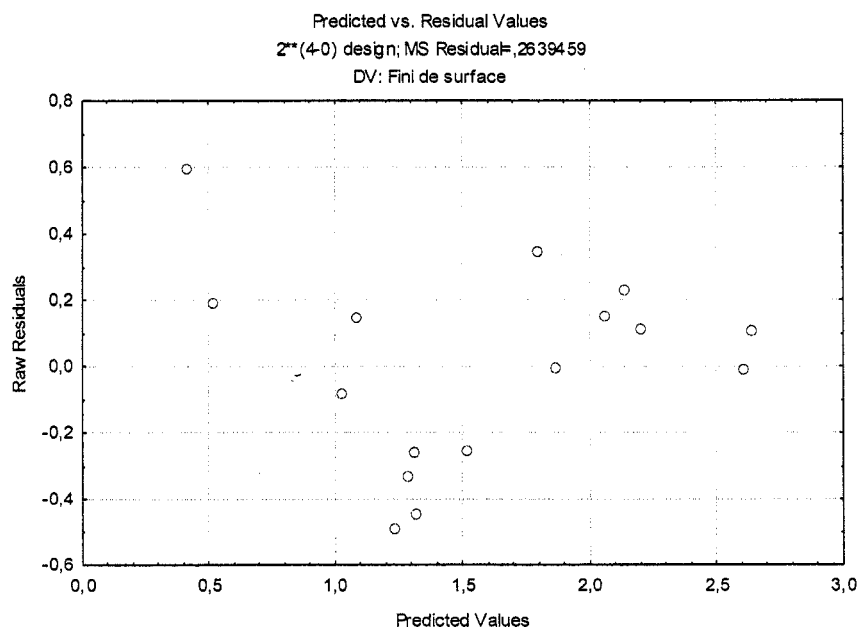


Figure F.2. Résidus en fonction des valeurs prédites

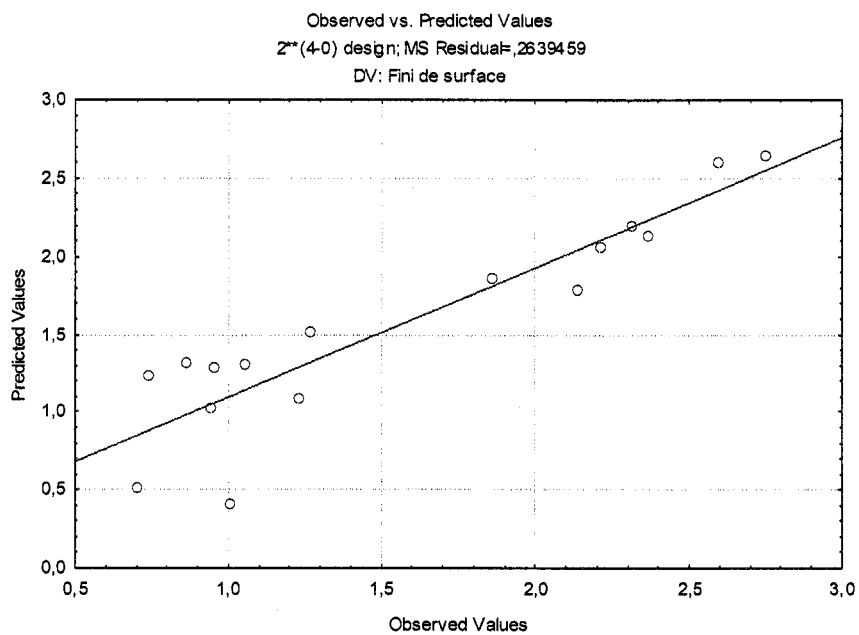


Figure F.3. Valeurs observées en fonction des valeurs prédites

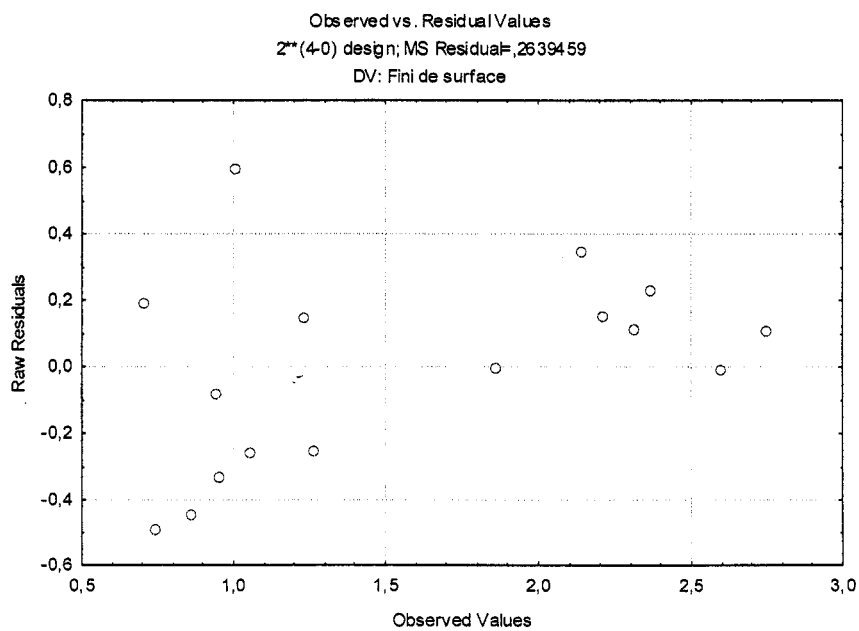


Figure F.4. Résidus en fonction des valeurs observées

Tableau F.1. Effets estimés

Factor	Effect Estimates; Var.:Fini de surface; R-sqr=,83393; Adj.:50179 (Spreadsheet3) 2**(4-0) design; MS Residual=,2639459 DV: Fini de surface									
	Effect	Std.Err.	t(5)	p	-95,% Cnf.Limt	+95,% Cnf.Limt	Coeff.	Std.Err. Coeff.	-95,% Cnf.Limt	+95,% Cnf.Limt
Mean/Interc.	1,561813	0,128439	12,15994	0,000066	1,23165	1,891976	1,561813	0,128439	1,231649	1,891976
(1)additif1	-0,006125	0,256878	-0,02384	0,981899	-0,66645	0,654202	-0,003063	0,128439	-0,333226	0,327101
(2)additif2	-0,159875	0,256878	-0,62238	0,560974	-0,82020	0,500452	-0,079937	0,128439	-0,410101	0,250226
(3)gradient1	-0,696625	0,256878	-2,71189	0,042181	-1,35695	-0,036298	-0,348313	0,128439	-0,678476	-0,018149
(4)gradient2	0,037375	0,256878	0,14550	0,890002	-0,62295	0,697702	0,018687	0,128439	-0,311476	0,348851
1 by 2	-0,835125	0,256878	-3,25105	0,022669	-1,49545	-0,174798	-0,417563	0,128439	-0,747726	-0,087399
1 by 3	0,110125	0,256878	0,42870	0,685980	-0,55020	0,770452	0,055062	0,128439	-0,275101	0,385226
1 by 4	0,171625	0,256878	0,66812	0,533656	-0,48870	0,831952	0,085812	0,128439	-0,244351	0,415976
2 by 3	0,106375	0,256878	0,41411	0,695961	-0,55395	0,766702	0,053187	0,128439	-0,276976	0,383351
2 by 4	-0,015125	0,256878	-0,05888	0,955328	-0,67545	0,645202	-0,007563	0,128439	-0,337726	0,322601
3 by 4	0,627625	0,256878	2,44328	0,058418	-0,03270	1,287952	0,313812	0,128439	-0,016351	0,643976

Tableau F.2. Analyse de la variance

Factor	ANOVA; Var.:Fini de surface; R-sqr=,83393; Adj.:50179 (Spreadsheet3) 2**(4-0) design; MS Residual=,2639459 DV: Fini de surface				
	SS	df	MS	F	p
(1)additif1	0,000150	1	0,000150	0,00057	0,981899
(2)additif2	0,102240	1	0,102240	0,38735	0,560974
(3)gradient1	1,941146	1	1,941146	7,35433	0,042181
(4)gradient2	0,005588	1	0,005588	0,02117	0,890002
1 by 2	2,789735	1	2,789735	10,56935	0,022669
1 by 3	0,048510	1	0,048510	0,18379	0,685980
1 by 4	0,117821	1	0,117821	0,44638	0,533656
2 by 3	0,045263	1	0,045263	0,17148	0,695961
2 by 4	0,000915	1	0,000915	0,00347	0,955328
3 by 4	1,575653	1	1,575653	5,96961	0,058418
Error	1,319729	5	0,263946		
Total SS	7,946748	15			

ANNEXE G : PROCÉDURE D'UTILISATION DU RHÉOMÈTRE

1. Utilisation du rhéomètre AR-2000 TA

Laboratoire de rhéologie : local A-628

Pour avoir accès au laboratoire, demander une clé à Brigitte au département de génie chimique (5^e étage) ou à Diane, la secrétaire de M.Carreau (6^e étage). Un dépôt de 20\$ devra être versé.

- Utiliser le Rhéomètre AR-2000 TA.
- Allumer l'ordinateur 1, la boîte rectangulaire en arrière et la boîte sous le rhéomètre. Le code de l'ordinateur est ar2000.
- Enlever la partie cylindrique en désactivant l'aimant par le dernier bouton de droite.
- Prendre le cône cylindre, désactiver la géométrie en place sur l'appareil en appuyant sur le bouton le plus à droite de la face du Rhéomètre. Positionner le cylindre et réactiver l'aimant en appuyant sur le bouton de gauche. Visser le cône sur la partie supérieure du rhéomètre
- L'appareil mesure de façon directe la déformation lorsqu'une contrainte est imposée mais il peut aussi faire l'inverse de façon indirecte. La résine étant inconnue, il est préférable d'imposer la déformation.
- Les tests sont effectués à 80°C.
- Fermer la chambre en commençant par la porte de gauche.
- Brancher le fil rouge de l'azote en arrière du rhéomètre et appliquer une pression de 30 psi environ.
- Cliquer sur *AR logiciel control*. La colonne de gauche indique l'état dans lequel est l'appareil.
- Cliquer sur *value temperature* et inscrire 80°C

- Cliquer sur **Geometry** et sélectionner **standard size DIN or conical concentric cylenders**.
- Mettre par défaut un espace de 1mm.
- Calibrer les plaques : **Calibrate** → **calibrage de l'inertie**.
- Cliquer sur **Instrument Rotationnal mapping** une fois par jour pour éliminer les déformations dues à la rotation.

Dans **End effect**, définir les paramètres de mesure suivants:

- Cocher **conditionning step**.

Dans **Procedure add step**, choisir :

- **Time sweep**
- **20 min d'essai**
- **Frequency : 0.1Hz**
- **10s d'essai**
- **Delaytime 30s**
- **Strain : 0.05**

Ne pas cocher **Post experiment step**

Dans **Enregistrement notes**, se créer un répertoire sur le disque F et inscrire :

- **Experiment Notes.**
- **Sample name**
- **File name**
- **Directory**
- **Operateur**

La commande **Setting** indique le volume de résine à injecter.

- Une fois la résine injectée, rabaisser la plaque supérieure et la répartir de façon à obtenir un léger bourrelet.
- Lorsque la température est atteinte, appuyer sur **Zero gap**.
- Lancer la mesure en appuyant sur la flèche verte.
- Un message d'erreur s'affiche car deux valeurs d'entrefer (gap) ont été déterminés. La valeur mesurée doit être choisie (celle mesurée à l'aide du **Zero gap**).
- Une fois la mesure finie, cliquer sur **Rheometre adv data analyse**. Pour créer un graphique, sélectionner **send data**, ou **Table** pour afficher les données.

2. Définition des paramètres du Rhéomètre AR20000

Le rhéomètre AR2000 permet de réaliser différents tests. Il mesure de façon directe la déformation lorsqu'une contrainte est imposée mais il peut aussi mesurer des contraintes de façon indirecte. Différentes étapes peuvent être définies, et sont valides lorsqu'elles sont cochées. Des étapes peuvent être ajoutées ou enlevées dans **procedure**, **add step** ou **delete step**.

- La commande **End effect** permet de définir le test.
- La commande **Conditionning step** permet de définir des conditions pour démarrer la mesure comme par exemple d'attendre une température donnée.
- **Procedure add test** permet de définir le test à effectuer.

- **Creep** est un test de fluage qui permet de déterminer la période de transition.
- **Flow** impose des variations continues. Différents tests existent en continue.
- **Continuous ramp** est un test durant lequel la valeur du paramètre (température, fréquence, déformation) choisi augmente de façon constante.
- **Shear stress** est un test durant lequel la contrainte est contrôlée. Il existe différents modes de contrôle de la contrainte : le mode **linéaire** où le nombre de points ou d'intervalles de temps entre chaque point est imposé, le mode **sampling** dans lequel l'ordinateur détermine les points de mesures et le mode **log** où le nombre de points est à déterminer.
- La commande **Peak hold** impose une valeur de contrainte qui est maintenue pendant un certain temps.
- **Stepped flow** permet d'effectuer des paliers de contrainte pendant un temps t . Le temps du palier et le temps pendant lequel il effectue la mesure sont des paramètres à définir.
- **Steady state flow** permet de déterminer le régime permanent. Le critère de tolérance est imposé. Par exemple, le régime permanent sera atteint quand trois mesures consécutives seront identiques à 5% près.
- Différents balayages (**sweep**) peuvent aussi être réalisés : en fréquence, en déformation, en contrainte, en température ou en temps.
- **Step termination** permet d'arrêter la mesure après une valeur donnée.