

Titre: Étude expérimentale du contrôle en pression et en température de
Title: la fabrication de composites par injection flexible

Auteur: Chafik Abdellaoui
Author:

Date: 2008

Type: Mémoire ou thèse / Dissertation or Thesis

Référence: Abdellaoui, C. (2008). Étude expérimentale du contrôle en pression et en
Citation: température de la fabrication de composites par injection flexible [Master's
thesis, École Polytechnique de Montréal]. PolyPublie.
<https://publications.polymtl.ca/8374/>

 **Document en libre accès dans PolyPublie**
Open Access document in PolyPublie

URL de PolyPublie: <https://publications.polymtl.ca/8374/>
PolyPublie URL:

**Directeurs de
recherche:** Edu Ruiz
Advisors:

Programme: Unspecified
Program:

UNIVERSITÉ DE MONTRÉAL

ÉTUDE EXPÉRIMENTALE DU CONTRÔLE EN PRESSION ET EN
TEMPÉRATURE DE LA FABRICATION DE COMPOSITES PAR INJECTION
FLEXIBLE

CHAFIK ABDELLAOUÏ

DÉPARTEMENT DE GÉNIE MÉCANIQUE

ÉCOLE POLYTECHNIQUE DE MONTRÉAL

MÉMOIRE PRÉSENTÉ EN VUE DE L'OBTENTION
DU DIPLÔME DE MAÎTRISE ÈS SCIENCES APPLIQUÉES
(GÉNIE MÉCANIQUE)

DÉCEMBRE 2008



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: 978-0-494-47646-8
Our file Notre référence
ISBN: 978-0-494-47646-8

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.


Canada

UNIVERSITÉ DE MONTRÉAL

ÉCOLE POLYTECHNIQUE DE MONTRÉAL

Ce mémoire intitulé :

ÉTUDE EXPÉRIMENTALE DU CONTRÔLE EN PRESSION ET EN
TEMPÉRATURE DE LA FABRICATION DE COMPOSITES PAR INJECTION
FLEXIBLE

présenté par : ABDELLAOUI Chafik.

en vue de l'obtention du diplôme de : Maîtrise ès sciences appliquées

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

M. SANSCHAGRIN Bernard, D. Ing., président

M. RUIZ Eduardo Antonio Julian, Ph. D., membre et directeur de recherche

M. TROCHU François, Ph. D., membre

« ...Au-dessus de tout détenteur d'un savoir,

il y a un savant »

Verset 76, Joseph,

Traduction Saint Coran

REMERCIEMENTS

Je remercie tout d'abord le Professeur François Trochu pour m'avoir donné l'opportunité de travailler dans son équipe et pour ses encouragements tout au long de cette expérience ainsi que pour les moyens de recherche exceptionnels dont il m'a fait bénéficier.

Je remercie mon directeur de recherche, le Professeur Edu Ruiz, pour son encadrement, ses conseils éclairés, son enthousiasme pour la recherche et ses encouragements.

Je tiens à exprimer ma gratitude à l'associé de recherche Paul Trudeau pour m'avoir accompagné dans mes recherches durant la première année de ma maîtrise et pour la généreuse contribution de ses connaissances techniques et de son savoir-faire. Je remercie également l'associé de recherche Catherine Billotte pour son aide sur la caractérisation des matériaux.

Je remercie l'étudiant stagiaire Daniel Oellingrath qui m'a assisté lors des expérimentations. Je remercie également les techniciens du laboratoire M. Christian Charles Martel, Yazid Belkheir et Alexandre Bourgeois pour leurs précieuses aides, leurs disponibilités et leurs conseils pratiques.

Enfin, je voudrais remercier chacun des étudiants de la Chaire sur les Composites à Haute Performance qui m'ont accompagné et encouragé pendant mes études. J'ai eu durant ma maîtrise la chance de collaborer avec Isabelle Ortega, Julien Barbo-Dumercy, Vincent Achim, François Lebel, Florent Cloutier, Mathieu Sola, Julien Fevrier, Robin Dubé, Cristian Demaria, Julian Gutierrez et Chakib Boushel.

RÉSUMÉ

Le procédé de fabrication par injection flexible a été développé à partir du procédé de moulage par transfert de résine RTM-light (Resin Transfer Moulding) afin de répondre au besoin de réduire le temps de cycle de fabrication à un coût moindre relativement aux procédés de fabrication traditionnels tels que le RTM, le RTM-light ou encore la fabrication sous autoclave. À la différence du RTM, le procédé d'injection flexible emploie un contre-moule constitué d'une membrane flexible et d'une cavité à l'intérieure de laquelle est injectée un fluide de compaction. Ainsi il est possible de contrôler la pression appliquée sur le composite durant tout le cycle de fabrication.

Ce travail vise, dans un premier temps, à étudier l'impact de la pulsation de la pression du fluide de compaction sur la distribution d'épaisseurs de la pièce composite et sur le temps d'imprégnation. Dans un second temps, les investigations se pencheront sur l'efficacité du contrôle de la température du cycle de cuisson par le fluide de compaction. L'objectif étant de réduire le temps de cycle de fabrication.

Afin de valider ces deux approches, un dispositif expérimental assurant le chauffage, le refroidissement et la pressurisation du fluide de compaction a été développé et validé. Ce système a permis de recueillir en temps réel pendant le cycle de fabrication, les mesures de température, de pression et de flux de chaleur. L'évolution de la température de la pièce a été enregistrée pour différentes températures de fluide de compaction, de conductivités et d'épaisseurs de membrane. La variabilité de la distribution d'épaisseur des pièces a également été mesurée pour différentes fréquences de pulsation du fluide de compaction. L'efficacité du contrôle en température par le fluide de compaction a été démontré. Une amélioration de la variabilité de l'épaisseur a été observée pour une fréquence de pulsation de 25 Hz.

ABSTRACT

Flexible injection was developed from the RTM-light moulding principle to respond to the need for a faster processing cycle and a lower tooling cost compared to traditional RTM or autoclave processes. In flexible injection process, a regulated pressure is applied by a fluid on a flexible membrane situated above the composite. As an attempt to control and speed up the injection and cure of the composite, a pumping unit for the compaction fluid with temperature and pressure control was developed. Experimental work was carried out to determine the impact of a heated and pulsed compaction fluid on the cycle time and on the quality of the composite part. Heat flux sensors and thermocouples were used to monitor the cure. The variability of the thickness of the part was measured for different pulsation frequencies. The composite temperature was monitored during the cure for different compaction fluid and mould temperatures, membrane conductivities and thicknesses. This study describes the experiments and discusses the results and the benefits of the flexible injection with temperature and pressure control.

TABLE DES MATIÈRES

DÉDICACE.....	IV
REMERCIEMENTS	V
RÉSUMÉ.....	VI
ABSTRACT	VII
TABLE DES MATIÈRES	VIII
LISTE DES FIGURES	XII
LISTE DES TABLEAUX.....	XVII
LISTE DES ANNEXES.....	XVIII
NOTATIONS.....	XIX
INTRODUCTION.....	1
CHAPITRE 1 : REVUE BIBLIOGRAPHIQUE	8
1.1. Thermique des moules	8
1.1.1. Température et cycle de cuisson	8
1.1.2. Contrôle de la température	12
1.1.3. Contrôle de l'ouverture du moule	14
1.1.4. Matériaux du moule	15

1.1.5.	Cinétique chimique de polymérisation et rhéologie des résines thermodurcissables.....	17
1.1.6.	Les résines vinylesters.....	19
1.2.	Contrôle de la pression	20
1.2.1.	Loi de compaction du renfort.....	21
1.2.2.	Taux de vide.....	22
1.2.3.	Injection assistée par vibration.....	24
 CHAPITRE 2 : TEMPÉRATURE ET PRESSION DU FLUIDE DE COMPACTION		26
2.1.	Présentation du procédé de fabrication par injection flexible.....	26
2.2.	Contrôle de la vitesse d'injection du fluide de compaction.....	30
2.3.	Contrôle de la température du fluide de compaction	30
2.3.1.	Lois de transfert de chaleur dans le procédé d'injection flexible.....	33
2.3.2.	Facteurs influençant l'efficacité du contrôle en température par le fluide de compaction	37
2.4.	Contrôle de la pression du fluide de compaction	39
 CHAPITRE 3 : CONCEPTION ET FABRICATION D'UN SYSTÈME DE CHAUFFAGE ET DE PULSATION DU FLUIDE DE COMPACTION		45
3.1.	Conception du système	45
3.2.	Instrumentation et contrôle.....	50
3.3.	Composants du système.....	54
3.3.1.	Pompe hydraulique.....	54
3.3.2.	Calorifère.....	56

3.3.3.	Échangeur de chaleur	60
3.3.4.	Logiciel de contrôle.....	60
3.3.5.	Résumé des fonctionnalités du système de contrôle.....	62
3.4.	Sélection du fluide de compaction	63
3.4.1.	Compatibilité chimique de l'huile avec la membrane flexible	66
3.4.2.	Propriétés physiques et thermiques de l'huile Ucon.....	68
3.4.3.	Santé, sécurité et environnement.....	69
3.5.	Choix du matériau de la membrane	70
3.5.1.	Expansion thermique de la membrane	72
3.5.2.	Conductivité thermique de la membrane	75
	CHAPITRE 4 : ÉTUDE EXPÉRIMENTALE	77
4.1.	Dispositif expérimental	77
4.1.1.	Moule	78
4.1.2.	Renforts.....	81
4.1.3.	Formulation de résine.....	84
4.1.4.	Membrane flexible	84
4.2.	Procédure de fabrication	86
4.3.	Travaux préliminaires	89
4.3.1.	Compatibilité du fluide de compaction avec la résine	89
4.3.2.	Caractérisation de la cinétique chimique de la résine	90
4.3.3.	Mesure de la pression de la résine.....	93
4.4.	Étude de la pulsation de la pression du fluide de compaction	98
4.4.1.	Plan d'expériences	98
4.4.2.	Résultats	101
4.4.3.	Conclusions.....	109

4.5. Chauffage du fluide de compaction111

 4.5.1. Plan d’expériences111

 4.5.2. Résultats113

 4.5.3. Conclusions119

4.6. Fabrication d’une pièce 3D et mesures du flux de chaleur120

 4.6.1. Expérience120

 4.6.2. Résultats122

 4.6.3. Conclusions129

CONCLUSION.....131

Perspectives et travaux futurs.....134

RÉFÉRENCES136

ANNEXES.....149

LISTE DES FIGURES

Figure 0.1 : Distribution de température dans le composite à la fin de l'injection[2].	3
Figure 0.2 : Pics de température au centre de la pièce [2].	4
Figure 0.3 : Évolution de la température et du flux de chaleur lors de la fabrication d'une pièce composite avec le procédé d'injection flexible [1].	5
Figure 2.1 : Description des différentes composantes d'un moule d'injection flexible...27	
Figure 2.2 : Injection de la résine.	28
Figure 2.3 : Injection du fluide de compaction.	28
Figure 2.4 : Compaction homogène des fibres imprégnées.	29
Figure 2.5 : Schéma de la disposition des media du flux de chaleur.	34
Figure 2.6 : Injection flexible avec fluide de compaction en circuit ouvert.	40
Figure 2.7 : Injection flexible avec système de pompage du fluide de compaction (circuit fermé).	41
Figure 3.1 : Schéma du circuit du fluide de compaction.....	47
Figure 3.2 : Système de contrôle de la pression et de la température du fluide de compaction.	49
Figure 3.3 : Schéma du circuit du fluide de compaction avec instrumentation.	52

Figure 3.4 : Atténuateur de fluctuations de pression.....	53
Figure 3.5 : Vue intérieure de la pompe.....	55
Figure 3.6 : Retrait de pistons de la pompe.....	56
Figure 3.7 : Calorifère.	57
Figure 3.8 : Température de surface du calorifère en fonction de la vitesse du moteur. .	59
Figure 3.9 : Échangeur de chaleur.....	60
Figure 3.10 : Capture d'écran du logiciel de contrôle.....	62
Figure 3.11 : Pulvérisation du polyuréthane sur un moule pour la fabrication d'une membrane tridimensionnelle.	72
Figure 3.12 : Déformation permanente d'une membrane en silicone non renforcée utilisée à haute température (180 °C).....	73
Figure 3.13 : Membrane fixée sur le moule supérieur à l'aide d'un cadre de pré-tension.	73
Figure 3.14 : Expansion thermique d'un échantillon de silicone non renforcé. (Mesure sur machine DMA).....	75
Figure 4.1 : Schéma du dispositif expérimental.....	78
Figure 4.2 : Moule inférieur (dessin Catia).....	79
Figure 4.3 : Moule et presse.....	80
Figure 4.4 : Éléments constituant le montage pour la fabrication de plaques.....	81
Figure 4.5 : Fabrication d'une préforme sous vide.	82

Figure 4.6 : Dimensions de la préforme et de la cavité du moule.....	83
Figure 4.7 : Membrane en silicone conducteur (au centre) avec joint de renforcement sur le plan de joint du moule.	86
Figure 4.8 : Évolution de la température et de la pression du fluide de compaction pendant une fabrication (1200 tpm).	88
Figure 4.9 : Pièce fabriquée avec une préforme contaminée par le fluide de compaction (coté inférieur droit).	90
Figure 4.10 : Résultats DSC. Isothermes à 80, 90 et 100 °C.	92
Figure 4.11 : Mesure de la pression de la résine lors de l'injection du fluide de compaction.	93
Figure 4.12 : Injection de glycérine dans le capteur de pression.	94
Figure 4.13 : Évolution des pressions de la résine et du fluide de compaction au début du cycle de fabrication (5 mesures par seconde, 1010 tpm, $T_{moule} = 80\text{ °C}$, $T_{fluide} = 60\text{ °C}$).	95
Figure 4.14 : Fluctuations des pressions du fluide de compaction et de la résine (1000 mesures par seconde, 1010 tpm, $T_{moule} = 80\text{ °C}$, $T_{fluide} = 60\text{ °C}$).	96
Figure 4.15 : Évolution des pressions de la résine et du fluide de compaction après l'injection de la résine (1000 mesures par seconde, $T_{moule} = 100\text{ °C}$, $T_{fluide} = 90\text{ °C}$, 1500 tpm).	97
Figure 4.16 : Positionnement des points de mesure d'épaisseur sur une plaque (mesures en mm).....	99
Figure 4.17 : Épaisseur moyenne des plaques composites pour différentes fréquences de pulsation du fluide de compaction.	102

Figure 4.18 : Taux volumique de fibres en fonction de la fréquence de pulsation du fluide de compaction.	103
Figure 4.19 : Écart type des mesures d'épaisseur en fonction de la fréquence de pulsation du fluide de compaction.	104
Figure 4.20 : Écart maximal Δh des mesures d'épaisseur en fonction de la fréquence de pulsation du fluide de compaction.	105
Figure 4.21 : Mesures d'épaisseur sur une pièce et sa préforme.	106
Figure 4.22 : Mesures d'épaisseur sur une plaque fabriquée à une fréquence de 29 Hz et avec deux pistons dans la pompe.	108
Figure 4.23 : Temps d'imprégnation en fonction de la fréquence de pulsation du fluide de compaction.	109
Figure 4.24 : Évolution de la température du composite pour différentes températures de moule T_m et de fluide de compaction T_{fc}	114
Figure 4.25 : Évolution de la température du composite pour deux températures de moule T_{moule} ($T_{fc} = 100$ °C, membrane conductrice de 0,8 mm).....	115
Figure 4.26 : Évolution de la température du composite pour différentes épaisseurs e de membrane conductrice ($T_{moule} = 50$ °C, $T_{fc} = 100$ °C).	116
Figure 4.27 : Évolution de la température du composite lors du refroidissement pour différentes épaisseurs e de membrane conductrice ($T_{moule} = 50$ °C, $T_{fc} = 100$ °C).	117
Figure 4.28 : Évolution de la température du composite lors du refroidissement pour deux conductivités de membrane ($T_{moule} = 100$ °C, $T_{fc} = 100$ °C).....	118

Figure 4.29 : Évolution de la différence de température entre le fluide de compaction et le composite ($T_{fc} - T_c$) avec une membrane conductrice et non-conductrice ($T_{moule} = 100\text{ °C}$, $T_{fc} = 100\text{ °C}$).....	119
Figure 4.30 : Schéma du moule et agencement de la membrane et de la pièce.	122
Figure 4.31 : Évolution des températures du moule, de la pièce et du fluide de compaction pendant la fabrication (injection de la résine à $t = 0$).	123
Figure 4.32 : Évolution du flux de chaleur et des températures du moule et de la pièce pendant la fabrication (injection de la résine à $t = 0$).	124
Figure 4.33 : Comparaison des températures de la pièce pendant la cuisson et la post-cuisson (injection du fluide de compaction à $t = 0$).	125
Figure 4.34 : Flux de chaleur lors de la cuisson et de la post cuisson (injection du fluide de compaction à $t = 0$).	126
Figure 4.35 : Différence de flux de chaleur et chaleur totale.....	127

LISTE DES TABLEAUX

Tableau 1.1 : Propriétés de matériaux de moules	17
Tableau 3.1 : Résultats des tests de compatibilité entre l'huile 50-HB660 et différents élastomères. Source : Dow. Technical Data Sheet. UCON Fluids & Lubricants.....	66
Tableau 3.2 : Viscosité de l'huile Ucon 50HB-660 à différentes températures.....	68
Tableau 3.3 : Chaleur spécifique de l'huile UCON 50-hb660.....	68
Tableau 3.4 : Conductivité thermique de l'huile UCON 50-hb660.....	69
Tableau 3.5 : Densité de l'huile UCON 50-hb660.....	69
Tableau 3.6 : Points d'éclairs de l'huile UCON 50-hb660.....	70
Tableau 4.1 : Plan d'expériences	100
Tableau 4.2 : Résultats de mesures d'épaisseur sur renfort et pièce.....	107
Tableau 4.3 : Plan d'expériences.	112

LISTE DES ANNEXES

ANNEXE A : Table de viscosité de l'huile Ucon 50HB-660 en fonction de la température (données fabricant).....	149
ANNEXE B : Dessins techniques du moule	150
ANNEXE C : Mesures DSC	156
ANNEXE D : Détails des résultats du plan d'expériences sur la pulsation du fluide de compaction	158

NOTATIONS

α	Degré de cuisson
$\dot{\alpha}$	Vitesse de réaction (s^{-1})
ϕ	Porosité
v_f	Taux volume de fibres
ρ	Masse volumique (kg/m^3)
ρ_s	Masse surfacique (Kg/m^2)
σ_{renf}	Contrainte appliquée au renfort (Pa)
μ	Viscosité cinématique (Pa.s)
ν	Viscosité dynamique ($m^2.s^{-1}$)
v_D	Vitesse de Darcy ($m.s^{-1}$)
\mathbf{v}	Vitesse en générale ($m.s^{-1}$)
v	Norme de vitesse en générale ($m.s^{-1}$)
T	Température en générale (K)
T_{gel}	Température de gel (K)
Re_d	Nombre de Reynolds en milieu poreux

q	Flux de chaleur (W/m^2)
K_1 et K_2	Valeurs principales de perméabilité dans le plan (m^2)
P	Pression (Bars)
\mathcal{P}	Puissance (Watt)
k	Conductivité ($\text{W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$)
h	Coefficient de transfert thermique par convection ($\text{W}\cdot\text{m}^{-2}\cdot\text{K}^{-1}$)
ΔH_r	Chaleur totale de réaction ($\text{J}\cdot\text{kg}^{-1}$)
c_p	Chaleur spécifique ($\text{J}\cdot\text{kg}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$)
L	Longueur caractéristique (m)
K	Perméabilité d'un renfort fibreux (m^2)
n	Nombre de plis de tissu
Q	Débit du fluide de compaction (l/s)
t_p	Temps d'injection à l'aide du procédé d'injection flexible (s)
f	Fréquence (Hz)

INDICES

x, y, z	Repère général
r	Résine
f	Fibres
m	Moule
fc	Fluide de compaction

OPÉRATEURS MATHÉMATIQUES

$\bar{\nabla}$	Gradient vectoriel
∇^2	Laplacien scalaire
div	Divergence

ACRONYMES

LCM :	Liquid Composite Molding
SCRIMP:	Seemann Composites Resin Infusion Molding Process
CRTM :	Compression Resin Transfer Moulding
RTM :	Resin Transfer Moulding
VARTM :	Vacuum Assisted Resin Transfer Moulding

VARI :	Vacuum Assisted Resin Infusion
CFRP:	Carbon Fiber Reinforced Polymer
GRP:	Glass Reinforced Polymer
DMA:	Dynamic Mechanical Analyzez
DSC:	Differential Scanning Calorimeter

INTRODUCTION

L'utilisation des matériaux composites dans l'industrie a connu un essor fulgurant. Grâce à leurs propriétés mécaniques et à leur faible poids, ces matériaux sont devenus en l'espace de quelques années une alternative incontournable aux aciers et métaux. Le poids n'est pas la seule considération qui incite les manufacturiers à utiliser les matériaux composites. Le coût des moules, inférieur de 40 à 60% comparativement à celui des moules pour la production de pièces en aciers, en est une autre. À cause des contraintes environnementales et du coût croissant de l'énergie, les composites sont appelés à connaître dans le futur une croissance encore plus rapide, particulièrement dans les industries automobile et aérospatiale. L'efficacité énergétique s'impose déjà comme le grand défi à relever par les industriels.

La répétitivité et la robustesse des procédés de fabrication ainsi que le temps de cycle sont les principaux indicateurs de performance dans un contexte de fabrication de pièces en grande série tel que celui de l'industrie automobile. Ce projet, mené dans le cadre d'un partenariat industriel avec General Motors, un des leaders de l'industrie automobile, vise justement à réduire le temps de cycle et à produire des pièces composites avec un meilleur tolérancement géométrique.

Le moulage par transfert de résine est un procédé de fabrication qui connaît un succès grandissant dans le secteur automobile. Il consiste à injecter une résine thermodurcissable dans un moule contenant des renforts fibreux afin d'obtenir, après polymérisation, une pièce en matériau composite. L'injection dite « flexible » est une variante de ce procédé. Elle requiert l'emploi d'un moule constitué d'une partie inférieure femelle solide et d'une partie supérieure flexible sous la forme d'une membrane en élastomère. La force de compaction est exercée par un fluide injecté au dessus de la membrane. Cette technique d'injection présente l'avantage de réduire considérablement le temps de remplissage du moule. Les premiers essais expérimentaux

menés au sein de la Chaire sur les Composites à Haute Performance ont employé un fluide de compaction statique durant la phase de cuisson.

Afin de mieux comprendre le cheminement qui a conduit au sujet de ce mémoire, il y'a lieu de rappeler quelques-uns des résultats saillants des travaux réalisés au sein de la Chaire sur les Composites à Haute Performance (CCHP). Les considérations thermiques sur la fabrication de pièces en matériaux composites ont fait l'objet de plusieurs recherches au sein de la chaire [1, 2]. En raison de leur importance, ces études font partie intégrante du processus de développement du procédé d'injection flexible. Elles ont mis en évidence l'impact thermique de l'injection du fluide de compaction dans la cavité du moule. En effet, un fluide de compaction non chauffé puisera la chaleur transmise par le moule inférieur, diminuant ainsi la température de la pièce et ralentissant par conséquent sa cuisson.

Des simulations numériques ont été réalisées afin de prédire les échanges thermiques dans un moule à injection flexible. Les travaux réalisés par J. Feuvrier (2007) [2] modélisent les échanges thermiques dans un moule en matériaux composites produisant des toits de voiture à échelle réduite. Plusieurs simulations numériques ont été effectuées avec le logiciel Fluent pour différentes températures du fluide de compaction (27, 42, 62, 82 et 102°C). Les résultats de simulation ont mis en évidence, à la Figure 0.1, un impact substantiel de la température du fluide de compaction sur l'évolution de la température du composite et de son degré de cuisson.

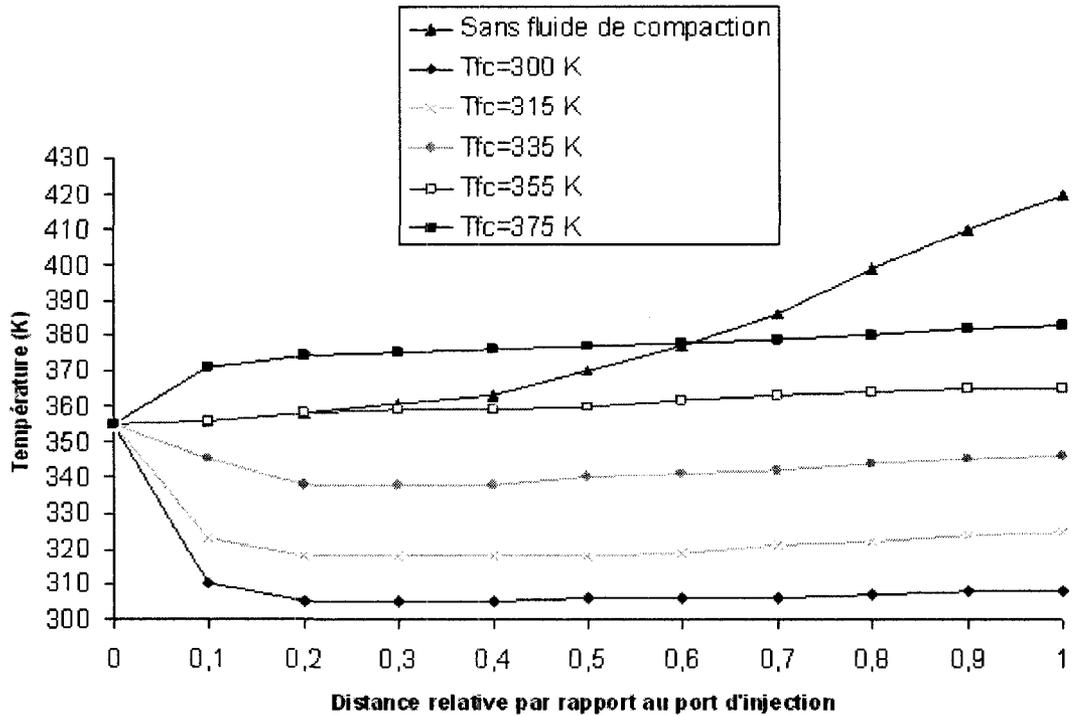


Figure 0.1 : Distribution de température dans le composite à la fin de l'injection[2].

Il a été démontré numériquement que l'écoulement du fluide de compaction tend à uniformiser la température du composite atténuant ainsi les gradients de polymérisation dans le composite qui sont à l'origine des contraintes résiduelles [3]. La présence du fluide de compaction atténue également les pics exothermiques de la réaction de polymérisation comme le montre la Figure 0.2

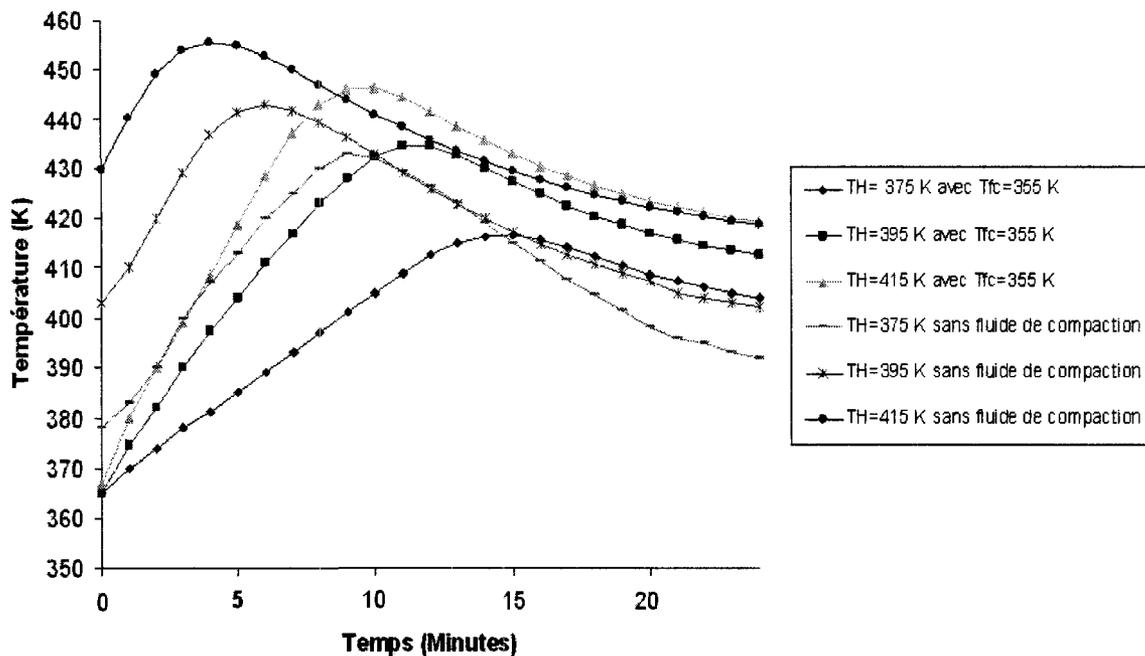


Figure 0.2 : Pics de température au centre de la pièce [2].

La Figure 0.3 montre l'évolution de la température et du flux de chaleur durant une fabrication d'une pièce composite par injection flexible. Les deux capteurs (thermocouple et thermoflux) sont intégrés dans le moule inférieur à 2 mm de sa surface. Bien que la température du moule ne soit qu'à environ 60 °C et qu'une membrane d'une épaisseur de 8 mm ait été employée, on remarque sur cette figure que les deux signaux sont tous deux affectés par l'injection du fluide de compaction à température ambiante. Un flux de chaleur négatif et une baisse de la température sont observés. Cette expérience suggère que le transfert de chaleur entre le fluide de compaction et le composite est significatif et que l'injection d'un fluide de compaction froid ne pourrait que ralentir la cuisson du composite. Ainsi, le fluide de compaction pourrait constituer

une source de chaleur auxiliaire voire même principale dont la température serait facilement et rapidement ajustée selon les exigences du cycle de cuisson.

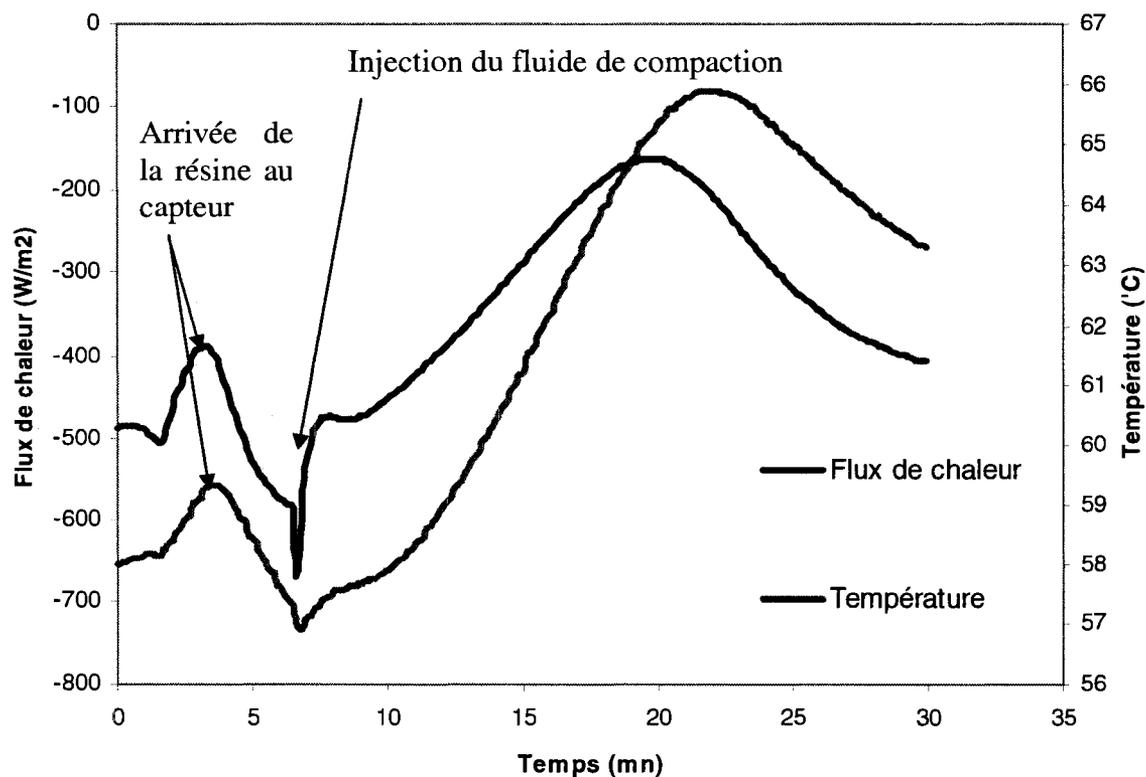


Figure 0.3 : Évolution de la température et du flux de chaleur lors de la fabrication d'une pièce composite avec le procédé d'injection flexible [1].

Le cyclage de la pression du fluide de compaction à des fréquences inférieures au hertz a également été étudié (Allard, 2006) [4] avec des résultats prometteurs en particulier sur les temps d'imprégnation du renfort par la résine. Les pulsations de la pression de compaction ont aidé à uniformiser la distribution de la résine dans la pièce, réduisant ainsi la variabilité de l'épaisseur du composite. D'autres essais, réalisés à des fréquences

situées entre 25 et 50 hertz, ont révélé une tendance à la diminution du taux de vides sous l'effet de la compaction cyclique.

Ce qui est proposé, dans un premier temps, est de se servir du fluide de compaction comme fluide caloporteur pour le chauffage du composite et son refroidissement. Sachant que les réactions de polymérisation sont catalysées, entre autres, par la chaleur fournie à la résine, des gains de temps sont réalisables lors de la cuisson du composite par le chauffage du fluide de compaction et son maintien en circulation. L'objectif est de transmettre de façon uniforme la chaleur à la pièce composite à travers la membrane et de contrôler la température de cuisson durant le cycle de fabrication. Cela implique également le refroidissement rapide de la pièce en fin de cycle pour permettre le démoulage. L'efficacité du transfert de chaleur est donc cruciale pour minimiser le temps de réponse thermique et obtenir des rampes plus importantes de chauffage et de refroidissement. On s'intéressera en particulier à l'influence de la température du fluide de compaction, à la conductivité de la membrane et à son épaisseur.

Une autre opportunité offerte par l'injection flexible est le cyclage de la pression de compaction. En effet, des travaux antérieurs ont suggéré que ceci pourrait aider à mieux imprégner le renfort, à améliorer la consolidation et à réduire le taux de vide.

Afin de valider ces deux approches, un dispositif expérimental géré par ordinateur a été mis au point pour contrôler la pression, la température, le débit et de la fréquence de pulsation du fluide de compaction. Deux moules chauffés et couplés au système de pompage du fluide de compaction ont été utilisés pour les essais expérimentaux. Le premier a permis de fabriquer un modèle de toit de voiture à échelle réduite. Le second moule a servi à la fabrication de plaques composites sur lesquelles des mesures d'épaisseur ont été effectuées. L'évolution de la température du composite lors de la cuisson a également été enregistrée pour plusieurs températures du fluide de compaction, différents matériaux et épaisseurs de membrane.

L'étude comporte donc deux aspects : le premier volet thermique analyse la faisabilité et l'efficacité du contrôle de la température de cuisson avec le fluide de compaction; le second volet étudie l'effet de la pulsation de la pression du fluide de compaction sur la distribution d'épaisseurs du composite et sur le temps d'injection.

Le Chapitre 1 présente l'état de l'art sur le chauffage des moules et le moulage assisté par vibrations. Dans le Chapitre 2, on se penche, plus en détail, sur le procédé de fabrication par injection flexible et sur les améliorations proposées comprenant le chauffage du fluide de compaction et le cyclage de la pression de compaction. La description du système de contrôle de la température et de la pression du fluide de compaction est donnée dans le Chapitre 3. Les travaux expérimentaux et leurs résultats sont décrits et discutés dans le Chapitre 4. Enfin, le mémoire se termine sur les conclusions et les recommandations de l'étude.

CHAPITRE 1 : REVUE BIBLIOGRAPHIQUE

1.1. Thermique des moules

La thermique des moules est une discipline abondamment étudiée depuis de nombreuses années. Elle répond notamment aux besoins de l'industrie métallurgique pour la fabrication de pièces en acier ou en alliage. La compréhension des échanges thermiques est tout aussi essentielle dans le cas de la fabrication de pièces en matériaux composite à matrice thermodurcissable. En effet, la chaleur est un des catalyseurs des réactions chimiques qui produisent le durcissement de la résine. Ces réactions de polymérisation sont grandement exothermiques. Il est donc impératif de contrôler la température du moule tout au long du cycle de fabrication. Cette tâche est d'autant plus délicate et critique que les réactions de polymérisation sont complètement irréversibles.

1.1.1. Température et cycle de cuisson

La résine thermodurcissable est généralement injectée à une température inférieure à celle du moule. Elle acquiert donc de la chaleur par conduction et convection avec les parois du moule et avec la préforme. À la fin de l'injection, la résine qui a pénétré le moule au début est plus chaude que la résine injectée à la fin du remplissage de la cavité. Son temps de résidence dans le moule est aussi plus long. En fin d'injection, un gradient de température s'établit donc dans le composite. Ce gradient de température peut engendrer un gradient de polymérisation dans le moule ce qui conduit à la création de contraintes résiduelles. Si des gradients de température et de degré de cuisson sont présents dans le composite lors de la cuisson, des contraintes résiduelles sont générées par le retrait de la résine induit par la polymérisation, l'expansion thermique et la solidification de la résine liquide [5]. Voilà pourquoi il est communément admis que la

tolérance géométrique des pièces fabriquées par injection de résine est principalement liée à la polymérisation de la résine couplée à des facteurs thermiques [6]. La pression n'a qu'une faible influence sur ce volet.

Des pics de température peuvent également être atteints au centre des pièces épaisses. Si la chaleur générée par la polymérisation de la résine n'est pas dissipée suffisamment rapidement à cause de la mauvaise conductivité thermique du composite, la température au centre de la pièce pourrait s'élever bien au-delà de la température de cuisson. Ce qui pourrait causer des contraintes résiduelles et le délaminage du matériau.

Voyouvitch [7] a mis en évidence des disparités de la température de transition vitreuse en différents points d'une pièce époxy fabriquée par procédé d'injection isotherme (procédé RTM). Ces variations de la température de transition vitreuse résultent des différences dans le degré de polymérisation. L'équation de DiBenedetto, modifiée par Pascault et Williams [8], est généralement acceptée comme relation donnant la température de transition vitreuse en fonction du degré de cuisson :

$$\frac{T_g - T_{g0}}{T_{g\infty} - T_{g0}} = \frac{\lambda \alpha}{1 - [1 - \lambda] \alpha} \quad (1.1)$$

où T_g est la température de transition vitreuse, $T_{g\infty}$ et T_{g0} sont les températures de transition vitreuse respectivement pour $\alpha = 1$ et $\alpha = 0$. α est le degré de polymérisation et λ un facteur.

Les gradients de température dans le composite peuvent être dus à plusieurs facteurs, tels que discutés ci-dessous :

- Des gradients de température de la surface du moule conséquence d'un chauffage non uniforme. Par exemple : Martz [9] a démontré l'importance d'une isolation thermique efficace entre la presse et le moule. En effet, en plus d'accroître

inutilement la consommation d'énergie du procédé, les pertes de chaleur du moule vers la presse ont pour effet de créer des zones froides à la surface du moule.

- L'injection de la résine à une température inférieure à celle du moule provoque un échange de chaleur entre la résine et le moule et le refroidissement local du moule.
- Une quantité importante de chaleur peut être générée au cœur du composite par la réaction de polymérisation.

L'optimisation du cycle de chauffage pour des pièces épaisses a été étudiée par plusieurs auteurs. Les simulations numériques de transfert de chaleur aident à estimer les rampes et les temps de chauffage afin de réduire le temps de cycle tout en prévenant les excès de température qui pourraient survenir à cause de la réaction exothermique. Pour des pièces épaisses fabriquées par RTM, Kim et al. (2006) [10] proposent un cycle de cuisson complexe avec refroidissement et réchauffage en milieu de cycle afin de contrecarrer le pic exotherme. De son côté, Li [11] a effectué une étude d'optimisation pour un cycle de cuisson en autoclave.

Les travaux de Ruiz et al. [12, 13] ont permis de développer un modèle numérique et un algorithme d'optimisation du cycle de cuisson en minimisant à la fois les contraintes résiduelles et le temps de cuisson tout en maximisant le degré de cuisson final. En supposant un état initial isotherme dans le moule, Antonucci et al. [3] proposent également une méthode de minimisation du gradient de polymérisation à travers l'épaisseur du composite en contrôlant la température de la surface du moule pendant la cuisson.

D'autres approches visant à réduire les gradients de polymérisation et le temps de cycle en modifiant la formulation chimique de la résine pendant l'injection ont également été étudiées [14, 15]. Comas-Cardonna et al. [15] ont démontré expérimentalement que l'homogénéisation du temps de gel d'une résine vinylester pouvait s'obtenir en variant la proportion du catalyseur et de l'initiateur pendant l'injection. Une autre technique visant

à minimiser les gradients longitudinaux de polymérisation dans le composite est le chauffage du moule par zones [16]. On impose une température décroissante dans le moule en fonction du temps d'arrivée de la résine dans les différentes zones du moule.

Dans la même optique, le préchauffage de la résine permet de diminuer l'impact de l'historique de sa température sur la polymérisation de la pièce et donc d'uniformiser le temps de gel et le degré de cuisson [17]. Lin et Young [17] ont montré qu'une réduction du temps de cycle de 30% pouvait être réalisée en préchauffant la résine à une température proche de la température de préchauffage du moule et de la préforme. Jonhson et al. [18] ont réalisé une étude similaire mais en préchauffant la résine à l'aide de micro-ondes.

Dans le cas du procédé d'injection flexible, il est important d'obtenir une température uniforme dans le moule, car la résine y pénètre très rapidement et fige tout aussi rapidement. Un chauffage par zone ou la variation de la proportion de catalyseur lors de l'injection ne sont donc pas nécessaires puisqu'à la fin de l'injection il n'y a pas de différences importantes dans l'historique de température de la résine, entre celle qui est injectée en premier et celle qui est introduite dans le moule en fin d'injection. Autrement dit, la polymérisation est peu affectée par l'historique de la résine dans le moule.

Notons qu'un gradient contrôlé de température à travers l'épaisseur du composite est parfois souhaitable. En effet, il a été démontré que le gradient de température entre les surfaces haute et basse du moule a une influence sur la rugosité de surface de la pièce. Lors de ses travaux avec un mélange de polyesters insaturés, Landry [19] a observé une rugosité minimale pour un gradient de température de 12 à 14°C entre les deux surfaces du moule. Dans le procédé RTM par exemple, afin d'obtenir un bon fini de surface du côté de la cavité du moule inférieur, le moule supérieur est chauffé à une température inférieure à celle du contre-moule. Ainsi, la résine cuit plus rapidement du côté du moule inférieur et le retrait de la résine fait que la pièce aura tendance à se détacher de la

surface du moule supérieur. En revanche, le contact de la pièce avec la surface du moule inférieur sera maintenu et ainsi le fini de surface de ce côté de la pièce sera préservé.

1.1.2. Contrôle de la température

Le contrôle en température des moules a été largement étudié aux fins des industries métallurgique et plastique. Il existe néanmoins peu d'études expérimentales sur la thermique des moules produisant des composites à matrice thermodurcissable. Les transferts thermiques dans ces moules ont par contre fait l'objet de nombreuses études et simulations numériques [20-22]. Le chauffage du moule et la cuisson à haute température présentent plusieurs avantages :

- Réduction du temps de gel et de cuisson du composite de plusieurs heures à une vingtaine de minutes ou moins. Dans le procédé RTM, ce temps peut être réduit à 10 minutes pour une pièce de 1m^2 à condition de disposer d'un bon contrôle de la température et d'un bon design de moule [23].
- Réduction de la viscosité de la résine, ceci diminue le temps de remplissage du moule et améliore l'imprégnation des fibres.
- Réduction ou élimination du temps de post-cuisson.
- Obtention d'un meilleur fini de surface, ceci requiert habituellement de contrôler le retrait de la résine par l'ajout d'agents anti-retrait.

Dans la plupart des procédés d'injection, le moule est préchauffé avant l'injection. Ainsi, le temps de chauffage du moule ne vient pas augmenter le temps de cycle de fabrication et l'écoulement de la résine dans la cavité est amélioré en diminuant la viscosité.

Les méthodes de chauffage les plus communément utilisées sont le chauffage électrique, le chauffage par fluide caloporteur circulant dans un circuit de canaux intégrés dans le

moule et le chauffage convectif dans un four ou dans une autoclave. Il existe également des moyens de chauffage du composite par rayonnement, le plus répandu étant le rayonnement ultraviolet. La méthode de chauffage de moule qui produit les meilleurs résultats est la méthode qui consiste à concevoir le moule en même temps que son système de chauffage. Chaque mode de chauffage présente des avantages et des inconvénients.

- Dans le cas d'un chauffage électrique, le dimensionnement et la distribution des éléments chauffants doivent être calculés. Le chauffage électrique ne permettant pas d'extraire la chaleur, un circuit de refroidissement à eau ou à huile vient souvent compléter le système de contrôle de la température du moule.
- Dans le cas d'un chauffage par fluide caloporteur, le débit et la température du fluide ainsi que le diamètre, l'emplacement et le matériau des conduits doivent être déterminés en fonction de la puissance calorifique à fournir au moule. L'analyse thermique du moule permet de planifier la configuration optimale du système de chauffage.
- Le chauffage des moules en autoclave ou dans un four à convection est assuré par un flux d'air chaud. Plusieurs moules peuvent ainsi être chauffés simultanément. Le contrôle de la température des moules par flux d'air convectif a été étudié par Abdullah et al. [24]. L'auteur propose d'optimiser les surfaces d'échange thermique dans le but d'améliorer l'efficacité du transfert de chaleur.
- Un procédé breveté de fabrication en moule fermé appelé QuickStep [25] emploie un fluide chauffé et pressurisé pour le chauffage et la compaction de laminés de pré-imprégnés. Un moule est mis en équilibre entre deux chambres de pressurisation séparées par deux membranes flexibles en élastomère. Le fluide de chauffage est maintenu en écoulement dans ces deux cavités de pressurisation et sa température est contrôlée suivant le cycle de cuisson désiré. Des études sur les performances du procédé QuickStep et sur la qualité des pièces produites par ce procédé ont été publiées [26, 27]. Cette méthode de cuisson a prouvé son efficacité pour les

matériaux pré-imprégnés [28]. Tel que décrit par Silcock [27], le procédé permet également de fabriquer des pièces tubulaires.

- Le chauffage de moule par induction est une approche nouvelle [29]. Un brevet est détenu par la compagnie Roctool pour ce type de chauffage [30, 31]. Le moule doit, néanmoins, être constitué d'alliages d'acier magnétique contenant du nickel ou du chromium. La société RocTool propose d'utiliser un revêtement de moule d'une conductivité électromagnétique différente selon les zones de chauffage.

1.1.3. Contrôle de l'ouverture du moule

Le démoulage ne doit s'effectuer que lorsque la température du composite est, de plusieurs degrés, inférieure à la température de transition vitreuse de la résine. Avant cela, la résine se trouve dans un état caoutchouteux qui ne permet pas le démoulage sans risque d'obtenir d'importants défauts en plus de rendre beaucoup plus délicate l'opération de démoulage.

Ces dernières années, plusieurs systèmes ont été développés pour le suivi en temps réel de l'avancement de la polymérisation et de l'écoulement de la résine dans le moule. Ces sondes exploitent différents principes comme le flux de chaleur, l'impédance, la viscosité ionique, les propriétés optiques [32] ou électromagnétiques [33] de la résine ou encore sa conductivité électrique [34]. Tous ces capteurs peuvent aider au contrôle du procédé.

L'ouverture du moule peut être initiée, par exemple, par le signal d'un thermocouple placé proche du point d'injection. Ce thermocouple détecte ainsi l'exotherme de température dans la dernière région de la pièce à polymériser. Les capteurs diélectriques donnent également un signal fiable de l'avancement de la polymérisation [35]. Rudd [36] suggère la possibilité d'utiliser des capteurs de pression pour détecter les variations de volume de la résine provoquées par son expansion thermique et son retrait. Ces deux

événements étant caractéristiques du degré d'avancement de la polymérisation, leur détection est d'un grand support pour le contrôle et l'optimisation du procédé. Noter que l'augmentation de la pression dans le moule induite par l'expansion thermique de la résine est encore plus prononcée si la résine contient des agents anti-retrait [37]. Les capteurs de pression présentent l'avantage sur les thermocouples de ne pas être intrusifs et de pouvoir détecter de façon fiable l'arrivée de la résine. Le procédé de fabrication peut être optimisé en réduisant le délai entre la fin de l'imprégnation et le début de l'exotherme enregistré par un thermocouple. La chute de pression provoquée par le gel de la résine est un événement encore plus intéressant puisqu'il se produit avant le pic exothermique. Il ouvre ainsi le champ à une optimisation encore plus poussée.

Les capteurs de flux de chaleur ne sont pas intrusifs et le résultat de leur mesure n'est pas affecté par la température. Ils sont en général encastrés dans le moule aussi proche que possible de la pièce. Ils permettent de détecter le flux de chaleur généré par la polymérisation de la résine. Des capteurs de flux de chaleur ont été exploités dans le cadre de cette étude.

1.1.4. Matériaux du moule

Le matériau constituant le moule a une importance considérable pour le contrôle en température [38]. Il existe un large éventail de matériaux potentiellement utilisables pour la fabrication des moules. Le choix du matériau d'un moule dépend du procédé de fabrication, de la température et de la pression de moulage, du système de résine, de la qualité du fini de surface désirée, de la cadence de production, du coût, etc. Un matériau aux propriétés thermiques médiocres prolongera le temps de cycle et rendra le contrôle en température plus difficile à cause d'un temps de réponse plus lent et d'une efficacité de transfert de chaleur moindre [39]. Un moule avec une masse thermique élevée et une conductivité thermique faible est donc plus adapté à la fabrication à température constante.

- Les moules en acier sont durables et solides. Ils permettent d'obtenir de très bons finis de surface même après une utilisation intensive. Cependant, leur inertie thermique est très importante, ce qui rend leur chauffage et refroidissement assez lent.
- Les moules en aluminium sont facilement usinables ce qui réduit leur coût. La conductivité thermique élevée de l'aluminium (200 W/m K) permet d'obtenir une température plus uniforme et des temps de réponse thermique plus courts. De même, sa faible densité facilite le chauffage et le refroidissement du moule [40].
- Les moules en nickel fabriqués par électrodéposition « *nickel shell mold* » ont une inertie thermique très faible. Ils sont généralement chauffés et refroidis par un circuit d'huile ou d'eau intégré dans la couche de nickel. La proximité de la source de chaleur du composite permet des cycles rapides de chauffage. Des moules RTM en nickel d'une surface allant jusqu'à 10 m² ont été utilisés avec succès dans l'industrie automobile [40].
- Le composite à renfort en fibres de verre (GRP) est couramment employé comme matériau pour la fabrication de moule RTM. Avec un moule en matériau composite, l'utilisation d'un système de chauffage électrique tel que des plaques ou des cartouches chauffantes est à éviter à cause du risque de surchauffe du matériau [40]. On préfère généralement le chauffage par un fluide caloporteur circulant dans des conduits intégrés dans le corps du moule. La conductivité thermique du GRP et du CFRP étant de l'ordre de 1 W/m.°K [40], ceci ne permet pas d'effectuer des cycles de chauffage et de refroidissement rapides.

Le Tableau 1.1 résume quelques propriétés des trois principaux matériaux utilisés pour les moules.

Tableau 1.1 : Propriétés de matériaux de moules

	Acier	Aluminium	Composite à renfort en fibres de verre
Conductivité thermique (W/m K)	60	200	1
Capacité calorifique (J/Kg K)	420	913	1000
Densité	7,9	2,7	1,5-2
Résistance Mécanique (MPa)	>300	50-500	150-400

1.1.5. Cinétique chimique de polymérisation et rhéologie des résines thermodurcissables

La cinétique de polymérisation d'une résine définit le temps de cuisson et fournit également une limite supérieure au temps d'injection. La cinétique chimique est donc un phénomène déterminant qui gouverne le temps de cycle. Le degré d'avancement de la polymérisation compris entre 0 et 1 est appelé degré de cuisson et est noté α . La valeur $\alpha=1$ correspondant à une résine complètement cuite. Typiquement, la polymérisation est activée par la chaleur. Les modèles de cinétique de polymérisation sont exprimés sous la forme générale suivante :

$$\frac{d\alpha}{dt} = f(\alpha, T) \quad (1.2)$$

où $\frac{d\alpha}{dt}$ est la vitesse de réaction et T la température.

Kamal-Sourour a proposé le modèle de cinétique chimique auto-catalytique suivant :

$$\frac{d(\alpha)}{dt} = (K_1 \cdot e^{\frac{-E_1}{RT}} + K_2 \cdot e^{\frac{-E_2}{RT}} \cdot \alpha^m) \cdot (1 - \alpha)^n \quad (1.3)$$

où K_1 et K_2 sont les constantes d'Arrhenius,

E_1 et E_2 sont les énergies d'activation de la réaction de polymérisation,

m et n sont les ordres de réaction,

et R est la constante des gaz parfaits.

Lors d'un cycle de fabrication, la viscosité de la résine évolue en fonction de la température et du degré de cuisson. Le modèle empirique de Lee est utilisé pour décrire cette évolution [41]:

$$\mu = \mu_{\infty} e^{\left(\frac{E_{\mu}}{RT} + K_{\mu} \alpha\right)} \quad (1.4)$$

où μ_{∞} est une constante, E_{μ} est l'énergie d'activation et K_{μ} est donné sous la forme :

$$K_{\mu} = a + \frac{b}{T} \quad (1.5)$$

Afin de réduire le temps de cycle, il faut autant que possible rapprocher le temps d'inhibition du temps de remplissage du moule sans compromettre l'imprégnation et le mouillage du renfort [42]. Autrement dit, la viscosité de la résine ne doit pas augmenter avant que le remplissage et l'imprégnation du renfort ne soient complétés.

1.1.6. Les résines vinylesters

Une résine thermodurcissable vinylester a été employée lors des essais de fabrication réalisés pour cette étude. Une présentation sommaire de ce type de résine est donnée dans cette section.

Les résines vinylesters sont produites à partir de résines époxy et d'acides monocarboxyliques insaturés tels que les acides acryliques et méthacryliques. Ce type de résines a été développé afin de combiner les propriétés mécaniques et thermiques de la résine époxy avec la cuisson rapide des polyesters insaturés [43]. Un grand nombre de résines vinylesters peut être obtenu en fonction de la résine et de l'acide utilisé. Bien que les résines vinylesters obtenues à partir d'époxy bisphénol-A soient les plus couramment utilisées, celles qui sont faites à base d'époxy novolaque possèdent de meilleures propriétés mécaniques, chimiques et thermiques [43].

Les résines vinylesters sont largement employées dans des applications industrielles telles que les revêtements, les cartes de circuits imprimés, les matériaux de construction, les pièces automobiles, et les composites renforcés en raison de leur vitesse de polymérisation à basse température et de leur simplicité de mise en œuvre. Les diluants réactifs utilisés sont généralement le styrène et divers acrylates. Les résines vinylesters sont également très utilisées pour la fabrication de grandes pièces avec des moules flexibles (VARTM, RTM-light, SCRIMP) [44]. Leur faible viscosité rend possible l'infusion de grandes pièces dans un temps raisonnable. Elles permettent aussi une cuisson à température ambiante. Les résines vinylesters sont caractérisées par un gel rapide à seulement moins de 5% de degré de cuisson et par un retrait assez important.

Han [45] a effectué des mesures de rhéologie sur de la résine vinylester promotée et catalysée en condition isothermes. Les résultats obtenus montrent une augmentation brutale de la viscosité durant la cuisson. En effet, la taille des molécules grandit lors de la polymérisation. Le comportement rhéologique de la résine vinylester non chargée est parfaitement newtonien. Cependant, lors des tests en cisaillement oscillant, le signal de

sortie enregistré n'est plus sinusoïdal pour des températures de cuisson supérieures à 40°C. Cette observation est typique d'un matériau au comportement viscoélastique non-linéaire. Le degré de non-linéarité augmente avec la température [45].

1.2. Contrôle de la pression

L'écoulement de la résine dans le renfort est décrit par la loi de Darcy pour les écoulements en milieu poreux à faible nombre de Reynolds ($Re < 1$) [46] :

$$\mathbf{v} = -\frac{[K]}{\phi \cdot \mu} (\nabla P) \quad (1.6)$$

Cette loi stipule que la vitesse d'imprégnation des fibres par la résine liquide est proportionnelle au gradient de pression ∇P . Elle dépend également de la perméabilité du renfort exprimée par son tenseur $[K]$ qui est fonction du taux volumique de fibres, et de la viscosité de la résine μ . Le couplage avec les équations de transfert thermique se fait à travers la viscosité qui dépend à la fois de la température et du degré de cuisson. L'équation **Erreur ! Source du renvoi introuvable.** est communément utilisée pour décrire un écoulement isotherme en RTM.

Dans les procédés d'injection sur renforts, il existe deux stratégies : l'injection à pression constante et l'injection à débit constant. Le contrôle de la pression pendant l'injection RTM se fait à travers le contrôle de la pression d'injection de la résine (ou du débit) et de la pression de vide appliquée à l'évent. Avec ce procédé, l'amplitude de ces deux paramètres ne changera pas le taux volumique de fibres de la pièce finale puisque le moule est rigide. Ces pressions déterminent, par contre, le temps de remplissage du moule et le taux de vides dans la pièce finale. La force de compaction exercée sur le renfort est produite par la fermeture du moule. Dans le procédé RTM, il arrive souvent que la pression d'injection de la résine soit maintenue après le remplissage du moule

[47]. D'après Olivero et al. [48], cela permet de réduire considérablement le taux de vides présent dans la pièce surtout au voisinage de l'évent.

Les procédés de fabrication en moule flexible ou semi-rigide comme le RTM-light ou le SCRIMP ou encore le VARTM emploient la pression atmosphérique comme pression de compaction. Cette dernière est donc limitée à la pression atmosphérique moins la pression de vide dans la cavité de moulage. La pression d'injection de la résine est également limitée par la pression atmosphérique, car une pression supérieure risquerait de déformer le contre-moule flexible. De plus, l'augmentation de la pression de vide implique la diminution de la perméabilité du renfort en raison de l'augmentation du taux volumique de fibres. Un choix judicieux du renfort pour de tels procédés est donc crucial pour ce type de procédé.

Les résines polyester et vinylester sont les plus utilisées pour la fabrication de grandes pièces au moyen de ces procédés [44]. La présence importante de styrène dans ce type de résine limite la pression de vide dans le moule. En effet, la pression de vapeur du styrène est de 13 mbar à 30 °C et de 53 mbar à 60 °C. L'évaporation du styrène sous l'effet de la pression de vide crée des bulles dans la pièce composite. Il faut donc veiller à maintenir une pression de vide inférieure à 0,9 bar pour empêcher un tel phénomène de se produire [44].

1.2.1. Loi de compaction du renfort

Sous l'effet de la pression de compaction, la préforme se déforme et se comprime. Son épaisseur diminue et le taux volumique de fibres augmente. Un modèle empirique donne la fraction volumique de fibres d'un renfort v_f pour une pression de compaction donnée P_c :

$$v_f = A P_c^B \quad (1.7)$$

où A et B sont des coefficients que l'on détermine expérimentalement.

Il est possible d'utiliser par la suite le modèle de Kozeny-Carman (1927-1937), qui lie la perméabilité K au taux volumique de fibres v_f :

$$K = \frac{R_s^2 (1 - v_f)^3}{4k v_f^2} \quad (1.8)$$

où R_s est le rayon caractéristique d'une fibre et k la constante de Kozeny.

Enfin, la loi de Terzhagi [49] stipule que la pression appliquée (P_{appl}) à un renfort saturé de résine liquide est égale à la somme de la contrainte supportée par le renfort (σ_{renf}) et de la pression statique de la résine ($P_{résine}$) souvent appelée pression interstitielle en mécanique des milieux poreux :

$$P_{appl} = \sigma_{renf} + P_{résine} \quad (1.9)$$

1.2.2. Taux de vide

Le taux de vides est le volume relatif des porosités présentes dans un matériau composite. Le taux de vides est le meilleur indicateur de la qualité d'imprégnation du renfort par la résine. Les propriétés mécaniques dépendent fortement de ce taux.

Olivero [48] a observé une diminution d'environ 15% de la résistance et du module de traction d'échantillons d'époxy renforcés par un mat en fibre de verre lorsque le taux de vides passe de 0,35 à 0,72 %. Les travaux de Chambers [50] révèlent une corrélation importante entre la présence de vides de grande taille ($> 0,03 \text{ m}^2$) dans un matériau composite et la diminution des propriétés mécaniques en fatigue.

Liu [51] observe une diminution exponentielle du taux de vides par l'augmentation de la pression lors de la cuisson en autoclave de laminés carbone/époxy . De même, les

travaux récents de Kaynak et al. [52] ont mis en évidence l'impact de la pression de vide et des températures de la résine et du moule sur les propriétés mécaniques d'une plaque composite époxy/verre fabriquée par RTM. Les résultats montrent que le vide dans la cavité de moulage améliore grandement les propriétés mécaniques en réduisant le taux de vides présent dans le composite. Kaynak a également montré que sur une plage de température allant de 25 à 120 °C, la température de moule produisant les meilleures propriétés mécaniques était de 60 °C. Encore une fois, sont en cause les mécanismes de formation de vides lors de l'injection. L'augmentation de la température d'injection a deux effets antagonistes. D'une part la formation de vides est favorisée par la dilatation thermique des gaz dans la résine liquide, par le raccourcissement du temps de gel et enfin par une vitesse d'écoulement plus élevée. D'autre part, la réduction de la viscosité de la résine améliore l'imprégnation et réduit le taux de vides [53].

La résine est généralement injectée à température ambiante dans un moule préchauffé. Il s'en suit, lors du remplissage du moule, l'apparition d'un gradient de température à travers l'épaisseur de la pièce. Dans le cas d'injection de pièces de grande épaisseur, ce gradient de température est responsable d'un gradient de vitesse dans l'écoulement de la résine. La résine proche des parois du moule étant plus chaude qu'au centre, sa viscosité est inférieure ce qui lui permet de s'écouler plus rapidement. Lebrun [54] a observé que ce phénomène pouvait être responsable de l'emprisonnement de bulles au centre de la pièce.

Dans l'objectif de réduire le taux de vides, Trochu et al. [55] ont réalisé une optimisation du débit de remplissage d'un moule rigide (RTM) ou à couvert flexible (VARI) grâce à un modèle numérique bidimensionnel. Les auteurs ont identifié un nombre capillaire, noté Ca^* , comme étant le paramètre critique influençant le taux de vides :

$$Ca^* = \frac{v \mu}{\gamma \cos \theta} \quad (1.10)$$

où γ est la tension de surface et θ l'angle de contact entre la résine et les fibres.

Ainsi, le débit d'injection de la résine peut être ajusté lors du remplissage du moule pour conserver un nombre capillaire proche de la valeur optimale minimisant le taux de vides.

1.2.3. Injection assistée par vibration

On trouve dans la littérature de nombreuses études sur le moulage des thermoplastiques assisté par vibration [56-64]. Dans l'industrie thermoplastique, Ibar [57] identifie trois catégories de procédés employant les vibrations :

- 1) L'emploi de vibrations dans le but d'homogénéiser et d'augmenter la densité et les propriétés mécaniques du matériau [61, 63, 64].
- 2) Le deuxième type de procédés exploite le comportement rhéologique des thermoplastiques soumis aux vibrations pour réduire leur viscosité.
- 3) Enfin le troisième type de procédé utilise les vibrations comme source de chaleur additionnelle.

Dans le cas des résines thermodurcissables, les travaux sur l'impact des vibrations mécaniques sur les performances du procédé et la qualité de la pièce sont plus rares. Les travaux de Gibson et al., en 1996 [65], et plus récemment en 2004 [66], suggèrent la possibilité de réduire le temps de remplissage du moule dans les procédés d'injection par l'introduction de vibrations mécaniques dans une gamme de fréquences allant de 10 à 60Hz. Selon ces auteurs une réduction de la viscosité de la résine peut être obtenue en pulsant une résine non-newtonienne lors de son injection dans le moule, réduisant ainsi le temps de remplissage du moule. Selon Song (2004) [67] et Ayorinde (1997) [68], ces vibrations n'ont pas uniquement pour effet de réduire la viscosité de la résine par cisaillement, mais elles permettraient également de réduire le taux vides. Les gaz emprisonnés gagnent en mobilité grâce aux vibrations et seraient plus facilement évacués. Les auteurs avancent également que l'imprégnation des fibres par la résine liquide peut être améliorée grâce à une plus grande mobilité des chaînes polymères

induite par les vibrations. Les zones riches en résine s'en trouveraient également réduites.

Stabler [69] a effectué des mesures de taux de vides sur des pièces époxy renforcées par des fibres de carbone fabriquées dans un moule RTM placé sur une table vibrante. Les résultats obtenus avec une résine non-dégazée montrent une diminution drastique du taux de vides pour une fréquence de vibration de 10Hz. L'auteur n'apporte pas d'explication à cette diminution. Ghiorse [70] a réalisé une étude similaire à celle de Stabler mais avec un matériau pré-imprégné en carbone époxy (0/90)_{4s} cuit sous vide dans un four. Un vibreur à air comprimé fixé sur le moule génère des vibrations à une fréquence de 40 à 50Hz. Les vibrations sont maintenues jusqu'au gel de la résine. Il obtient ainsi grâce aux vibrations une réduction du taux de vides de 2.5 à 1.2%. Selon l'auteur, les vibrations ont facilité la migration et l'extraction des bulles du composite.

Enfin, Song [67] a tenté, en 2004, de modéliser numériquement un moulage assisté par vibrations en introduisant dans le modèle d'écoulement un comportement non-newtonien de la résine l'effet de thixotropie et la réduction de viscosité sous l'effet du cisaillement.

CHAPITRE 2 : TEMPÉRATURE ET PRESSION DU FLUIDE DE COMPACTION

L'objectif de ce chapitre est de mieux comprendre les phénomènes physiques mis en jeu par le chauffage et la pulsation du fluide de compaction dans le procédé d'injection flexible. Afin de cerner les problèmes étudiés, une description du procédé de fabrication par injection flexible est donnée au début de ce chapitre. Puis, le contrôle de la vitesse d'injection, de la température et de la pression du fluide de compaction sont introduits et leurs avantages discutés. Ce chapitre aide également à mieux comprendre les exigences techniques qui ont guidé la conception du système de contrôle présentée dans le Chapitre 3. Il apporte aussi des éclairages sur les choix des variables d'études des travaux expérimentaux exposés dans le Chapitre 4.

2.1. Présentation du procédé de fabrication par injection flexible

Le procédé d'injection flexible avec fluide de compaction est un procédé de fabrication à moule fermé de pièces en matériaux composites à haute performance constituées d'une matrice polymère renforcée par des fibres. Cette nouvelle approche fait l'objet d'un brevet en cours de validation [71]. Ce procédé a été développé à partir du principe du moulage par transfert de résine afin de réduire la durée du cycle de fabrication et de diminuer les coûts relativement aux procédés de fabrication traditionnels comme le RTM ou encore la fabrication en autoclave.

À la différence du RTM, le procédé d'injection flexible, tel qu'illustré à la Figure 2.1, emploie un moule constitué non pas d'une cavité, mais de deux chambres séparées par

une membrane flexible étanche. La résine est injectée dans la chambre inférieure qui contient le renfort. Dans la chambre supérieure est injecté un fluide dit de compaction.

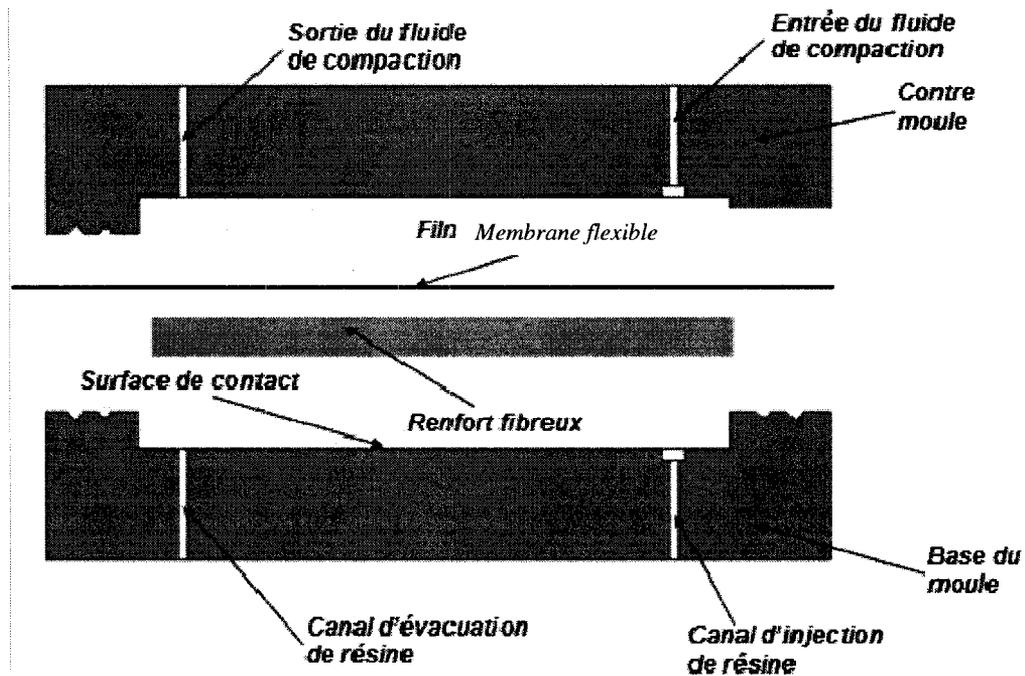


Figure 2.1 : Description des différentes composantes d'un moule d'injection flexible.

Lors de la phase d'injection de la résine, la plus grande partie de celle-ci s'écoule rapidement entre la préforme et la membrane flexible (Figure 2.2). Elle est ensuite forcée à imprégner la préforme transversalement par l'injection du fluide de compaction (Figure 2.3). La consolidation du composite est ensuite réalisée par la pression uniforme exercée par le fluide de compaction sur la pièce (Figure 2.4). Ainsi, comme en autoclave, il est possible de contrôler la pression appliquée sur le composite pendant tout le cycle de fabrication.

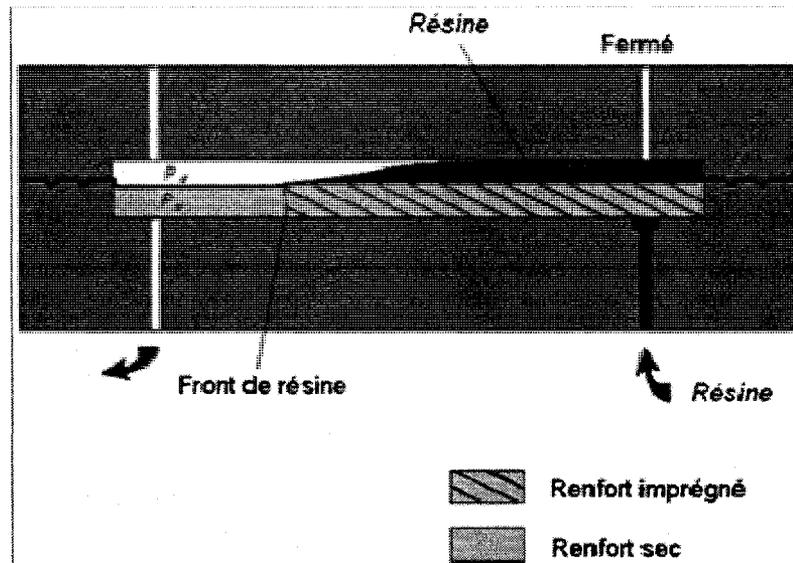


Figure 2.2 : Injection de la résine.

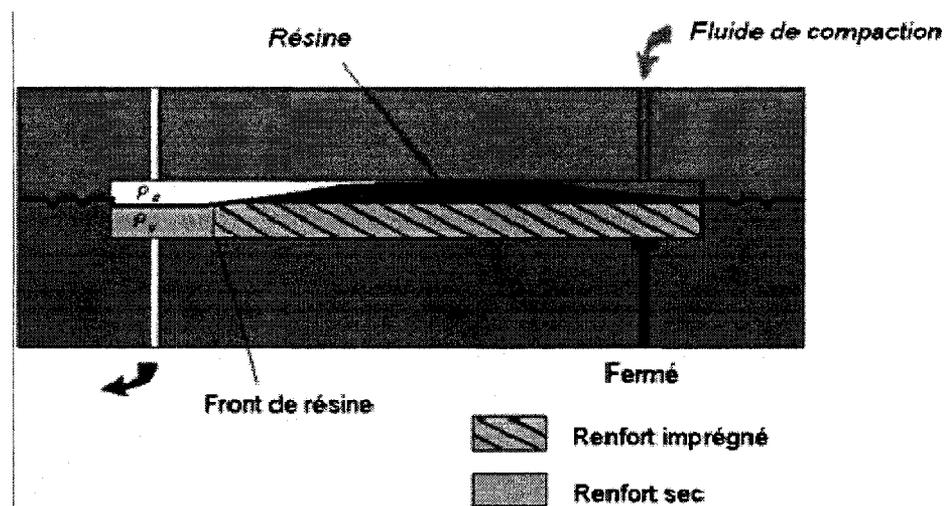


Figure 2.3 : Injection du fluide de compaction.

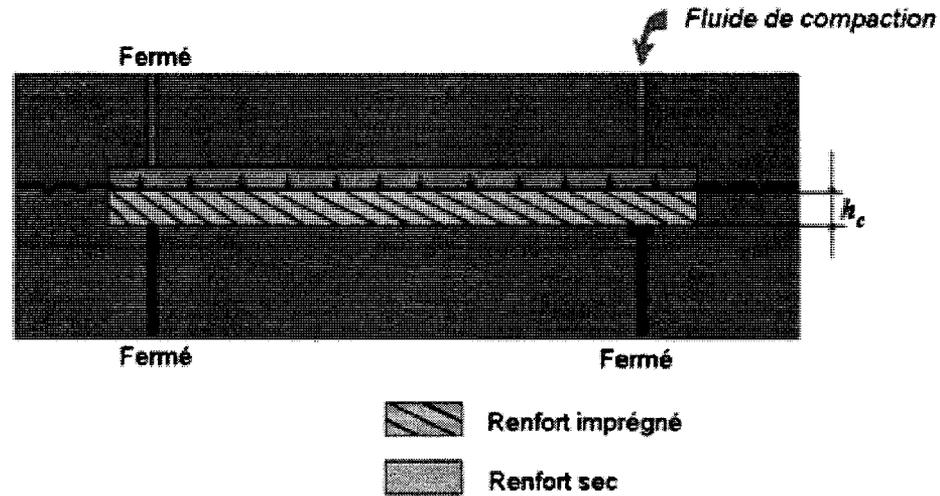


Figure 2.4 : Compaction homogène des fibres imprégnées.

Le temps d'injection est considérablement réduit car la résine peut remplir rapidement le moule sans que le renfort n'y oppose de résistance. Le contrôle de l'imprégnation et de la compaction du renfort est assuré ensuite grâce à l'injection et la mise sous pression du fluide de compaction.

Les principales étapes de la procédure d'injection flexible sont :

1. La pression de vide est réalisée dans les deux cavités mais en veillant à ce que le vide soit plus important dans la chambre de compaction. Ainsi, la chambre de compaction est vidée de son fluide et la membrane flexible est soulevée pour permettre l'introduction rapide de la résine dans la chambre inférieure.
2. Une quantité de résine bien définie est injectée dans le moule à une pression d'injection ne dépassant pas 2 bars.

3. Une fois l'injection terminée, le port d'injection est fermé.
4. Le fluide de compaction est injecté au débit, à la température et à la pression désirés.

2.2. Contrôle de la vitesse d'injection du fluide de compaction

Les précédentes études menées par la chaire sur les paramètres d'injection du fluide de compaction ont montré l'importance de la vitesse d'écoulement du fluide à l'intérieur de la cavité du moule [72, 73]. Ces études employaient un différentiel de pression pour injecter le fluide de compaction. Une fois la cavité de compaction remplie, le fluide était maintenu au repos. Dans ces conditions, il est alors difficile de contrôler le débit du fluide de compaction pendant son injection. Ces études ont conclu que si lors de l'injection du fluide de compaction, le front du fluide de compaction dépasse celui de la résine, la partie non imprégnée de la préforme se trouve alors compactée prématurément, rendant plus difficile son imprégnation et conduisant à la formation de zones sèches dans la pièce. Afin de palier à ce problème, le débit du fluide de compaction doit être contrôlé de manière plus précise.

Dans cette étude, une pompe volumétrique a été employée pour l'injection du fluide de compaction, ce qui a permis de réguler le débit de fluide quelque soit la pression dans le moule. Ainsi, l'avancée du fluide de compaction dans le moule est mieux contrôlée.

2.3. Contrôle de la température du fluide de compaction

Avec le contrôle en température du fluide de compaction, le procédé d'injection flexible se distingue du procédé RTM traditionnel par le mode de transfert de chaleur et la source de chaleur. Les deux modes de transfert de chaleur en présence dans un moule à

injection flexible sont : 1) convection entre le fluide et la membrane; 2) conduction à travers la membrane, le composite et le moule rigide. En fait, ce mode de cuisson est plus proche de la cuisson en autoclave où le fluide, en l'occurrence, de l'air chaud sous pression, est soufflé sur la pièce et le moule.

Le contrôle en température au moyen du fluide de compaction présente un grand nombre d'avantages, énumérés ci-dessous :

- Le temps de cuisson est plus court, puisqu'il y'a un apport de chaleur par le fluide de compaction.
- Le contrôle en température du fluide de compaction offre la possibilité de refroidir rapidement la pièce une fois un degré de cuisson suffisant atteint. Le refroidissement s'effectue en injectant un fluide de compaction froid ou en refroidissant le fluide dans un échangeur de chaleur. Ainsi, le démoulage peut s'effectuer plus tôt et la durée du cycle de fabrication est réduite.
- Le flux convectif permet d'évacuer rapidement la chaleur du pic exothermique de la résine, diminuant ainsi les contraintes résiduelles et le risque de défauts dans la pièce. Cet aspect pourrait se révéler avantageux en particulier pour la fabrication de pièces épaisses. En employant un capteur de flux de chaleur, la température du fluide de compaction pourrait être contrôlée en fonction de l'intensité du flux de chaleur et de sa direction. La température du fluide de compaction pourrait être réduite lorsque débute l'exotherme de polymérisation afin de maintenir la température de la pièce à la température de cuisson, chose plus difficile à réaliser avec un moule RTM en acier.
- Une plus grande précision est possible dans le contrôle de la température de cuisson, puisque le fluide de compaction est mis en circulation dans la chambre de compaction du moule et est constamment renouvelé et sa température contrôlée. La capacité calorifique importante du fluide minimise les fluctuations de

température. La proximité du fluide de chauffage de la pièce composite garantit un temps de réponse rapide.

- Une meilleure uniformité de la distribution de température. L'écoulement convectif du fluide de compaction dans le moule devrait minimiser les gradients de température et donc réduire les contraintes résiduelles, améliorant ainsi la tolérance dimensionnelle de la pièce.
- Obtenir des temps de réponse courts. La résine doit être maintenue liquide durant les phases d'injection, d'imprégnation et de consolidation afin de ne pas compromettre le remplissage du moule ou la bonne imprégnation des fibres. Sachant cela, le fluide de compaction peut être injecté à une température plus élevée que celle du moule afin d'initier la polymérisation une fois l'injection terminée. Ceci est particulièrement intéressant avec un système de résine très réactif.
- Plusieurs moules peuvent être chauffés avec un seul système de fluide de compaction diminuant ainsi les coûts d'exploitation.
- La chaleur transmise au composite par le fluide de compaction diminue la viscosité de la résine et par conséquent, améliore la mouillabilité des fibres et l'imprégnation du renfort.
- Il n'est pas nécessaire de chauffer (ou de refroidir) la partie supérieure du moule, puisque la chaleur est fournie par le fluide de compaction.
- Le maintien en circulation du fluide de compaction à une température constante permet, dans une certaine mesure, de s'affranchir des pertes de chaleur du contre-moule qui sont susceptibles de créer des gradients indésirables de température dans le moule.

2.3.1. Lois de transfert de chaleur dans le procédé d'injection flexible

La résine réactive présente dans le moule génère et échange de la chaleur avec le moule inférieur et une membrane située au dessus. La membrane est elle-même soumise à la convection forcée d'une huile chauffée. Ainsi l'apport de chaleur pour initier et soutenir la cuisson se fait simultanément à travers le moule inférieur et le fluide caloporteur y circulant. Le problème de transfert de la chaleur est régi par des équations de conduction et de convection. La convection se produit entre le fluide de compaction et la membrane alors que la conduction est active dans la membrane et le composite.

L'utilisation de modèle unidimensionnel pour simuler le transfert de chaleur dans un moule est chose courante. En faisant ici l'hypothèse d'une variation négligeable de température dans la largeur et la longueur de la pièce [3, 74], il est possible d'écrire le bilan de flux de chaleur dans la direction x perpendiculaire à la surface de la pièce comme indiqué sur la Figure 2.5. La conduction dans la membrane est régie par la loi de Fourier :

$$\frac{\partial^2 T}{\partial x^2} = \frac{1}{\alpha_m} \frac{\partial T}{\partial t} \quad (2.1)$$

où t est le temps et α_m est la diffusivité thermique de la membrane donnée par :

$$\alpha_m = \frac{k_m}{\rho_m \cdot C_{p_m}} \quad (2.2)$$

où k_m , C_{p_m} et ρ_m sont respectivement la conductivité, la chaleur spécifique et la masse volumique de la membrane.

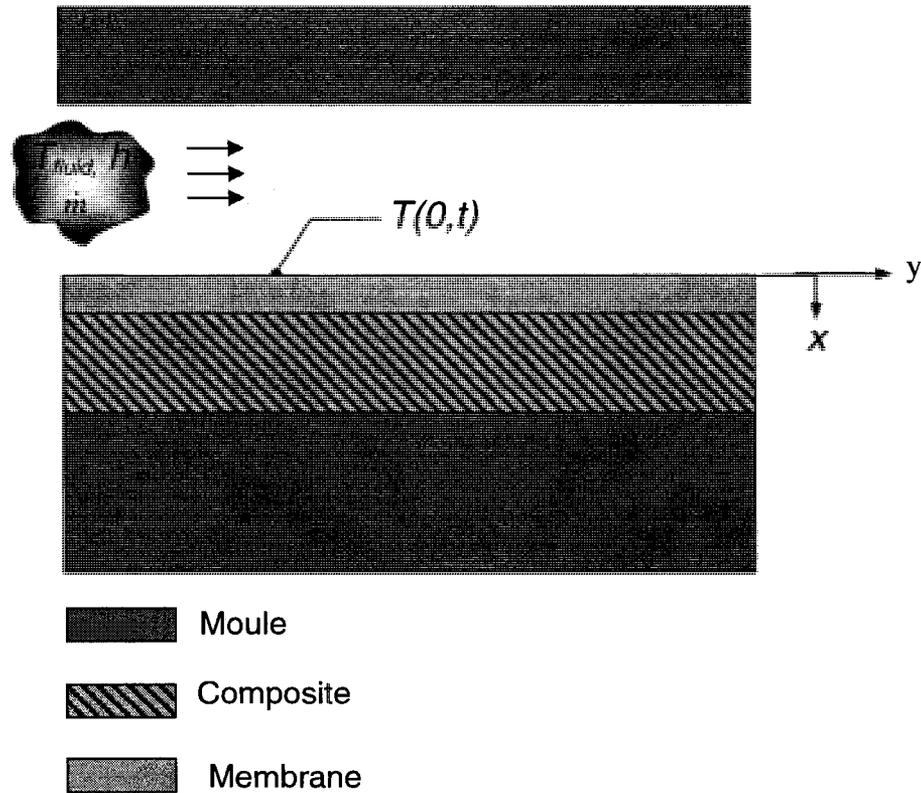


Figure 2.5 : Schéma de la disposition des media du flux de chaleur.

Le transfert de chaleur dans le composite est gouverné par la même loi mais avec un terme source supplémentaire :

$$\frac{\partial^2 T}{\partial x^2} + \frac{\dot{q}}{k_c} = \frac{1}{\alpha_{tc}} \frac{\partial T}{\partial t} \quad (2.3)$$

où k_c est la conductivité thermique du composite, α_{tc} la diffusivité thermique du composite et \dot{q} représente le terme source modélisant la génération de chaleur par la réaction de polymérisation. Ce terme source peut être exprimé en fonction de la vitesse de réaction $\dot{\alpha}$ et de la chaleur totale de polymérisation ΔH_p , comme suit :

$$\dot{q} = \dot{\alpha} \cdot \Delta H_r \quad (2.4)$$

La condition aux limites de convection entre la membrane et le fluide de compaction s'écrit :

$$-k_m \cdot \left. \frac{\partial T}{\partial x} \right|_{x=0} = \bar{h} \cdot [T(x=0, t) - T_{fluide}] \quad (2.5)$$

Le coefficient de convection \bar{h} dépend entre autre du débit du fluide de compaction. Étant donné que le débit est l'un des paramètres étudiés, il faut trouver ici une loi de variation du coefficient de convection en fonction du débit.

Afin de caractériser au mieux l'importance des deux types de transferts (conductif et convectif), le nombre de Nusselt Nu peut être utilisé. Il représente le rapport entre les deux modes de transfert :

$$Nu_y = \frac{h \cdot y}{k_f} \quad (2.6)$$

où k_f est la conductivité thermique du fluide, et y la coordonnée spatiale telle qu'indiquée sur la Figure 2.5.

Il est possible de prédire le régime d'écoulement du fluide s'écoulant dans la chambre de compaction en calculant le nombre de Reynolds. Son expression est donnée par :

$$Re = \frac{U \cdot d}{\nu} \quad (2.7)$$

où U est la vitesse du fluide et d est la profondeur de la chambre de compaction. Lors des essais réalisés dans le cadre de cette étude on avait :

$$U = 1,53 \text{ m/s}$$

$$d = 1,5 \text{ mm}$$

$$\nu = 20 \cdot 10^{-6} \text{ m}^2/\text{s} \quad (T = 100 \text{ }^\circ\text{C})$$

Ce qui donne une valeur du nombre de Reynolds de 115. Le régime d'écoulement du fluide de compaction dans le moule est donc laminaire. En résolvant simultanément les équations des couches limites thermique et dynamique laminaire, on obtient l'expression suivante du nombre de Nusselt :

$$Nu_y = 0.332 \cdot Pr^{1/3} \cdot Re_y^{1/2} \quad (2.8)$$

où le nombre de Reynolds Re_y et le nombre de Prandtl Pr sont définis comme suit :

$$Re_y = \frac{U_\infty \cdot y}{\nu} \quad (2.9)$$

$$Pr = \frac{\nu}{\alpha_t} \quad (2.10)$$

où ν est la viscosité du fluide et U_∞ la vitesse du fluide de compaction au-delà de la couche limite dynamique.

On cherche à présent, non pas une expression du coefficient de convection local h_y , mais une valeur moyenne. Le nombre de Nusselt moyen sur une longueur L est donné par :

$$\overline{Nu} = 2 \cdot Nu|_{y=L} \quad (2.11)$$

Ainsi, on déduit :

$$\bar{h} = \frac{\overline{Nu} \cdot k_f}{L} \quad (2.12)$$

2.3.2. Facteurs influençant l'efficacité du contrôle en température par le fluide de compaction

Il ressort des équations de transfert de chaleur développées plus haut que l'efficacité de l'échange de chaleur entre le fluide de compaction et le composite ainsi que le temps de réponse thermique du moule dépendent principalement des propriétés thermiques de la membrane et du fluide de compaction, du débit et de la température du fluide de compaction, de l'épaisseur de la membrane et enfin des résistances thermiques de contact.

Propriétés thermiques de la membrane

Pour évaluer la capacité d'un matériau à transmettre de la chaleur par conduction, on se réfère généralement à sa diffusivité thermique souvent notée α_t :

$$\alpha_t = \frac{k}{\rho C_p} \quad (2.13)$$

où k est la conductivité thermique, C_p la chaleur spécifique et ρ la densité. La conductivité des élastomères peut être améliorée par l'ajout de charges conductrices dans leur formulation. La membrane en silicone conducteur a une conductivité thermique qui se situe dans le même ordre de grandeur que celle d'un moule en matériau composite, mais sa faible épaisseur permet un transfert de chaleur plus rapide du fluide chaud vers la pièce composite. Le chauffage du fluide de compaction présente donc un très grand intérêt pour les moules en composites (GRP ou CFRP) dont le chauffage est assez délicat en raison de leur faible conductivité thermique.

Propriétés thermiques du fluide de compaction

Les principales propriétés sont la chaleur spécifique et la conductivité thermique. Ces propriétés font partie des critères de sélection du fluide de compaction. On les retrouve dans les nombres de Prandtl (Pr) et de Nusselt (Nu).

Débit et régime d'écoulement du fluide de compaction

Le coefficient de convection h est proportionnel à la vitesse d'écoulement du fluide. Dans le cas d'une chambre de compaction mince, le débit est limité par la perte de charge qui se produit entre l'entrée et la sortie du moule. Le régime d'écoulement dans la chambre de compaction doit être turbulent afin de maximiser le transfert de chaleur. L'écoulement pulsé d'un fluide caloporteur est rapporté par Rohsenow et al. [75] comme améliorant le transfert de chaleur particulièrement pour des nombres de Reynolds se situant dans la zone de transition. L'auteur explique cette observation par le fait que les pulsations forcent la transition vers un régime d'écoulement turbulent.

Différentiel de température entre le fluide de compaction et la membrane

Le flux de chaleur convectif du fluide de compaction vers la membrane est linéairement proportionnel à cette différence de température. Le fluide de compaction pourrait être injecté à une température supérieure à la température de cuisson pour créer une rampe de température plus rapide.

Épaisseur de la membrane

La membrane doit être aussi mince que les contraintes de résistances mécaniques et de fiabilité le permettent. Notons que la membrane est soumise à la pression du fluide de compaction, qui la comprime et diminue son épaisseur.

Résistance thermique de contact

Les résistances thermiques de contact entre la membrane, le composite et le moule ne peuvent être minimisées. Cependant, la pression de compaction réduit la résistance thermique de contact entre le composite et la membrane et entre le moule et le composite. Elle maintient le composite en contact avec le moule tout au long du cycle de cuisson en dépit du retrait de la résine. La membrane est également maintenue en contact avec le composite en dépit des aspérités et irrégularités du renfort.

2.4. Contrôle de la pression du fluide de compaction

Le contrôle de la pression du fluide de compaction peut se faire par deux moyens selon le type de dispositif d'injection de ce fluide. Dans le cas de l'utilisation d'un réservoir de fluide de compaction pressurisé, telle que montrée par la Figure 2.6, la pression du fluide est contrôlée grâce à un régulateur de pression d'air situé sur le pot de pression. Ce type de dispositif en circuit ouvert ne permet pas le chauffage ou la pulsation prolongée du fluide de compaction. Dans le cas de l'emploi d'une pompe hydraulique tel que décrit par la Figure 2.7, une simple valve de régulation de la pression située en aval du moule permet d'ajuster la pression du fluide de compaction. C'est une configuration en circuit fermé.

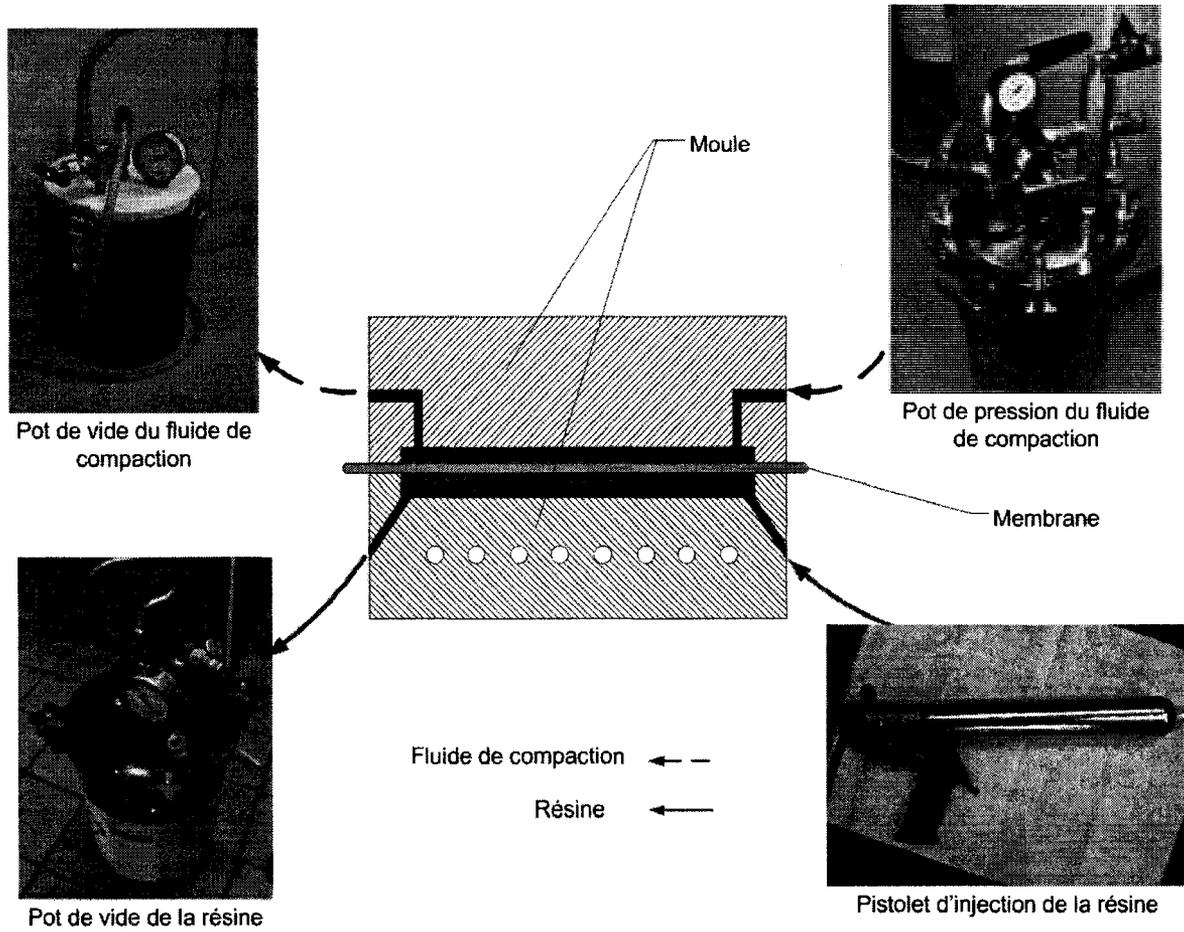


Figure 2.6 : Injection flexible avec fluide de compaction en circuit ouvert.

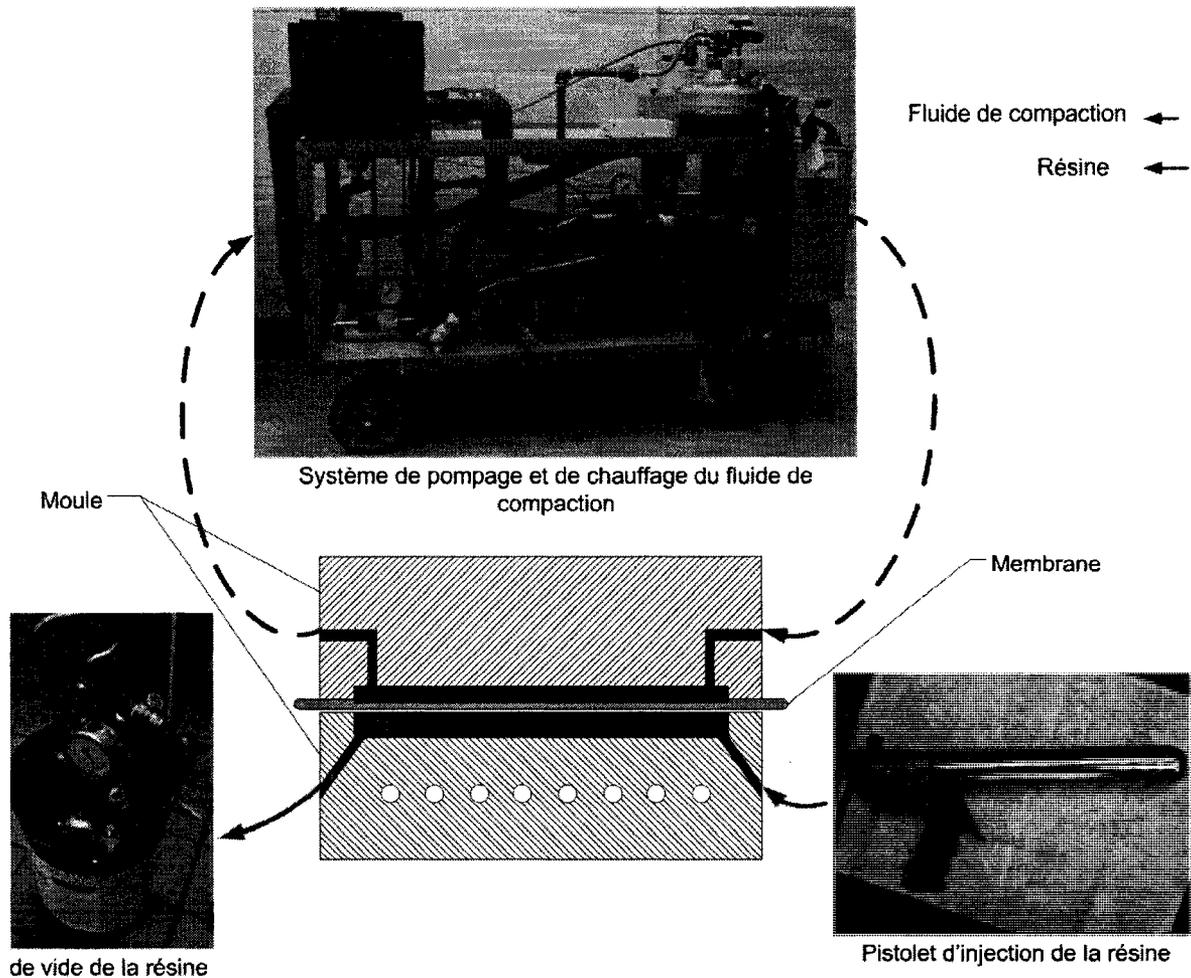


Figure 2.7 : Injection flexible avec système de pompage du fluide de compaction (circuit fermé).

Dans le procédé d'injection flexible, la pressurisation du fluide de compaction lors des étapes de consolidation et de cuisson permet d'augmenter le taux volumique de fibres en compactant la préforme. Cela permet également de maintenir une pression dans la résine liquide après que le port d'injection ait été fermé. Cette pression est essentielle à l'obtention de propriétés mécaniques élevées puisqu'elle s'oppose à l'expansion des vides à l'intérieur du composite [48]. De plus, la pression du fluide de compaction

maintient la pièce en contact avec la surface du moule inférieur pendant toute la durée du cycle, améliorant ainsi l'état de surface.

La pression du fluide de compaction provoque la déformation élastique du renfort et l'écoulement de la résine jusqu'à équilibre de la pression selon la loi de Terzagui décrite par l'équation **Erreur ! Source du renvoi introuvable.** Maintenir l'évent ouvert pendant l'injection du fluide de compaction permet d'évacuer l'excédent de résine du composite et de drainer les bulles de gaz encore présentes dans la résine.

Selon que l'on se trouve dans la configuration de la Figure 2.6 ou celle de la Figure 2.7, les pulsations du fluide de compaction peuvent être créées par deux méthodes distinctes. Dans le cas de la configuration en circuit ouvert, il est possible d'utiliser une ou deux valves hydrauliques directionnelles à commande proportionnelle. En alternant leur ouverture et fermeture à la fréquence désirée, des oscillations de pression sont créées dans le fluide de compaction. Des essais réalisés au CCHP ont employé une valve Rexroth (4WREE10W). Des amplitudes de pression entre 1 et 2 bars à une fréquence de 1 à 50 Hz ont ainsi pu être obtenues. Dans le cas d'une configuration en circuit fermé (Figure 2.7), l'emploi d'une pompe hydraulique axiale à pistons, amputée de un ou deux pistons, permet d'obtenir des oscillations de pression de l'ordre de 6,9 bar à une fréquence allant de 5 à 60 Hz.

Les oscillations de pression du fluide de compaction ont pour vocation d'améliorer l'imprégnation de la préforme par la résine et de favoriser son écoulement en vue d'uniformiser la distribution d'épaisseur de la pièce finale.

Supposons que l'imprégnation des fibres se produit uniquement transversalement. Durant la phase d'imprégnation, la puissance \mathcal{P} des pulsations transmises au composite est le produit de la force de compaction F et de la vitesse de déplacement de la résine liquide v :

$$\mathcal{P} = \vec{F} \cdot \vec{V} \quad (2.14)$$

La force de compaction du fluide est le produit de la pression oscillante du fluide de compaction par l'aire S du moule, soit en se donnant une variation de pression sinusoïdale d'une amplitude A et d'une pulsation ω :

$$F = S \cdot (A \cdot \sin(\omega t) + \bar{P}) \quad (2.15)$$

L'imprégnation transverse s'effectue selon la loi de Darcy :

$$v = -\frac{K \cdot \nabla P}{\mu(f)} \quad (2.16)$$

Notons ici que la viscosité du fluide μ a été écrite comme une fonction de la fréquence f pour rendre compte de la dépendance de la viscosité du taux de cisaillement dans l'éventualité de l'utilisation d'une résine chargée de particules (phénomène rhéologique de « shear thinning »). Il aurait également été possible d'écrire la viscosité comme une fonction du temps dans le cas d'une résine au comportement thixotropique. En supposant que le gradient de pression en fin d'imprégnation transversale est :

$$\nabla P = \tau \cdot \frac{A \cdot \sin(\omega t) + \bar{P}}{h_c} \quad (2.17)$$

où τ est un facteur d'amortissement des pulsations et h_c est l'épaisseur du composite. Ce facteur a été évalué expérimentalement comme se situant entre 0,7 et 0,85. On obtient ainsi l'expression de la puissance instantanée transmise à la résine par le fluide de compaction :

$$\mathcal{P} = S \cdot (A \cdot \sin(\omega t) + \bar{P}) \cdot \frac{K}{\mu(f)} \cdot \tau \cdot \frac{A \cdot \sin(\omega t) + \bar{P}}{h_c} \quad (2.18)$$

Notons qu'il est difficile de poursuivre le développement en l'absence d'un modèle empirique donnant l'évolution de la perméabilité transverse d'une préforme sous l'effet d'une compaction cyclique rapide. L'hypothèse d'une perméabilité constante est faite

pour le reste des calculs. La puissance moyennée sur la durée du cycle de fabrication t_c est donnée par l'intégrale :

$$\bar{\mathcal{P}} = \frac{1}{t_c} \int_0^{t_c} \mathcal{P} \cdot dt \quad (2.19)$$

Enfin, en calculant l'intégrale, on observe que quelque soit la fréquence, la puissance moyenne se stabilise à la valeur de :

$$\bar{\mathcal{P}} = \frac{A^2 + 2\bar{P}^2}{2} \cdot S \cdot \frac{K}{\mu(f) \cdot h_c} \cdot \tau \quad (2.20)$$

Il est donc possible de conclure que, dans le cas d'une résine au comportement newtonien et d'une perméabilité de renfort constante, la puissance moyenne est indépendante de la fréquence des oscillations de pression. Bien que la validité de ces calculs soit questionnable, ils font ressortir la difficulté d'obtenir une solution permanente à un écoulement instationnaire dans un milieu poreux. Une expression de perméabilité dynamique permettrait peut être d'expliquer l'effet des pulsations sur l'écoulement de la résine.

CHAPITRE 3 : CONCEPTION ET FABRICATION D'UN SYSTÈME DE CHAUFFAGE ET DE PULSATION DU FLUIDE DE COMPACTION

Afin de mener la présente étude, un système expérimental de contrôle de la température et de la pression du fluide de compaction a été conçu et réalisé. Ce système pompe en circuit fermé le fluide de compaction dans le moule et régule sa température, sa pression et son débit. Le système pulse également la pression du fluide à une fréquence réglable. Ce chapitre présente ce système et décrit son fonctionnement. Les éléments de conception sont également discutés pour les différents composants du système. Le choix du fluide de compaction et du matériau de la membrane ont une incidence sur les performances du système de pompage du fluide de compaction. Par conséquent, ils peuvent être considérés comme parties intégrantes de ce système. Leur sélection est donc également présentée dans ce chapitre.

3.1. Conception du système

Dans cette section, les éléments et les choix de design du système de contrôle de la température et de la pression du fluide de compaction sont présentés. La Figure 3.1 représente le schéma fonctionnel du système de contrôle de la température et de la pression du fluide de compaction. Dans les paragraphes suivants, les numéros entre parenthèses renvoient aux différents éléments du diagramme de la Figure 3.1.

Le fluide de compaction est pompé à partir d'un réservoir à une pression atmosphérique (1) vers la pompe (4). Un filtre hydraulique à huile (3) de type « spin-on » protège la pompe des particules solides de plus de 10 microns. Une jauge de pression différentielle est montée en parallèle sur le filtre pour surveiller son état et changer la cartouche

lorsque la chute de pression créée par le filtre est trop importante. Une valve (2) placée juste avant le filtre coupe l'arrivée du fluide pour permettre le remplacement de la cartouche du filtre.

La hauteur entre le réservoir et la pompe crée suffisamment de hauteur de charge pour alimenter la pompe et prévenir la cavitation. Afin de réduire la dépression à l'entrée de la pompe, la canalisation entre la pompe et le réservoir a un diamètre plus large que le reste du circuit. Une jauge mesure la pression d'aspiration à l'entrée de la pompe. Cette jauge est remplie de glycérine pour amortir les variations brutales de pression. Un raccord flexible est installé sur cette canalisation afin de ne pas transmettre les vibrations de la pompe au réservoir. Une valve de sécurité ajustable (7) est installée à la sortie de la pompe pour prévenir toute surpression dans le circuit hydraulique. Sa ligne de décharge mène le fluide au réservoir. La pression d'ouverture de cette valve a été réglée à 10,3 bar. Une description détaillée de la pompe est donnée au paragraphe 3.3.1.

En aval de la pompe, une valve trois-voies (8) permet de diriger le fluide sous pression vers le moule (9) ou vers la ligne de retour du système. Sur la ligne de retour du moule, une valve de précision (11) sert à ajuster manuellement la pression dans le moule. Afin de réduire les pertes de charges dans le système, des raccords rapides sans restriction pour débits élevés ont été choisis pour connecter le moule au circuit. Une valve anti-retour (10) prévient l'écoulement inverse du fluide dans la ligne de retour du moule.

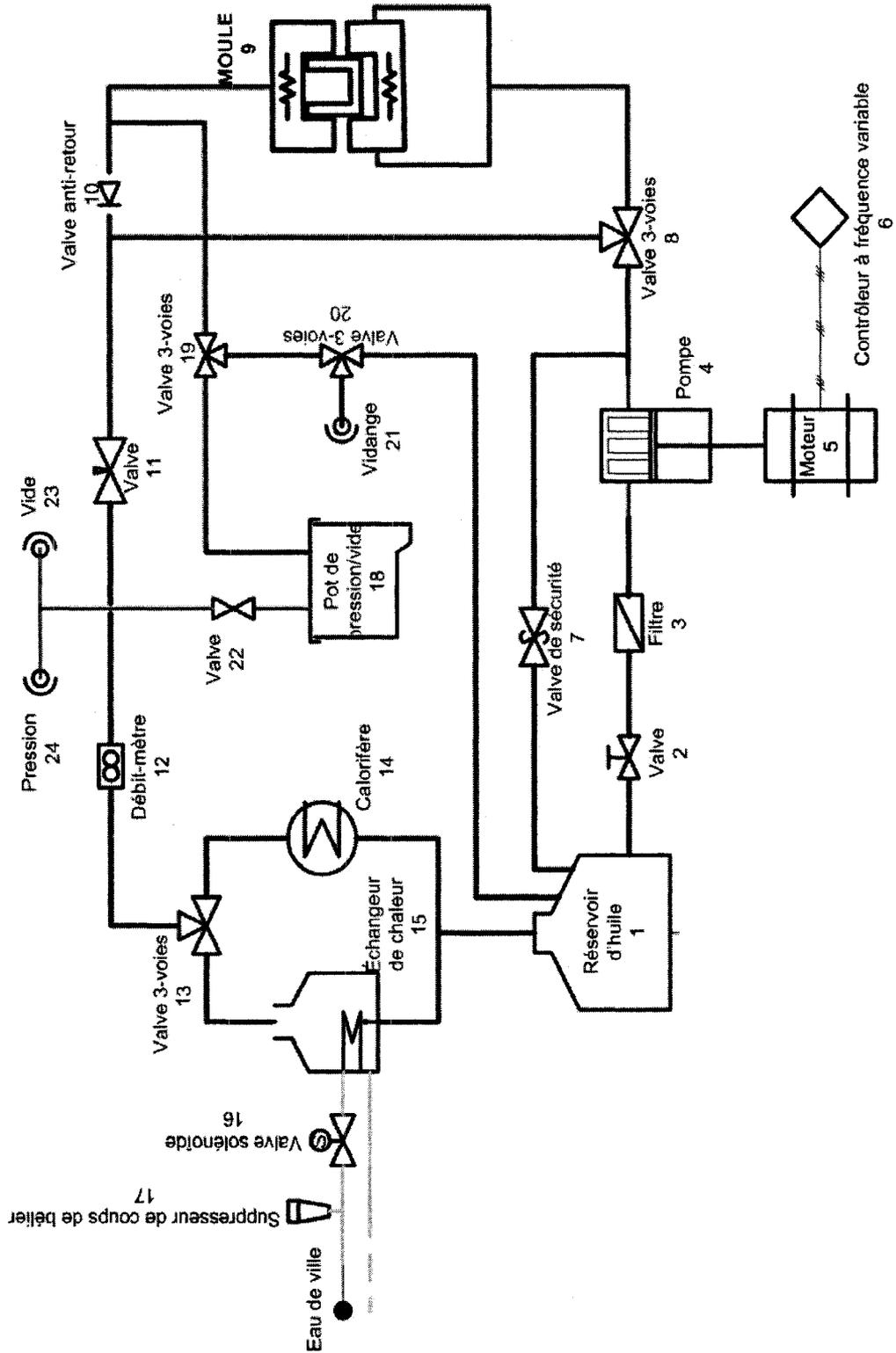


Figure 3.1 : Schéma du circuit du fluide de compaction.

En aval de la valve de réglage de la pression, sur la ligne basse pression, se trouvent les éléments de chauffage et de refroidissement. Une valve trois-voies (13) permet d'orienter le fluide vers l'unité de chauffage (14) ou vers un échangeur de chaleur (15) refroidi par de l'eau. L'élément chauffant a une puissance de 2000 W. Ces deux éléments ont été placés en parallèle sur le circuit afin de diminuer l'inertie thermique du système aussi bien lors du chauffage que lors du refroidissement. La circulation de l'eau de refroidissement est contrôlée par une valve solénoïde (16). Un suppresseur de coups de bélier (17) est monté proche de cette valve dans le but d'éliminer les surpressions et les bruits provoqués par l'ouverture et la fermeture de la valve.

Un circuit auxiliaire relie le circuit principal à un pot de pression/vide (18). En appliquant une pression d'air (24) dans ce réservoir, le fluide peut être pressurisé statiquement sans démarrer la pompe. En appliquant le vide (23), la chambre de compaction dans le moule est mise sous dépression permettant ainsi de soulever la membrane lors de l'injection, ou d'aspirer le fluide de compaction pour permettre l'ouverture du moule et le démoulage. Lors de l'ouverture du moule, la pression du vide maintient également la membrane contre le moule supérieur scellant ainsi la chambre de compaction et évitant de contaminer le moule inférieur avec du fluide de compaction. Deux valves trois-voies (19 et 20) sur le circuit auxiliaire permettent de diriger le fluide du moule vers le pot de pression/vide (18), puis vers le réservoir principal (1). En utilisant ce circuit, le fluide peut également être vidangé grâce au raccord rapide (21).

Le circuit hydraulique est recouvert de bandes de fibres de verre tressées et de mousse de polyéthylène pour garantir l'isolation thermique. Le système complet est monté sur un chariot mobile (Figure 3.2).

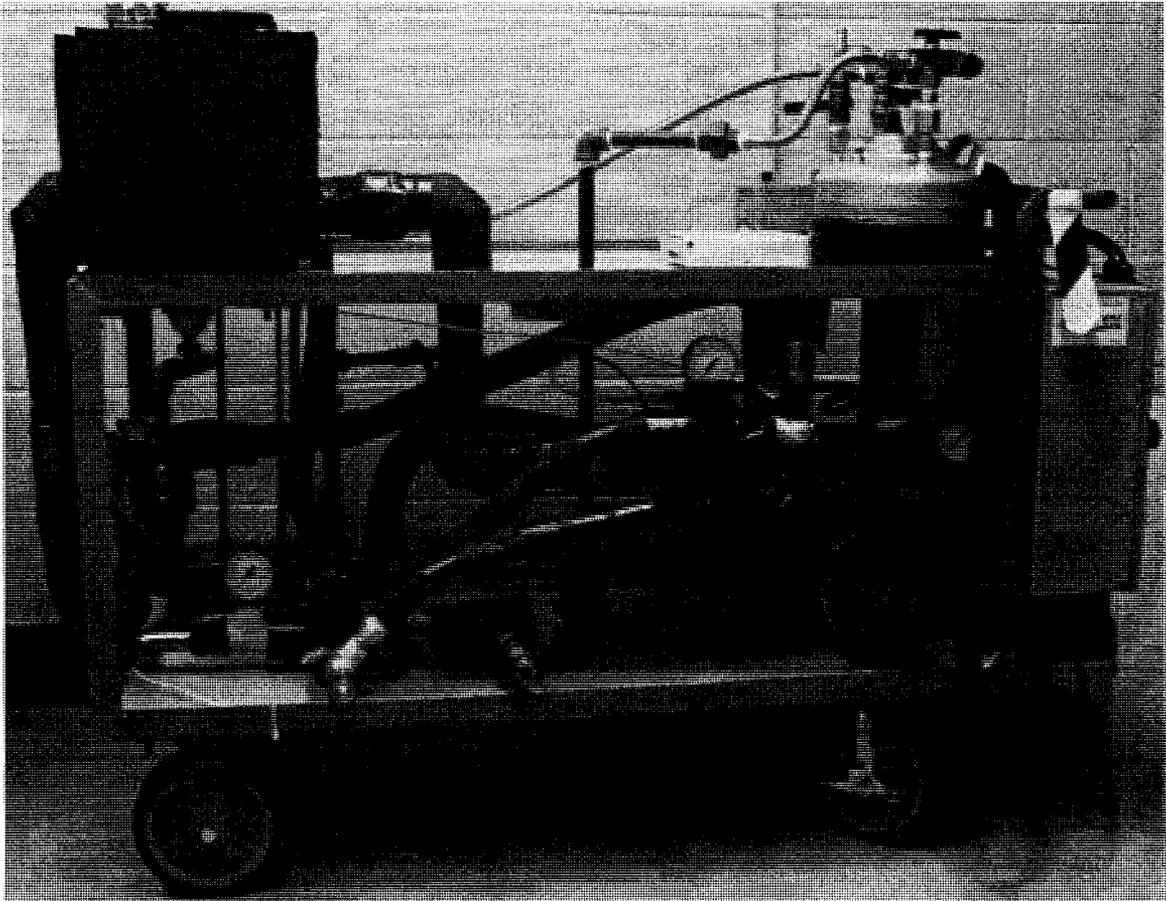


Figure 3.2 : Système de contrôle de la pression et de la température du fluide de compaction.

Afin de réduire le temps de réponse du système, le volume de fluide a été réduit à son minimum de 8 L. Quelques éléments de conception facilitant la maintenance et accroissant la durabilité du système sont énumérés ci-dessous :

- La majeure partie des conduits est constituée de Téflon recouvert d'une gaine tressée en acier inoxydable, offrant ainsi flexibilité, résistance chimique et thermique. La flexibilité des conduits empêche la transmission des vibrations. Ces

conduits résistent à une pression maximale de 100 bars. Les terminaisons de ces conduits sont pivotantes à 360° ce qui facilite l'installation et le démontage.

- Toutes les connexions du système sont hydrauliques avec filetage conique NPT.
- Tous les éléments du circuit hydraulique résistent à une température de 120 °C ou supérieure et à une pression de 10 bars ou supérieure.
- Les capteurs de pression sont compensés en température jusqu'à 120 °C.
- Le moteur et la pompe sont montés sur un support en silicone pour amortir les vibrations.
- Les différentes jauges installées sur le circuit permettent une lecture de la pression en différents points et aident à identifier les avaries sur le système.

En raison de la température élevée du fluide et de sa pression, des tolérances sévères de design ne suffisent pas à garantir une utilisation du système sans danger pour l'opérateur. D'autres éléments de conception viennent renforcer ces tolérances, tels que ;

- Un bouton d'arrêt d'urgence coupant l'alimentation du moteur est placé sur le panneau électrique du système.
- Une valve de sécurité est installée sur la ligne de refoulement de la pompe.
- Des mesures de sécurité supplémentaires ont été implémentées dans le logiciel de contrôle du système (voir paragraphe 3.3.4)

3.2. Instrumentation et contrôle

La Figure 3.3 représente le digramme du système de contrôle en température et en pression avec son instrumentation. Le rectangle en ligne discontinue entoure tous les

éléments qui sont fixés sur le chariot mobile. Dans les paragraphes suivants, les nombres entre parenthèses renvoient aux éléments de la Figure 3.3.

L'instrumentation du système comprend un débitmètre (12) placé sur la ligne basse pression. Une diode infrarouge émettrice/réceptrice (34), fermant un circuit 5 V lorsque son faisceau est réfléchi, joue le rôle d'encodeur optique. Un réflecteur est monté sur l'arbre d'entraînement de la pompe face au capteur optique. Le signal de sortie du capteur est donc un signal carré 0/5 V. Ce signal est fourni au compteur de la carte de contrôle Labview qui le convertit en fréquence. La fréquence de rotation de la pompe permet d'obtenir la fréquence des fluctuations de pression mais aussi le débit du fluide. Des capteurs de pression et des thermocouples sont installés à l'entrée et à la sortie du fluide de compaction dans le moule (30, 31, 32, 33). Un capteur de pression (28) transmet la pression de la ligne haute pression du circuit et un thermocouple (29) mesure la température à l'entrée du réservoir. Quatre capteurs de pression à cadran sont montés sur le circuit pour une lecture directe de la pression (35, 36, 37, 38).

Les vibrations et les pulsations sont assez dommageables aux équipements et réduisent leurs durées de vie. Plusieurs instruments et éléments du système ont présenté des dysfonctionnements ou se sont brisés sous l'effet des pulsations. Les capteurs de pression sont particulièrement sensibles aux variations rapides de pression. Après une utilisation prolongée, un biais a été observé sur ces capteurs. Il aurait été possible de les protéger avec des atténuateurs de fluctuation de pression tels que montrés sur la Figure 3.4, mais cela aurait rendu impossible la mesure de pression à une haute fréquence d'échantillonnage. Des atténuateurs de fluctuations de pression ont, en revanche, été installés sur les capteurs à cadran du système afin de les protéger.

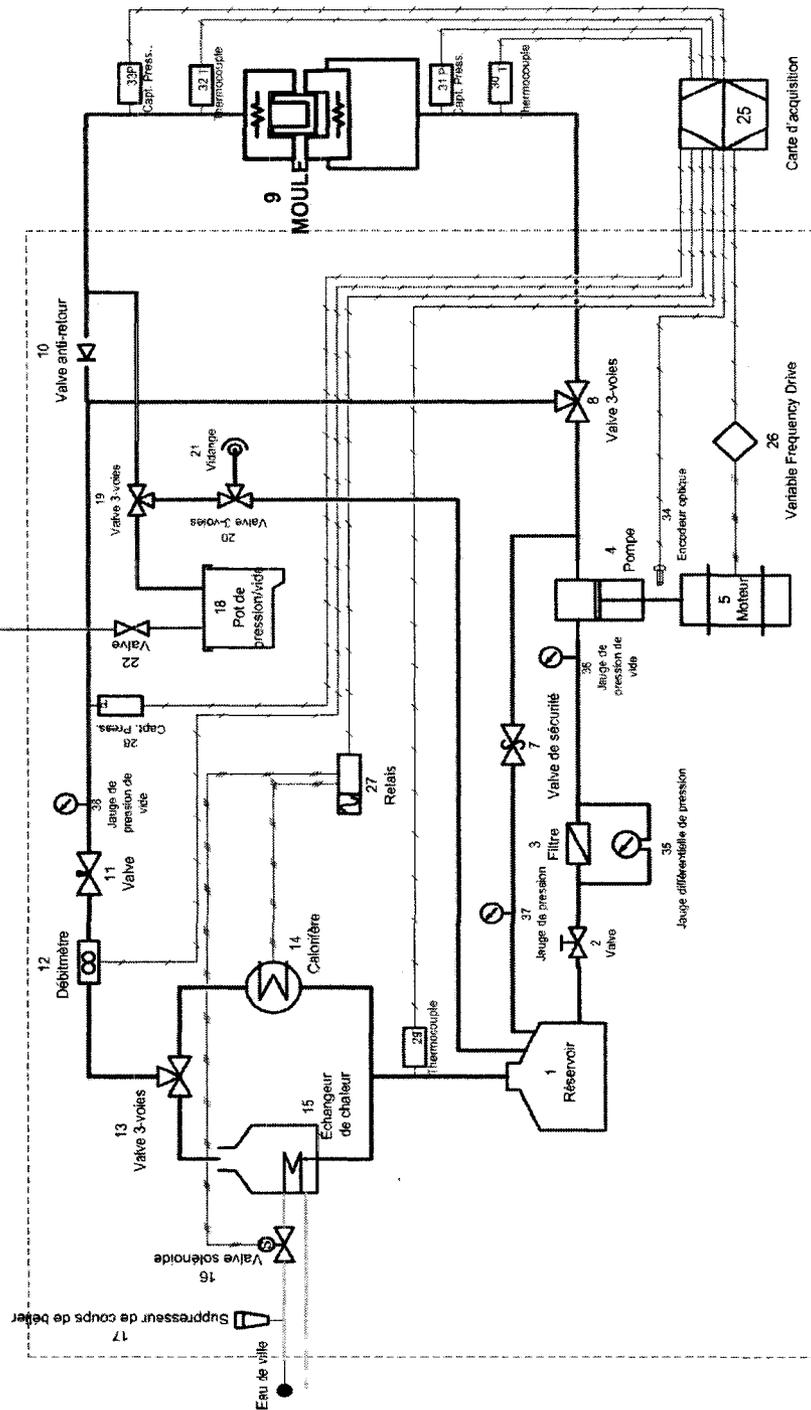


Figure 3.3 : Schéma du circuit du fluide de compaction avec instrumentation.

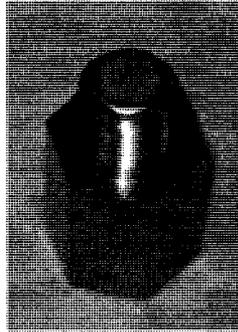


Figure 3.4 : Atténuateur de fluctuations de pression.

La commande de la valve solénoïde et du calorifère se fait par le logiciel de contrôle à travers deux relais électriques. Toutes les acquisitions et les commandes du système s'effectuent grâce à une carte d'acquisition National Instrument à interface PCI branchée sur un ordinateur. Sur le chariot est fixée une enceinte métallique contenant tous les branchements et composants électriques du système. Cette boîte électrique renferme les éléments suivants :

- Deux relais permettant de commander le calorifère et la valve solénoïde.
- Un convertisseur de phase alimentant le moteur tri-phasé.
- Un transformateur 110/220 V.
- Un conditionneur de signal pour le capteur de pression installé sur le circuit.
- Une alimentation 24 V pour les capteurs de pression, l'encodeur optique et le débitmètre.
- Un diviseur de tension 24/5 V pour l'encodeur optique.
- Les fusibles de 20 Amp protégeant la circuiterie électrique.

- Le bouton d'arrêt d'urgence.
- Un interrupteur marche/arrêt.
- Deux ventilateurs assurant la ventilation de l'enceinte afin d'éviter une surchauffe et de diminuer le risque d'incendie.

3.3. Composants du système

3.3.1. Pompe hydraulique

La pompe utilisée est une pompe haute pression à pistons axiaux. Trois pistons parallèles à l'axe de transmission sont activés séquentiellement par un plan incliné tournant, appelé « glace » (Figure 3.5). La pompe est lubrifiée par le fluide pompé, ce qui impose une viscosité cinématique minimale de $15 \cdot 10^{-6}$ m²/s à la température de fonctionnement. La température maximale de fonctionnement de la pompe est limitée à 120 °C par le joint en Buna-N monté sur l'arbre de transmission. La pompe fournit un débit de 10,5 cm³ par révolution.

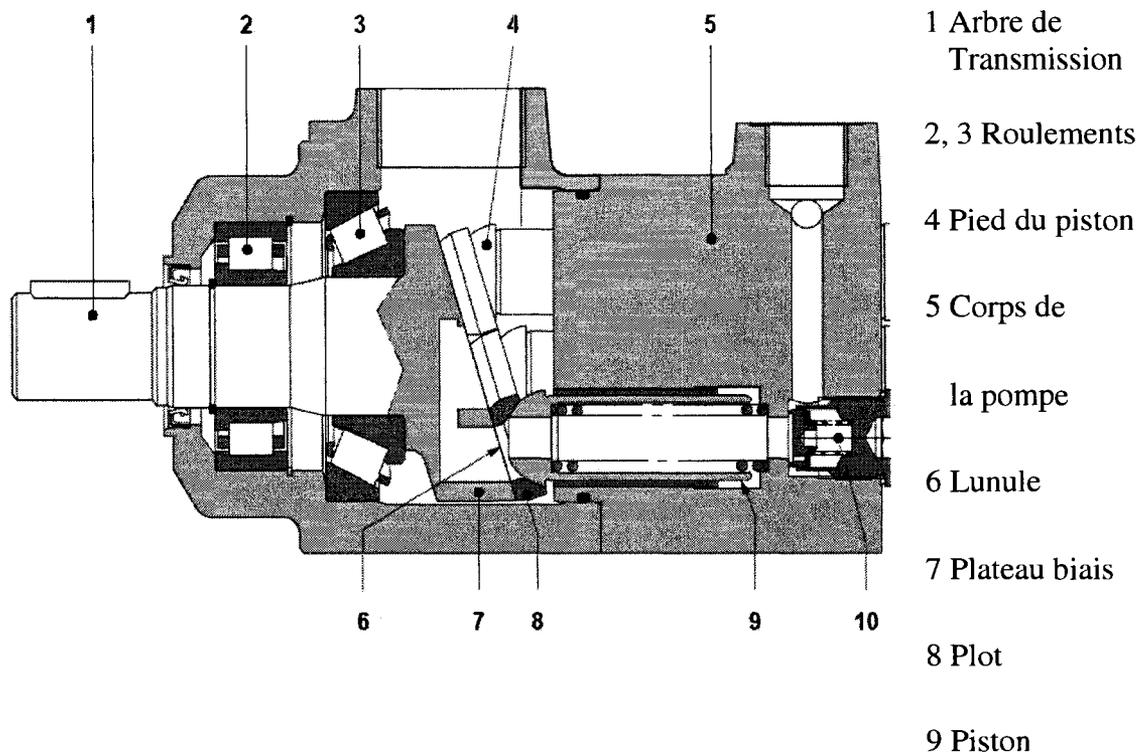


Figure 3.5 : Vue intérieure de la pompe.

L'intérêt de l'utilisation de cette pompe pour notre projet est la possibilité de retirer un ou deux pistons, comme montré sur la Figure 3.6, pour produire un écoulement pulsé du fluide de compaction. La fréquence et l'amplitude de ces oscillations de pression dépendent de la vitesse de rotation et de la configuration de la pompe.

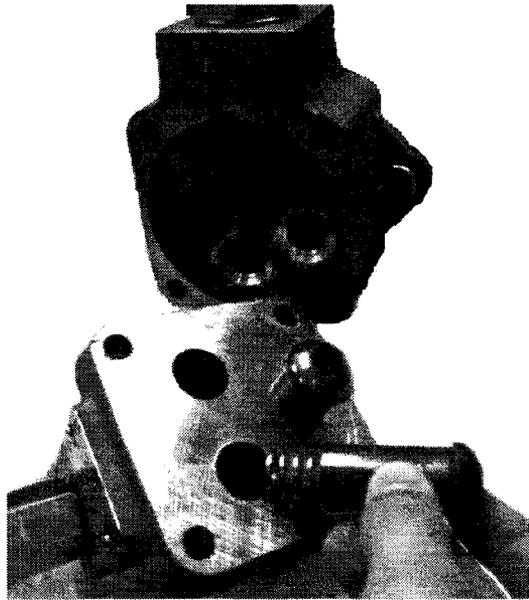


Figure 3.6 : Retrait de pistons de la pompe.

La pompe est entraînée par un moteur triphasé de 2 HP et d'une fréquence de rotation maximale de 1750 tpm. Le moteur est contrôlé par un contrôleur à fréquence variable.

3.3.2. Calorifère

Le calorifère d'une puissance de 2000 Watts est en acier inoxydable (Figure 3.7). Il dispose d'une densité calorifique adiabatique de 2.9 Watts/ cm^2 . Son thermostat interne a été désactivé afin de permettre son contrôle par le relais électrique.

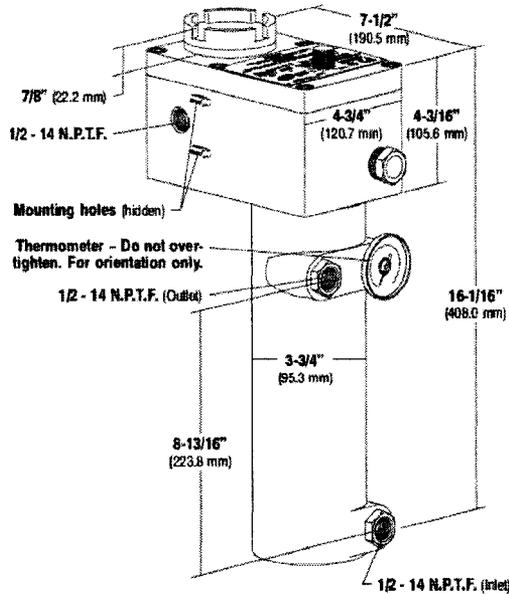


Figure 3.7 : Calorifère.

Un débit minimal de fluide doit être maintenu dans le système afin de prévenir une surchauffe de la surface interne du conduit du calorifère qui pourrait provoquer la détérioration du calorifère et le vieillissement de l'huile. Afin de déterminer ce débit minimal, la température de la surface interne du conduit du calorifère pour un débit donné doit être calculée. L'équation de convection thermique est donnée par la loi de Newton :

$$q = h \cdot A \cdot (T_f - T_s) \quad (3.1)$$

où q est le flux de chaleur transmis par convection (2000 watts), A est l'aire de la surface d'échange, T_f est la température du fluide et T_s la température de surface.

On suppose qu'à l'entrée du calorifère l'écoulement est déjà établi et que le profil de vitesse dans le conduit demeure inchangé. Par conséquent, c'est un problème thermique de longueur d'entrée où le gradient axial de la température n'est pas négligeable. Le nombre de Reynolds Re à la vitesse nominale (1750 tpm) est de 2304 et le nombre de Prandtl de l'huile à 120 °C est 239. Ces valeurs calculées à partir des deux expressions de ces nombres adimensionnels :

$$Pr = \frac{C_p \mu}{k} \quad (3.2)$$

$$Re = \frac{\rho u D}{\mu} \quad (3.3)$$

où D est le diamètre du conduit du calorifère. Le nombre de Nusselt moyen \overline{Nu}_D peut être estimé grâce à une loi empirique pour un écoulement laminaire dans la zone d'entrée [76] :

$$\overline{Nu}_D = 1.86 \left(\frac{Re_D Pr}{L/D} \right)^{1/3} \left(\frac{\mu}{\mu_s} \right)^{0.14} \quad (3.4)$$

Et le coefficient de convection h est obtenu à partir de l'expression :

$$h = \frac{Nu_D \cdot k}{D} \quad (3.5)$$

En remplaçant ce coefficient de convection dans l'équation (3.1), on obtient la température de surface du conduit T_s du calorifère pour une température d'huile de 120 °C et une vitesse de moteur de 1750 tpm, soit :

$$T_s = 186 \text{ °C.}$$

Cette température est acceptable et ne risque pas de détériorer le calorifère ou de dégrader la qualité de l'huile. La température de surface du conduit du calorifère est

tracée sur la Figure 3.8 en fonction de la vitesse du moteur. On voit sur cette figure que la vitesse du moteur minimale requise pour maintenir une température de surface en dessous de 200 °C est de 1000 tpm.

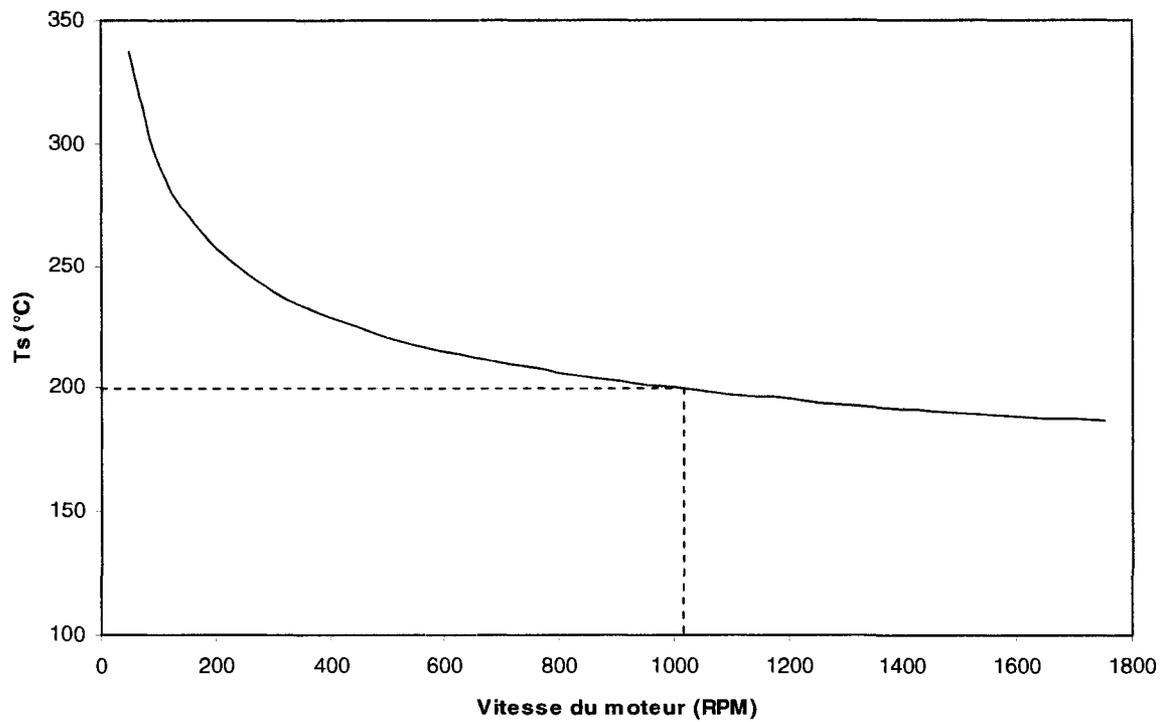


Figure 3.8 : Température de surface du calorifère en fonction de la vitesse du moteur.

3.3.3. Échangeur de chaleur

L'échangeur de chaleur est utilisé pour refroidir l'huile avec l'eau de ville. L'échangeur de chaleur est un échangeur compact à plaques en cuivre. Sa surface d'échange est de $0,64 \text{ m}^2$ (Figure 3.9).

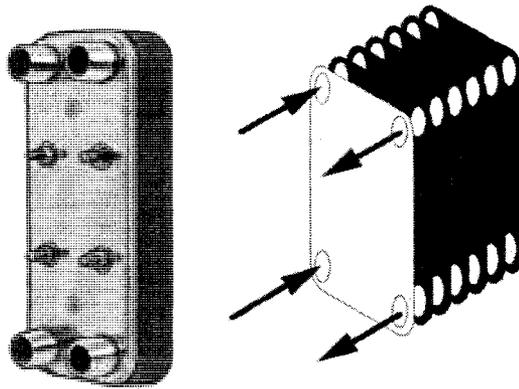


Figure 3.9 : Échangeur de chaleur.

3.3.4. Logiciel de contrôle

Un instrument virtuel programmé sous logiciel LabView communique avec la carte d'acquisition National Instrument pour l'acquisition des données et la commande du système. Un fichier exécutable peut être créé pour pouvoir lancer le logiciel de commande du système de contrôle du fluide de compaction sur n'importe quel ordinateur, sans besoin d'une licence Labview. Les variables du procédé enregistrées par le logiciel sont :

- La pression et la température du fluide de compaction à l'entrée et à la sortie du moule ainsi que dans le circuit hydraulique.
- Le débit du fluide de compaction.

- La fréquence de rotation du moteur.
- Le logiciel moyenne les variables selon la fréquence d'échantillonnage et calcule par transformées de fourrier la fréquence des oscillations de pression.

Les fonctionnalités du logiciel de contrôle sont :

- Affichage graphique de tous les paramètres du procédé comme montré sur la capture d'écran de la Figure 3.10.
- Acquisition et enregistrements des variables du procédé en temps réel et à la fréquence d'échantillonnage désirée. Les données sont formatées et enregistrées dans un tableur. Des informations peuvent être ajoutées par l'utilisateur en temps réel durant l'acquisition pour reporter la chronologie des évènements tels que l'injection, la fermeture de l'évent ou le refroidissement.
- Le contrôle du système : Les variables de commande sont la température du fluide, la position (ouverte/fermée) de la valve solénoïde et la fréquence de rotation du moteur.

Afin de rendre le système plus sûr, les mesures de sécurité, citées ci-dessous, ont été implémentées dans le logiciel :

- Limitation de la température de fonctionnement à 120 °C.
- Arrêt du moteur si la pression excède 10 bars.
- Si la vitesse du moteur est nulle, le calorifère est éteint par le programme.

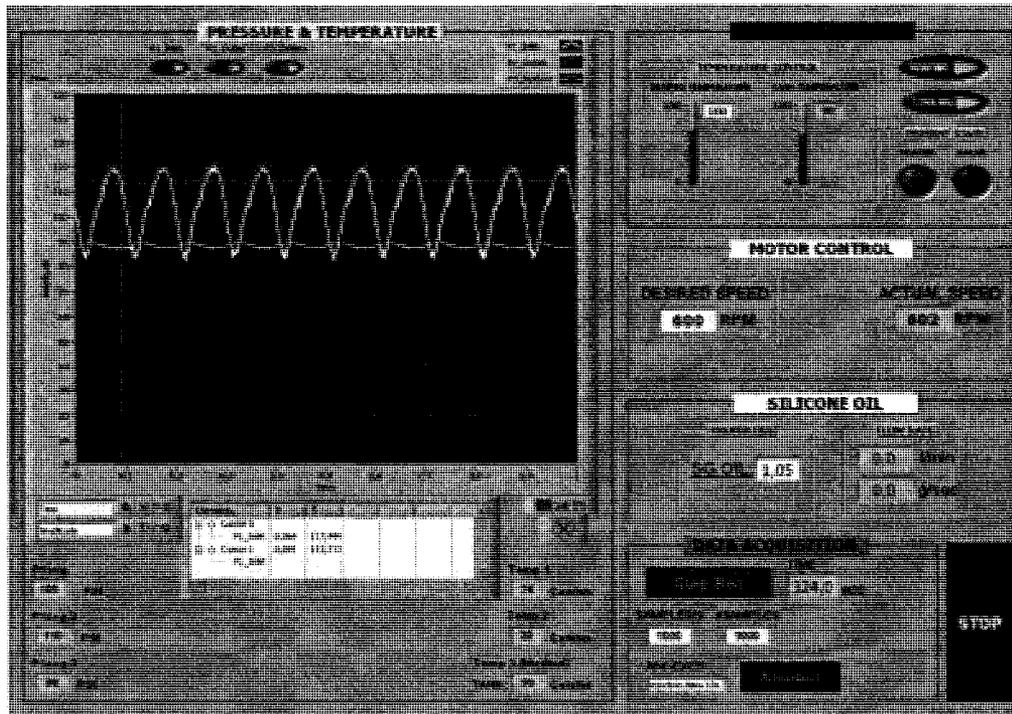


Figure 3.10 : Capture d'écran du logiciel de contrôle.

3.3.5. Résumé des fonctionnalités du système de contrôle

- Contrôle de la température, de la pression et du débit du fluide de compaction.
- Acquisition des données du procédé.
- Injection du fluide de compaction dans le moule.
- Pressurisation et mise en circulation du fluide de compaction.
- Chauffage et refroidissement du fluide de compaction.
- Dépressurisation de la chambre de compaction pendant l'injection.
- Aspiration de l'huile de la chambre de compaction avant le démoulage.

3.4. Sélection du fluide de compaction

La sélection du fluide de compaction adéquat pour le procédé d'injection flexible fait partie intégrante du design du système de contrôle présenté plus haut. Le choix du fluide de compaction s'est réalisé sous les contraintes et les exigences suivantes :

- *Bonnes propriétés thermiques.* Une capacité calorifique et une conductivité thermique élevées maximisent l'efficacité de transfert de chaleur par convection.
- *Compatibilité avec le matériau de la membrane flexible.* La durabilité de la membrane ou ses propriétés mécaniques ne doivent pas être affectées par sa mise en contact prolongée avec le fluide de compaction chaud. Certains élastomères ont tendance à absorber certains liquides, ce qui a pour effet d'augmenter leur volume et de modifier leur propriétés mécaniques [77]. L'élastomère constituant la membrane flexible est aussi susceptible de présenter une incompatibilité chimique avec le fluide de compaction. Certains additifs présents dans les élastomères, tels que les anti-oxydants, peuvent se faire dissoudre par le fluide de compaction [77]. Les chartes de compatibilité chimique aident à identifier les possibles interactions dommageables qui peuvent se produire entre un élastomère et un fluide [78].
- *Bonne compatibilité avec les résines.* En cas de contamination du moule inférieur par le fluide de compaction, l'innocuité du fluide de compaction sur la pièce composite dispense des laborieux travaux de nettoyage et de reconditionnement du moule et prévient les défauts de fabrication qui disqualifieraient la pièce au contrôle qualité.
- *De bonnes propriétés de lubrification et qui ne se dégradent pas avec le temps.* La viscosité de l'huile doit demeurer au-dessus de la viscosité minimale requise pour la lubrification de la pompe.
- *Facilité de nettoyage.* Cela réduit la durée d'arrêt du moule, en cas de fuite du fluide de compaction.

- *Non toxicité.* Le fluide ne doit pas présenter de risques pour la santé s'il est inhalé ou mis en contact avec la peau. Si des vapeurs sont générées lorsque le liquide est chauffé, elles ne doivent pas être toxiques.
- *Non inflammabilité.* Le fluide doit être non inflammable avec des points d'éclair et d'inflammation élevés.
- *Sans danger pour l'environnement.* La prise en considération de l'aspect environnemental dans les exigences techniques et lors de la phase de conception du système du fluide de compaction fait parti des impératifs d'une implémentation réussie du procédé en milieu industriel. Le liquide de compaction ne doit pas constituer un danger pour l'environnement et devrait être facilement éliminé.

Différents candidats potentiels ont été identifiés pour servir de fluide de compaction. L'huile de silicone est le fluide utilisé dans le passé pour les expériences sur l'injection flexible à la chaire CCHP. Elle présente l'avantage d'être disponible à différentes viscosités et peut être manipulée en toute sécurité. Le principal obstacle à l'utilisation de cette huile est son incompatibilité avec le composite. En effet, une contamination du moule ou de la pièce avec de l'huile de silicone compromet les opérations subséquentes de peinture sur les pièces contaminées. Dowtherm G est un fluide de transfert de chaleur efficace, mais il ne garantit pas la lubrification de la pompe sélectionnée ($2 \cdot 10^{-6} \text{ m}^2/\text{s}$ à $100 \text{ }^\circ\text{C}$). Le di-isodécyl phtalate (DIDP) est un fluide largement utilisé dans l'industrie comme plastifiant. Sa bonne compatibilité avec les thermodurcissables, sa tenue au vieillissement et son faible coût (relativement aux autres huiles présélectionnées) en fait un candidat intéressant pour un système ne nécessitant pas une lubrification importante. Tout comme le fluide Dowtherm G, le DIDP n'a pas été choisi parce qu'il ne répond pas à l'exigence de viscosité minimale de la pompe.

Après comparaison des différentes solutions possibles, l'huile Ucon 50HB-660 de Dow Chemicals a été sélectionnée. En plus de satisfaire toutes les exigences techniques précédemment établies, elle possède les avantages suivants :

- Non corrosive et non oxydable pour le fer, l'acier, laiton, le bronze et l'aluminium.
- Cette huile induit une absorption négligeable par la plupart des élastomères naturels et synthétiques.
- L'huile Ucon ne se décompose généralement pas à haute température créant des résidus carbonés qui pourraient provoquer le vieillissement de l'huile, l'usure du calorifère et une chute de son efficacité.
- L'huile Ucon ne produit pas de vapeurs toxiques ce qui la rend utilisable dans un réservoir ouvert jusqu'à 204 °C. Elle ne contient pas de biphenyle polychloré (PCBs).
- En raison de sa masse moléculaire élevée (1590), l'huile Ucon n'a pas de réel point d'ébullition.
- Sa solubilité dans l'eau en dessous de 40 °C la rend facilement rinçable et lavable.
- L'huile Ucon possède d'excellentes propriétés de transfert de chaleur, supérieures à celles des huiles minérales de viscosité comparable.
- Cette huile possède des points d'éclair et d'inflammation élevés, et présente une tendance minime à encrasser les surfaces de transfert.
- C'est un excellent lubrifiant avec une bonne stabilité en température.

L'huile UCON 50-HB660 est une huile synthétique à base de polymères polyalkylène glycols. Elle est constituée de chaînes polymères linéaires comportant des proportions massiques égales de groupes d'oxyde d'éthylène et d'oxyde de propylène ainsi qu'un groupe hydroxyle. La formule chimique générale des polymères des oxydes d'éthylène et de propylène est :



Parmi les utilisations industrielles de cette huile on cite : agent plastifiant non-volatile, agent de démoulage, agent anti-émulsion et lubrifiant pour compresseur.

3.4.1. Compatibilité chimique de l'huile avec la membrane flexible

La membrane utilisée dans le procédé d'injection flexible est généralement en élastomère. On s'intéresse donc à la compatibilité chimique de l'huile avec les élastomères.

La compagnie Dow, fabricant de l'huile UCON fournit une table de compatibilité chimique de l'huile avec différents élastomères. Cette table a été établie en immergeant des échantillons d'élastomère dans un bain d'huile UCON 50-HB 660 à 100 °C pendant 95 jours. Après ce traitement, les variations de dureté et de volume de l'échantillon sont enregistrées. Les résultats de ces essais sont reportés dans le Tableau 3.1.

Tableau 3.1 : Résultats des tests de compatibilité entre l'huile 50-HB660 et différents élastomères. Source : Dow. Technical Data Sheet. UCON Fluids & Lubricants.

Élastomère	Dureté Durometer Shore A avant/après traitement	Absorption Mg/cm ²	Pourcentage de changement de volume	Évaluation ¹	Commentaires
Aflas	82/79	1	-4.9	1	Changement minime

BunaN	75/87	0	<1	2	Durcissement modéré
BunaS	46/63	-20	-8.7	4	Durcissement
Butyl	53/58	-7	-5.3	1	Durcissement léger
EPDM	67/74	1	<1	2	Durcissement léger
Fluoraz	80/82	1	<1	1	Changement minime
Fluorosilicone	64/71	-4	3.5	1	Durcissement léger
Caoutchouc gomme	45/43	-5	-5.6	1	Changement minime
Kalrez4097	75/68	1	<1	2	Durcissement léger
Néoprène	65/74	2	<1	2	Durcissement léger
Silicone	52/59	-4	-1.5	2	Durcissement léger
VitonA	72/71	3	<1	1	Changement minime

¹ : degré de résistance : 1=élevé, 4=faible

Le Tableau 3.1 montre que le fluide UCON sélectionné a une bonne compatibilité avec tous les élastomères excepté le Buna-S. Cet élastomère devra être banni des composants du système de contrôle de la température et de la pression du fluide de compaction.

Considérant la température à laquelle ces tests de compatibilité ont été réalisés, leurs résultats et conclusions sont considérés pertinents et valables pour notre cas d'étude.

3.4.2. Propriétés physiques et thermiques de l'huile Ucon

Les tableaux 3.2, 3.3, 3.4 et 3.5 donnent les propriétés physiques et thermiques de l'huile Ucon. Le diagramme de viscosité en fonction de la température est donné en Annexe A.

Tableau 3.2 : Viscosité de l'huile Ucon 50HB-660 à différentes températures

Température (°C)	Viscosité (10^{-6} m ² /s)
40	130
50	85
80	34
100	25.6
120	18

Tableau 3.3 : Chaleur spécifique de l'huile UCON 50-hb660

Température (°C)	Chaleur spécifique (J/g °K)
20	1.91
60	2.01
80	2.05
100	2.09
120	2.14

Tableau 3.4 : Conductivité thermique de l'huile UCON 50-hb660

Température (°C)	Conductivité thermique (W/m °K)
93	0.16
204	0.14

Tableau 3.5 : Densité de l'huile UCON 50-hb660

Température (°C)	Densité
20	1.05
40	1.03
100	0.98

3.4.3. Santé, sécurité et environnement

L'huile Ucon 50-HB-660 ne présente aucun risque de toxicité pour les opérateurs. Il est, cependant, préférable de porter des lunettes et des gants pour manipuler l'huile et d'assurer une bonne ventilation du local où se trouve le système de chauffage de fluide de compaction. Aucune protection respiratoire n'est nécessaire. L'huile Ucon 50-HB-660 ne génère pas d'émanations toxiques en cas de combustion. Le point d'éclair élevé de cette huile (Tableau 3.6) rend son utilisation sans danger pour notre application.

Tableau 3.6 : Points d'éclairs de l'huile UCON 50-hb660

Point d'éclair, Pensky-Martens à contenant fermé (ASTM D93, IP 34)	202°C
Point d'éclair, Cleveland à contenant ouvert (ASTM D92, IP 36)	229°C

L'huile Ucon 50-HB-660 ne présente pas de danger de pollution pour l'environnement. Elle peut être incinérée sans risque. Cela exempte des coûts afférant à la gestion et au traitement des déchets industriels dangereux.

3.5. Choix du matériau de la membrane

Cette section résume une partie des travaux réalisés dans le but de sélectionner un matériau adéquat pour la membrane flexible.

La membrane est un élément important du procédé d'injection flexible dont dépendent les performances. Le choix du matériau constituant la membrane est déterminant. La membrane doit endurer un environnement opérationnel agressif. La température élevée, la pression, les contraintes de déformation et l'attaque chimique de la résine réactive constituent les principales causes de l'usure de la membrane. Ces facteurs ont un effet synergique au fil des cycles de fabrication. L'effet de la température est, par exemple, considérable sur la compatibilité chimique entre matériaux. Pour illustrer ce phénomène, rappelons que l'effet d'un acide sur un élastomère double pour chaque élévation de 10°C de la température [77]. L'attaque chimique de la résine sur la membrane peut être amoindrie par l'application sur la membrane d'un agent scellant et d'un agent démoulant. Différentes combinaisons de matériaux et d'agents démoulant ont été testées. La compatibilité chimique entre la membrane et la résine fait toujours l'objet de recherches au sein de la chaire.

Il est possible de classer les matériaux potentiellement utilisables pour la membrane en trois catégories :

Les élastomères tels que le silicone, le Viton, le latex, les fluoropolymères (PTFE, ETFE). Ces matériaux ont l'avantage d'une grande élasticité et flexibilité. Néanmoins, à des températures élevées, des problèmes d'adhésion avec le composite peuvent apparaître. Des formulations de silicone pulvérisable sont disponibles sur le marché et permettent la fabrication de membranes en pulvérisant successivement des couches de silicone sur un moule.

Les thermoplastiques tels que le PerFluoroAlkoxy (PFA), le polyétheréthercétone (PEEK) et le polyéthylène (PE). Ils présentent l'avantage d'une bonne compatibilité chimique avec les résines thermodurcissables.

Les composites à matrice thermodurcissable flexibilisée par des additifs d'élastomère. Plusieurs formulations ont été investiguées en ajoutant des élastomères liquides miscibles dans la résine (tels que Albiflex ou Hycar) à des résines vinylester ou époxy. L'intérêt principal de cette approche est la facilité de fabrication de membranes aux géométries complexes par infusion ou éventuellement par RTM.

Le polyuréthane est également un matériau qui a été évalué. Les résultats des tests effectués sur des échantillons du produit Vacuspray, commercialisé par la compagnie ACTR, ont montré une faible résistance à la chaleur. La possibilité de pulvériser ce polyuréthane lui confère une facilité de mise en œuvre pour des géométries tridimensionnelles (Figure 3.11).

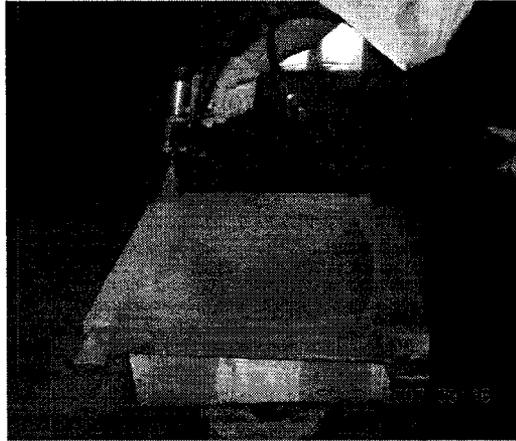


Figure 3.11 : Pulvérisation du polyuréthane sur un moule pour la fabrication d'une membrane tridimensionnelle.

3.5.1. Expansion thermique de la membrane

L'expansion thermique et la stabilité dimensionnelle de la membrane font partie des questions qui ont été traitées. Lors d'un moulage non-isotherme, la chaleur a pour effet de dilater le matériau de la membrane engendrant des ondulations qui affectent la qualité de la surface de la pièce. La chaleur a également pour effet de provoquer le fluage de la membrane. Des déformations permanentes apparaissent sur la membrane après plusieurs cycles de fabrication à haute température, comme montré par la Figure 3.12. Cela introduit de la variabilité dans le procédé et nuit à la répétitivité.



Figure 3.12 : Déformation permanente d'une membrane en silicone non renforcée utilisée à haute température (180 °C).

Les problèmes d'expansion thermique et de fluage ont été résolus par deux solutions techniques simples : la première est d'exercer une précontrainte en tension sur la membrane de façon à contrecarrer son expansion thermique (Figure 3.13). La deuxième est l'emploi de matériau renforcé par de la fibre de verre.

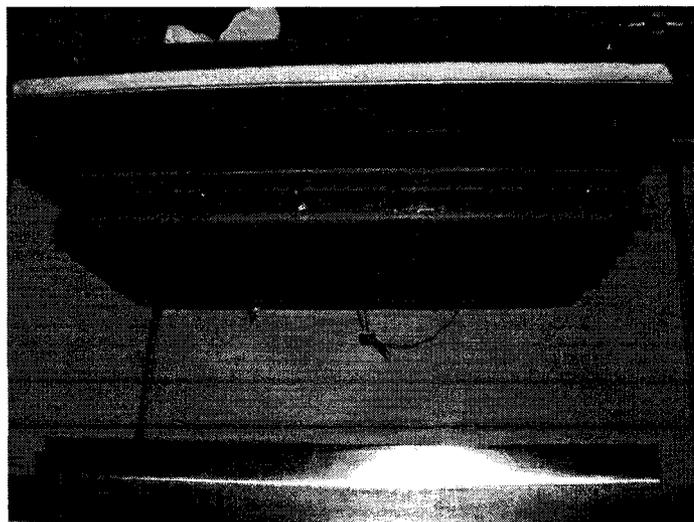
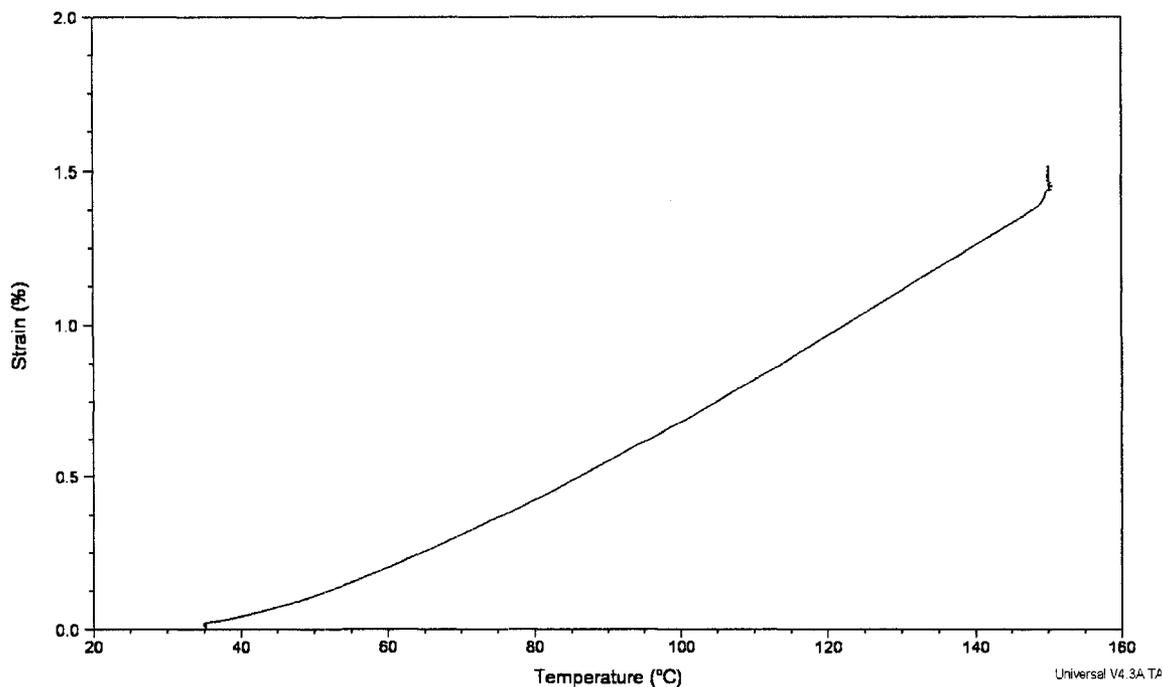


Figure 3.13 : Membrane fixée sur le moule supérieur à l'aide d'un cadre de pré-tension.

L'expansion thermique d'un échantillon de silicone avec et sans renfort a été mesurée sur une machine DMA. Le test consiste à placer un échantillon de silicone en tension sur le serre-joint de la DMA. Une condition de tension quasi nulle est ensuite imposée. Une rampe de température est réalisée avec équilibre isotherme de dix minutes tous les 10 °C et ce, de 30 à 150 °C. À chaque palier, la longueur de l'échantillon est mesurée par la DMA. Le coefficient d'expansion thermique linéaire, CET, est déterminé par la relation :

$$CET = \frac{1}{L} \frac{L - L_0}{T - T_0} \quad (3.6)$$

On obtient ainsi, pour le silicone non renforcé, un CET situé entre 1,2 et 1,3·10⁻⁴ / °C (Figure 3.14), tandis que le CET de l'échantillon de silicone renforcé par de la fibre de verre était trop faible pour être mesuré par la méthode employée.



**Figure 3.14 : Expansion thermique d'un échantillon de silicone non renforcé.
(Mesure sur machine DMA).**

3.5.2. Conductivité thermique de la membrane

La conductivité thermique de la membrane est une propriété essentielle à l'efficacité du contrôle en température du procédé via le fluide de compaction. Dans le cas des élastomères, cette propriété peut être améliorée par l'ajout de charges conductrices dans la formulation du matériau de la membrane. En 2007, Zhou [79] a montré que l'ajout de particules d'oxyde d'aluminium Al_2O_3 de différentes tailles permettait à du silicone renforcé par de la fibre de verre d'atteindre une conductivité thermique de 0,92 W/m K. Dans une autre étude, Zhou obtient une conductivité du silicone de 1,48 W/ m K par l'ajout de nitrure de silicium. La même année, Wen-Ying [80] arrive à de meilleurs résultats par l'addition de poudre de nitrure de bore. Par ailleurs, Qihong [81] propose d'utiliser de l'oxyde de zinc comme additif conducteur .

Toutes ces études ont analysé le seuil de percolation des additifs et concluent toutes sur l'avantage de l'ajout de particules conductrices de tailles hybrides. Notons que ces études visaient l'obtention d'un matériau qui soit à la fois un isolant électrique et un médium de transfert de chaleur. De meilleures propriétés thermiques pourraient être obtenues sans la contrainte de l'isolation électrique.

La conductivité thermique des feuilles de silicone que l'on trouve sur le marché est de l'ordre de 0,3 W/m K [82]. Certaines compagnies spécialisées telles que Shin Tsu, Delta Enterprise et St-Gobain proposent également des feuilles de silicone renforcées par de la fibre de verre avec une conductivité thermique supérieure, allant jusqu'à 5 W/m K (silicone avec charges de nitrure de bore). Ces matériaux sont principalement destinés à l'industrie électronique où ils servent de médium de transfert de chaleur entre des dissipateurs de chaleur et des composants électroniques tels que des processeurs.

CHAPITRE 4 : ÉTUDE EXPÉRIMENTALE

Ce chapitre présente les deux plans d'expériences relatifs aux deux volets de cette étude : le contrôle en température et le contrôle en pression. Les deux plans d'expériences ont été exécutés en fabriquant des plaques en résine vinylester renforcées par des fibres de verre. Les résultats obtenus lors de la fabrication d'une pièce de géométrie tridimensionnelle sont également discutés.

4.1. Dispositif expérimental

Les essais de fabrication des deux plans d'expériences ont été réalisés par procédé d'injection flexible décrit dans la Figure 4.1. Un pistolet d'injection relié au port d'entrée de la résine dans le moule a été utilisé à une pression d'injection de 1,4 bar. Le pistolet permet d'injecter de manière assez précise la quantité de résine désirée sans perte de résine ou risque d'introduire en fin d'injection de l'air dans le moule comme cela peut se produire avec un pot de pression. Un pot de vide branché à l'évent permet de créer un vide de -0,86 bar dans la cavité de moulage. Le système de pompage du fluide de compaction est connecté au moule en circuit fermé.

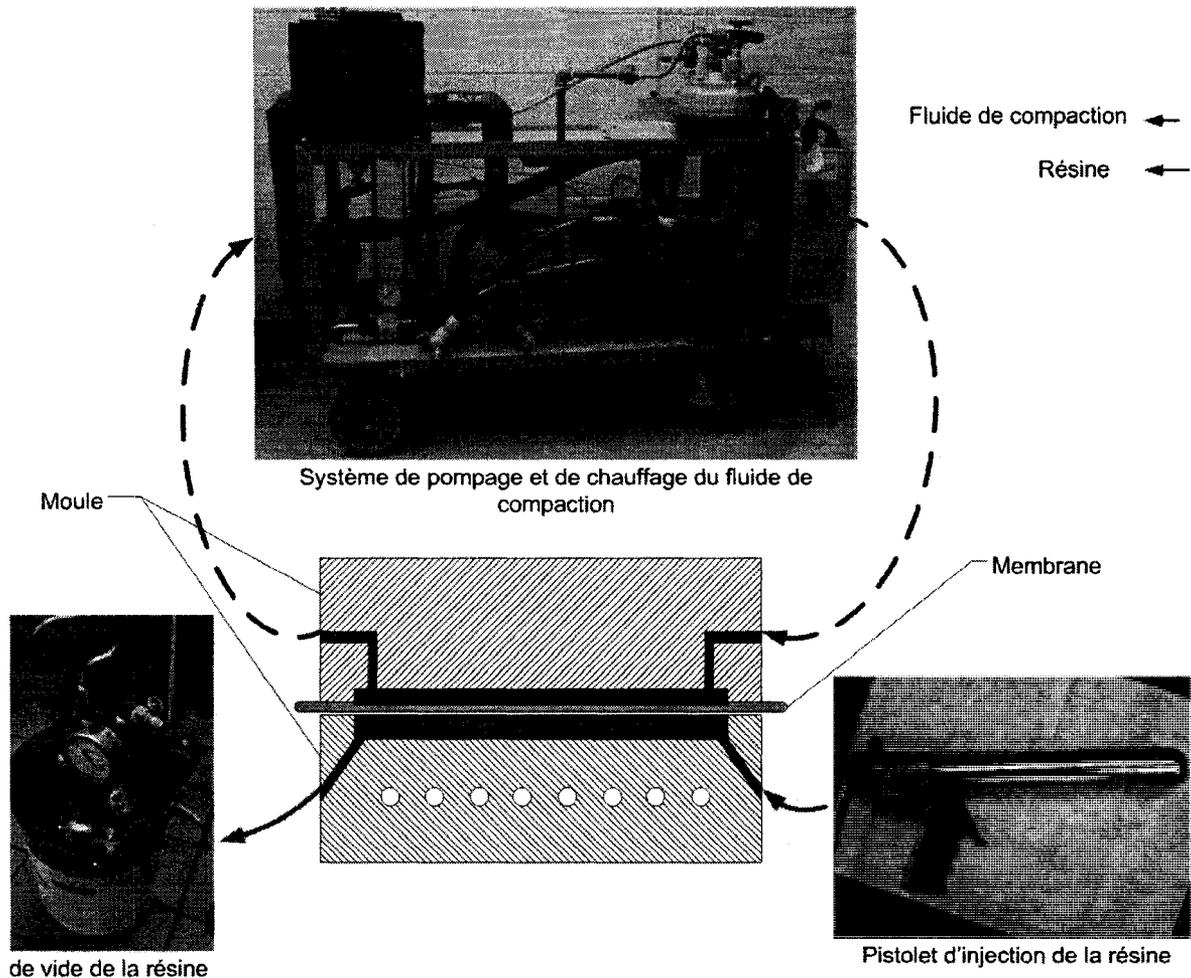


Figure 4.1 : Schéma du dispositif expérimental.

4.1.1. Moule

Le moule utilisé pour les deux plans d'expériences est un moule en aluminium monté sur une presse hydraulique de 40 tonnes. Deux plaques chauffantes d'une puissance de 1500 W chacune, reliées aux contrôleurs de la presse permettent de chauffer les parties supérieure et inférieure du moule. Le moule inférieur dispose d'un circuit de refroidissement et de deux canaux pour l'injection et l'aspiration de la résine (Figure 4.2).

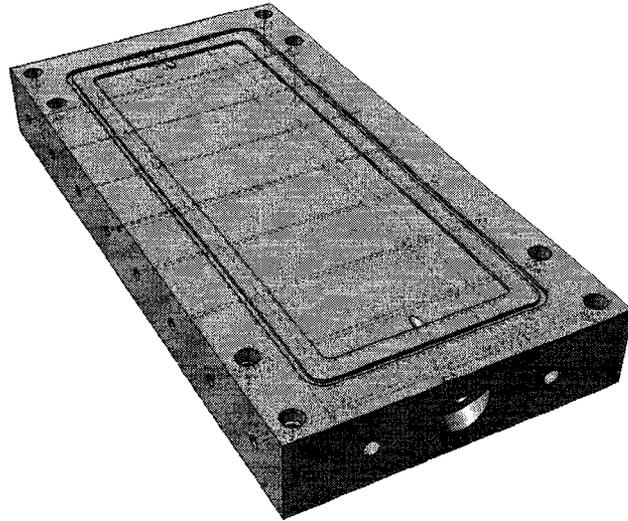


Figure 4.2 : Moule inférieur (dessin Catia).

L'étanchéité du moule est assurée par deux joints toriques en Viton et une force de fermeture de 13 tonnes exercée par la presse hydraulique. Pour prévenir toute fuite, de la graisse de silicone haute température est appliquée sur les joints toriques.

Les profondeurs de la cavité de moulage et de la chambre de compaction sont respectivement de 2,5 et 1,5 mm. Leurs dimensions sont de 114 × 405 mm. Sur la Figure 4.3, on voit le moule monté sur la presse et relié au système de pompage du fluide de compaction. La Figure 4.4 montre plus en détail l'agencement des différents éléments du montage du moule.

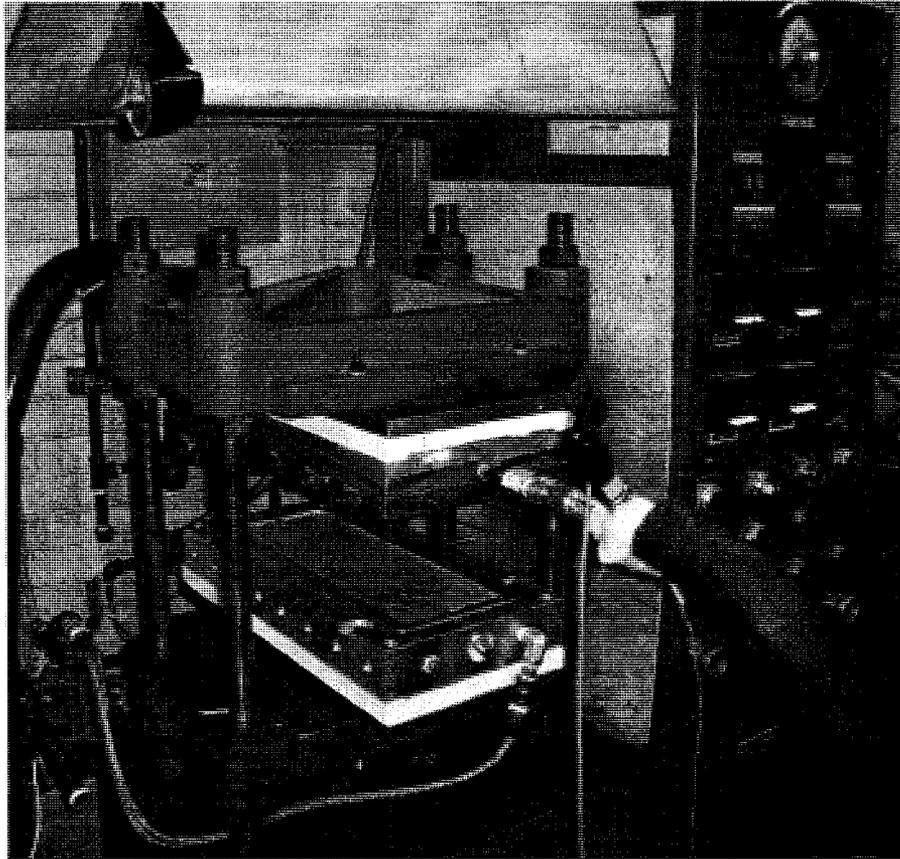


Figure 4.3 : Moule et presse.

Un thermocouple gainé est inséré dans chacune des deux moitiés de moule. La pointe de ce thermocouple est positionnée au centre du moule à 5 mm de sa surface. Lebrun [54] a montré qu'il était possible d'obtenir une bonne mesure de la température de la surface du moule en insérant, sous la cavité de moulage, un thermocouple avec une gaine métallique. Les deux thermocouples sont reliés aux contrôleurs de la presse pour le contrôle en température du moule.

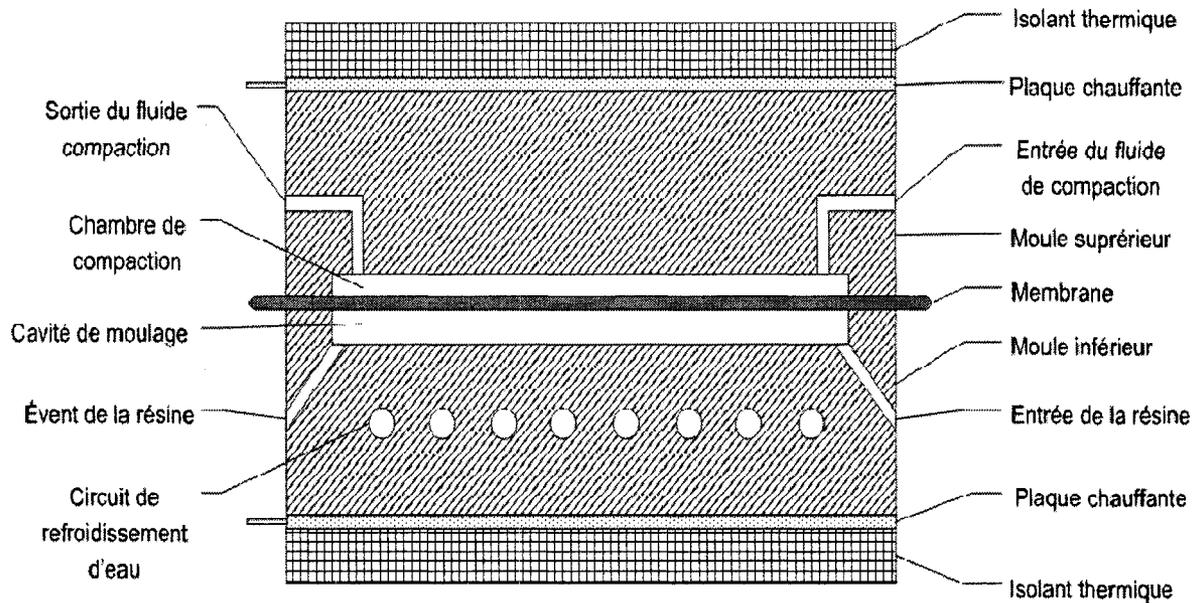


Figure 4.4 : Éléments constituant le montage pour la fabrication de plaques.

Préparation du moule

Afin d'éviter l'adhésion de la résine au moule et de faciliter le démoulage, la surface du moule doit être traitée avec des agents scellant et démoulant. Cinq couches d'agent scellant Frekote Mold Sealer sont appliquées sur le moule avant son utilisation. Ce traitement permet de sceller les porosités à la surface du moule. Par la suite, six couches d'agent démoulant Frekote Wolo sont appliquées. L'application de l'agent démoulant doit être renouvelée après 7 ou 8 fabrications.

4.1.2. Renforts

Le laminé de renfort en fibres de verre est constitué de deux plis d'une nappe quadriaxiale 0/-45/90/+45 et d'un pli de fibres quasi-unidirectionnelles placé au niveau du plan médian. Le laminé est recouvert des deux cotés, d'un taffetas (toile) fin, jouant

le rôle de voile de surface. De la résine vinylester est pulvérisée sur chaque pli, puis la préforme est mise sous vide et cuite à température ambiante pendant 24 heures (Figure 4.5). La masse de la résine vaporisée sur une préforme est d'environ 4g.

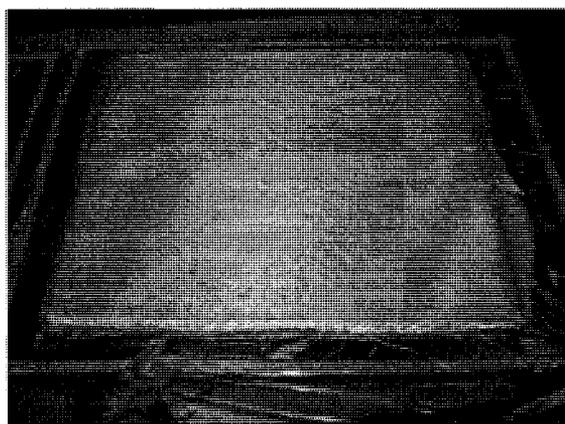


Figure 4.5 : Fabrication d'une préforme sous vide.

Le principal intérêt du voile de surface est l'amélioration du fini de surface de la pièce composite. En effet, le retrait induit par la polymérisation engendre des ondulations sur la surface de la pièce reflétant la trame du renfort. Le voile de surface permet d'atténuer ces ondulations. De plus, le voile de surface aide à contrôler l'épaisseur de la surface extérieure de la pièce riche en résine. Le voile augmente également la résistance de cette zone critique de la pièce.

Le renfort unidirectionnel utilisé est le SaerUni de Saertex. Sa densité surfacique est de 970 g/m^2 . La nappe quadraxiale provient de la même compagnie. Elle a une densité surfacique de 1180 g/m^2 . Le voile de surface, d'une densité de 197 g/m^2 , est fourni par la compagnie Hexcel. La densité surfacique totale du renfort est de 3724 g/m^2 .

La préforme est découpée 5 mm plus petite que la longueur de la cavité de moulage (Figure 4.6). Ainsi, un canal préférentiel d'écoulement de la résine est créé au niveau du port d'injection. Cela réduit le temps d'injection de la résine et produit un remplissage du moule plus uniforme. Il est important de découper les préformes à la largeur exacte de la cavité du moule afin d'éviter les effets de bord. De plus, l'épaisseur de la préforme joue un rôle important lors de l'injection et de l'imprégnation. Il est essentiel de se rapprocher le plus possible de l'épaisseur de la cavité. L'épaisseur de la pièce doit correspondre au volume de résine injectée afin d'obtenir le taux volumique de fibres désiré.

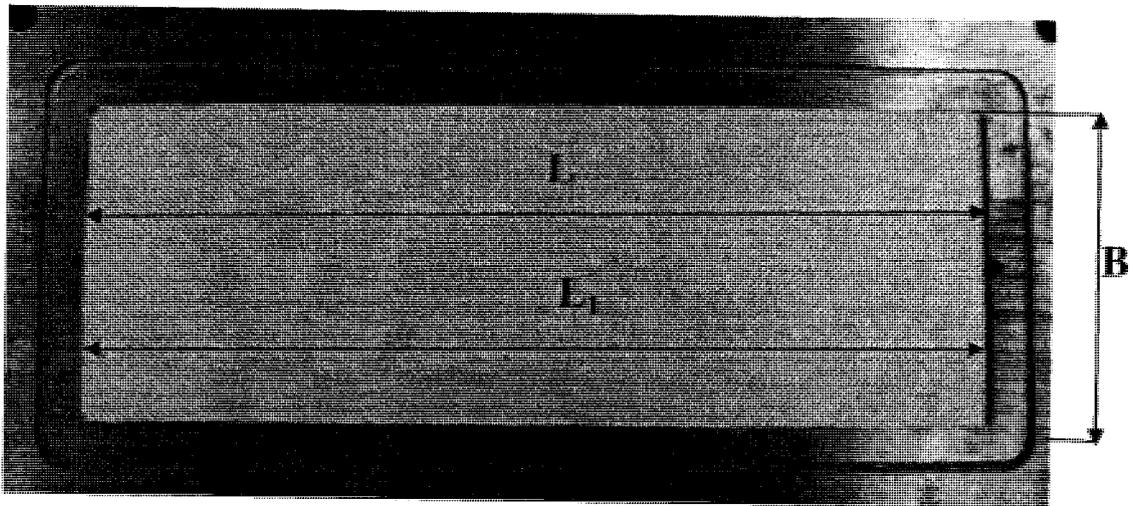


Figure 4.6 : Dimensions de la préforme et de la cavité du moule.

L : Longueur totale de la préforme = 400 mm

L_1 : Longueur de la cavité = 405 mm

B : Largeur totale de la cavité = 114 mm

4.1.3. Formulation de résine

La résine utilisée est un vinylester Derakane 411-350 de la compagnie Ashland. C'est une résine obtenue à partir d'époxy bisphénol-A. Elle contient 45% de styrène et possède une viscosité de 370 mPa · s à 25 °C. Une fois polymérisée, cette résine a une densité de 1.14 et une température de transition vitreuse de 120 °C. Elle présente un retrait de 7,8%. Le retrait peut être réduit par l'ajout d'agents anti-retrait (« low profile additives ») ou de charges telles que l'hydrate d'alumine ou le carbonate de calcium.

À cette résine est ajoutée 1 phr de catalyseur et 0,083 phr d'accélérateur. Le catalyseur utilisé est le Trigonox 93 de la compagnie Akzo Nobel. C'est un tétra-butyle peroxyde benzoate dans une solution d'acétylène acétone. Ce peroxyde a été développé pour la cuisson de résines polyester et vinylester à une température supérieure ou égale à 60 °C. L'accélérateur est une solution de naphthalène de cobalt (CoNap) à 12% de la compagnie Dussek. La cinétique chimique de polymérisation de cette formulation de résine a été caractérisée. Les résultats sont présentés à la section 4.3.2.

4.1.4. Membrane flexible

La membrane est fixée sur le moule supérieur par un cadre en métal vissé au moule (Figure 4.3). Au préalable, elle est chauffée à une température de 120 °C et tendue au moyen de pinces. Ainsi, la membrane ne se déforme pas sous l'effet de son expansion thermique lors d'un moulage à une température de 100 °C. Dans le cas d'une membrane fragile ne permettant pas une fixation au cadre de tension, elle doit être chauffée à 120°C avant la fermeture du moule. Puis le moule est fermé et refroidi à la température de moulage.

À chaque fabrication, un agent scellant et un agent démoulant doivent impérativement être appliqués sur la surface de la membrane en contact avec la résine. Autrement, une forte adhésion de la membrane sur la pièce dégraderait la membrane et la rendrait

inutilisable. L'agent démoulant utilisé sur la membrane est le Enviroshield de la compagnie Zywax. L'agent scellant est le GP Mold Sealer de cette même compagnie. Noter que l'application de l'agent scellant a pour effet un durcissement de la surface de la membrane, mais il améliore grandement l'efficacité de l'agent démoulant.

Trois matériaux de membrane ont été employés lors de cette étude :

- Silicone renforcé par de la fibre de verre. Cette membrane présente l'avantage d'une très grande résistance mécanique et d'une bonne stabilité thermique jusqu'à plus de 150 °C. Néanmoins, elle possède une conductivité thermique médiocre. Le renfort en fibres de verre laminé dans le silicone agit comme un isolant thermique. Dans le reste de ce chapitre, on réfèrera à cette membrane par la locution « membrane non conductrice ».
- Silicone à la conductivité thermique améliorée et renforcé par de la fibre de verre (TC-80CG de la compagnie Shin-Tsu). Ce matériau bénéficie d'une conductivité thermique améliorée (1.9 W / m · K). Cependant, l'expérience a révélé une faible résistance au déchirement. Dans le reste de ce chapitre, on réfèrera à cette membrane par la locution « membrane conductrice ».
- Latex. Il a l'avantage d'une très grande élongation (300%), ce qui rend possible l'utilisation de feuilles de latex non préformées dans des moules de géométries complexes (voir section 4.6, Fabrication d'une pièce 3D et mesures du flux de chaleur).

En raison de sa fragilité, la membrane en silicone conducteur a été placée entre deux joints de silicone renforcés afin de la protéger au niveau du plan de joint du moule (Figure 4.7). Ces deux joints jouent aussi le rôle d'isolant thermique entre les deux parties du moule. Ainsi, le transfert de chaleur entre le moule et le contre-moule au niveau du plan de joint est limité.

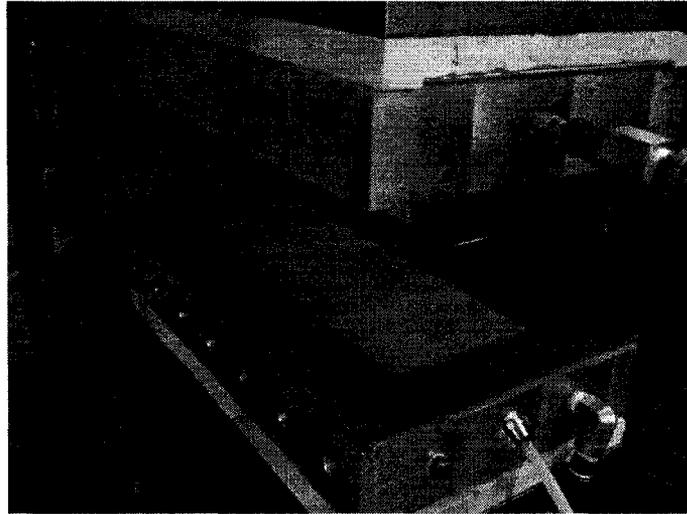


Figure 4.7 : Membrane en silicone conducteur (au centre) avec joint de renforcement sur le plan de joint du moule.

4.2. Procédure de fabrication

1. Préchauffer le moule et la préforme jusqu'à stabilisation de la température du moule à la température de moulage désirée.
2. Faire circuler le fluide de compaction dans le moule jusqu'à obtention de la température de fluide désirée.
3. Arrêter la circulation du fluide de compaction dans le moule et faire le vide dans les deux cavités (chambre de compaction et cavité de moulage).
4. Injecter la résine à une pression de 1,4 bar et démarrer le chronomètre.
5. Fermer le conduit d'injection de la résine après que la totalité de la résine ait été injectée.

6. Fermer la valve d'aspiration dans le circuit du fluide de compaction et injecter le fluide de compaction.
7. Fermer l'évent une fois 15 cm du conduit de l'évent rempli de résine.
8. Arrêter le chronomètre.
9. Cuire le composite pendant 20 min en maintenant l'écoulement du fluide de compaction à une pression et à une température fixes.
10. Arrêter le chauffage du moule et du fluide de compaction.
11. Diriger le fluide de compaction dans l'échangeur de chaleur.
12. Ouvrir les vannes d'eau pour le refroidissement du fluide de compaction et du moule.
13. Attendre que la température du moule inférieur ait atteint 60 °C.
14. Arrêter la circulation du fluide de compaction dans le moule.
15. Aspirer le fluide de compaction de la chambre de compaction.
16. Ouvrir l'entrée d'air en amont du port d'injection du fluide de compaction afin d'évacuer le fluide présent dans le moule.
17. Ouvrir le moule.
18. Démouler la pièce.

La Figure 4.8 est un exemple des données du procédé qui sont recueillies pendant une fabrication. Cette figure trace l'évolution de la température et de la pression du fluide de compaction enregistrées par le logiciel de contrôle. On voit sur cette figure qu'une

importante chute de pression du fluide de compaction se produit entre l'entrée et la sortie du le moule (1,6 bar). Le chauffage de la partie supérieure du moule prévient la perte de chaleur du fluide de compaction dans le moule. Les températures d'entrée et de sortie du fluide de compaction sont donc proches. Après 20 min de cuisson, le fluide de compaction est refroidi et évacué du moule pour permettre le démoulage.

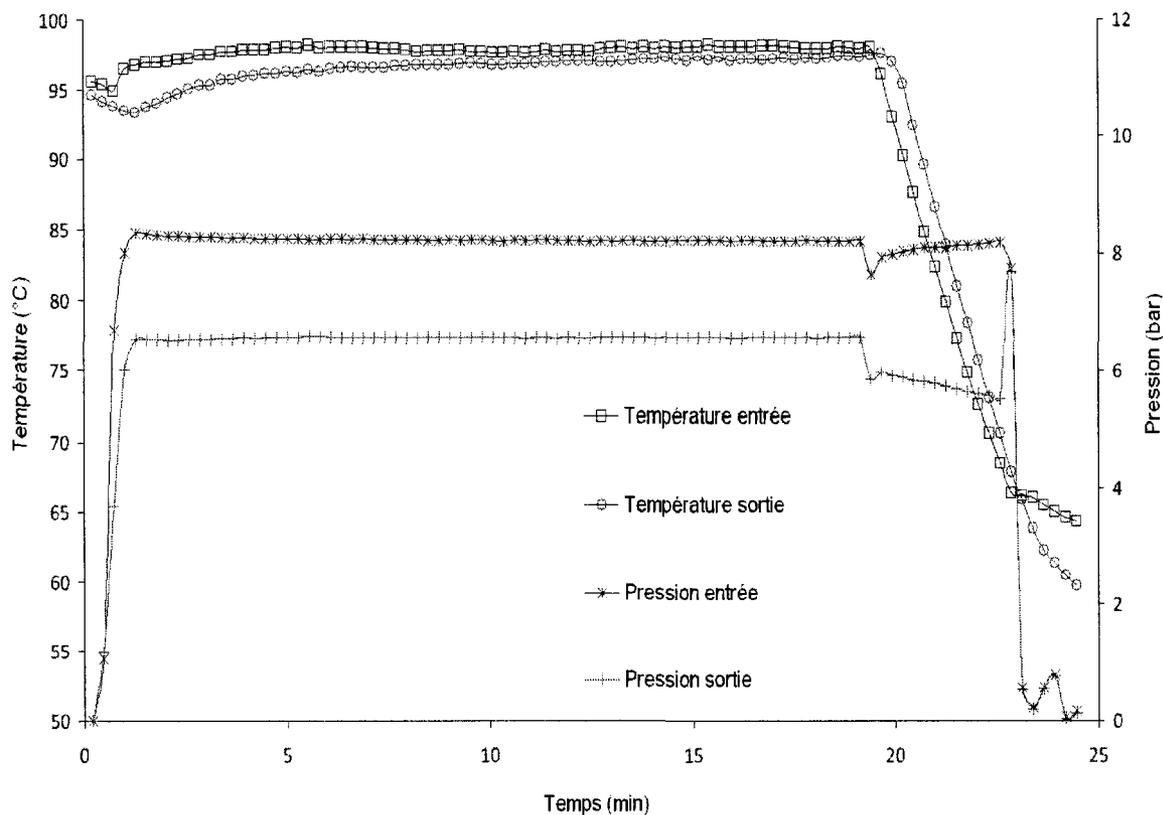


Figure 4.8 : Évolution de la température et de la pression du fluide de compaction pendant une fabrication (1200 tpm).

La contamination de la cavité de moulage par le fluide de compaction représente un risque à considérer au même titre que la contamination du circuit du fluide de compaction par la résine liquide. Un défaut d'étanchéité entre les deux cavités pourrait

être à l'origine de ce type d'incident. Dans le deuxième cas, il faut noter que les conséquences pourraient être plus néfastes, puisque tout le système du fluide de compaction aurait à être vidangé. Une contamination du fluide de compaction par la résine liquide modifierait les propriétés de l'huile et pourrait endommager le circuit du fluide de compaction. Par conséquent, il est préférable de veiller à ce que la pression du fluide de compaction soit toujours supérieure à la pression de la résine durant l'injection et jusqu'à ce que la résine soit gelée. Ainsi, en cas de perforation de la membrane, le fluide de compaction passera dans la cavité de moulage, mais en quantité limitée, puisque cette cavité est déjà occupée par la résine et le renfort et que les deux ports d'injection et d'évent sont fermés.

Le démoulage ne doit s'effectuer que lorsque la température de la résine baisse en dessous de la température de transition vitreuse de la résine de plusieurs degrés. Avant cela, la résine se trouve dans un état caoutchouteux qui ne permet pas le démoulage, au risque d'obtenir d'importants défauts en plus d'une difficulté à démouler la pièce.

4.3. Travaux préliminaires

4.3.1. Compatibilité du fluide de compaction avec la résine

La compatibilité entre les deux fluides, résine et fluide de compaction est un facteur important pour la robustesse du procédé. Parmi les travaux préliminaires de notre étude, la compatibilité du fluide de compaction avec la résine vinylester a été évaluée. Une préforme a été volontairement et abondamment imprégnée d'huile Ucon afin de simuler une contamination majeure de la cavité de moulage par le fluide de compaction. Par la suite, la résine a été injectée en suivant la procédure d'injection flexible. La cuisson a ensuite été effectuée à 100 °C pendant une durée de 20 min.

Le résultat de cette expérience est que la résine injectée a bien polymérisé, y compris dans la zone contaminée par le fluide de compaction comme on peut le constater au niveau du coin inférieur droit de la pièce sur la Figure 4.9. Une plus grande flexibilité de la pièce a été observée au niveau de la zone imprégnée de fluide de compaction à cause de l'effet plastifiant du fluide Ucon. L'imprégnation de la préforme par la résine est également moins bonne en cette zone.

Cette expérience a permis de démontrer que le fluide de compaction est bien assimilé par la résine et n'empêche pas sa polymérisation. Le mélange de la résine avec le fluide de compaction ne génère ni émulsion, ni émanation de gaz. Plus tard, lors de l'exécution des plans d'expériences, il a été confirmé que la présence dans la cavité de faibles quantités de fluide de compaction ne compromet aucunement la qualité de la pièce finale.

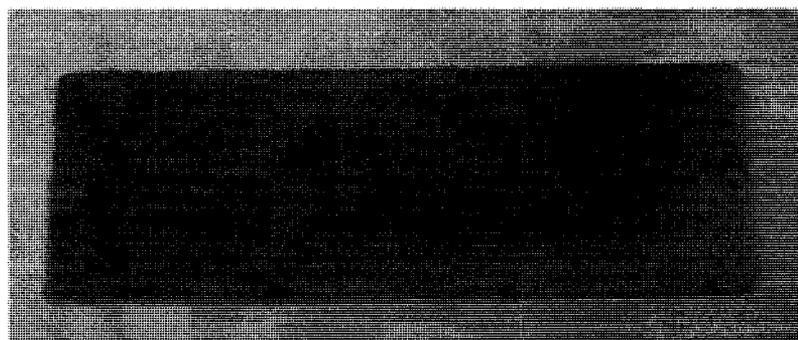


Figure 4.9 : Pièce fabriquée avec une préforme contaminée par le fluide de compaction (coté inférieur droit).

4.3.2. Caractérisation de la cinétique chimique de la résine

Afin de réduire le temps de cycle, il faut autant que possible rapprocher le temps d'inhibition de la résine du temps de remplissage du moule sans compromettre

l'imprégnation et le mouillage du renfort [42]. Les résines vinylesters exhibent un gel assez brutal à un faible degré de polymérisation. Le calorimètre différentiel à balayage (DSC) permet de mesurer le flux de chaleur généré par la réaction de polymérisation et de retracer ainsi l'évolution du degré de cuisson.

La cinétique chimique obtenue par des mesures DSC peut être assez différente de celle observée dans le moule à températures égales. Selon les propriétés thermiques du moule, la chaleur de réaction du thermodurcissable est dissipée avec une efficacité variable. Le renfort a également un impact sur les échanges thermiques et par conséquent, sur la cinétique chimique de la résine. Si la préforme est à la température du moule durant l'injection et que la résine n'est pas chauffée, les fibres contribuent à chauffer la résine. Par la suite, pendant la cuisson, une partie de la chaleur de réaction est transmise au renfort. Par ailleurs, l'ensimage des fibres peut avoir une influence non négligeable sur la cinétique chimique [46].

Des mesures DSC isothermes ont été réalisées sur la formulation de la résine décrite au paragraphe 4.1.3. La réactivité de la résine oblige à effectuer un saut de température vers la température de l'isotherme et ce, afin d'éviter une polymérisation pendant le chauffage de l'échantillon. Cela est plus représentatif d'une injection isotherme, pendant laquelle, la résine est injectée dans un moule déjà chaud. En raison des émanations de styrène, une membrane en kapton a dû être utilisée pour sceller la cupule de l'échantillon. Les courbes de flux de chaleur des essais à 80, 90 et 100 °C sont tracées sur la Figure 4.10.

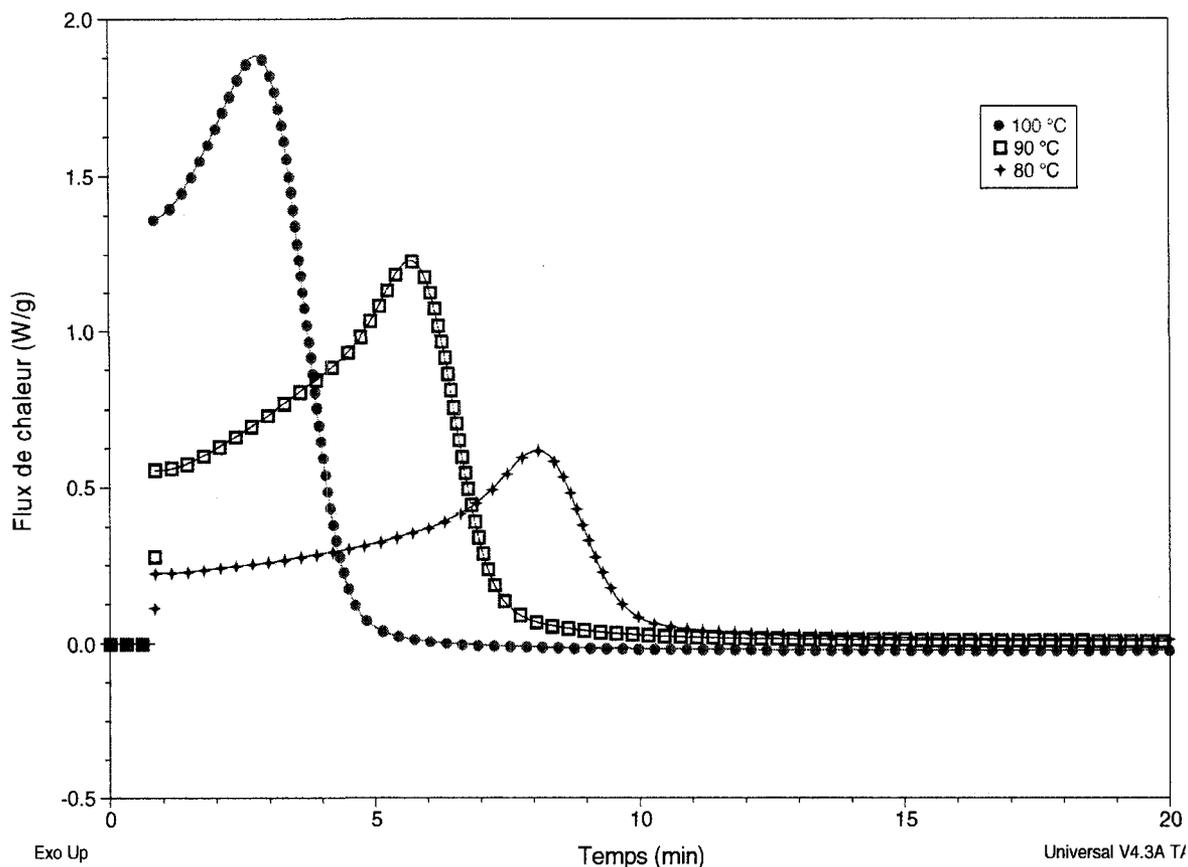


Figure 4.10 : Résultats DSC. Isothermes à 80, 90 et 100 °C.

Pour connaître la chaleur totale de réaction et pouvoir ainsi calculer l'évolution du degré de cuisson pendant un isotherme, un essai dynamique doit également être réalisé. Les résultats de cet essai et le calcul du degré de cuisson sont illustrés sur les figures de l'Annexe C. Après 20 minutes de cuisson à 100 °C, la résine atteint un degré de polymérisation de 92%. La température de cuisson est fixée à 100 °C et le temps de cuisson à 20 min.

4.3.3. Mesure de la pression de la résine

L'objectif de cette expérience est d'enregistrer l'évolution de la pression de la résine, une fois l'injection terminée, et d'évaluer, par la même occasion, la transmission des pulsations du fluide de compaction à la résine liquide. Pour cela, un capteur de pression est placé sur la ligne d'injection de la résine entre le moule et le pistolet d'injection comme le montre la Figure 4.11. Au préalable, le capteur de pression est protégé par un film adhésif et de la glycérine injectée à l'aide d'une seringue, comme illustré sur la Figure 4.12.

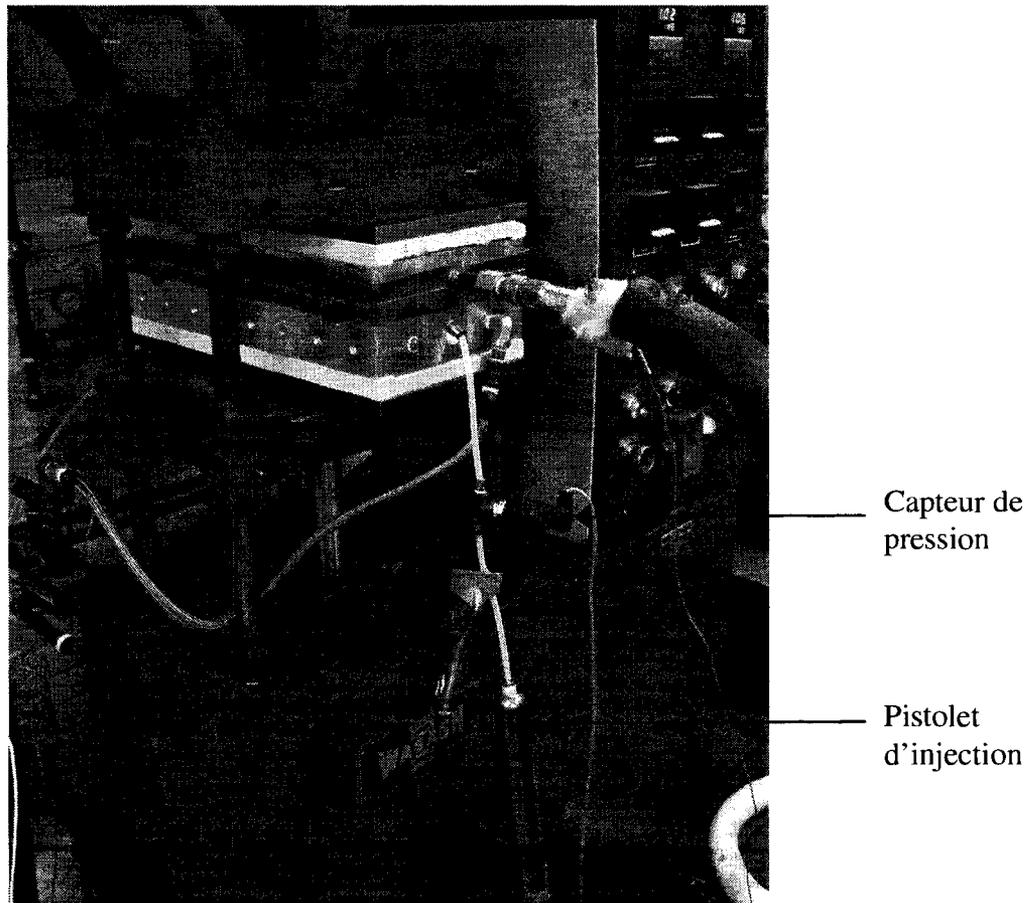


Figure 4.11 : Mesure de la pression de la résine lors de l'injection du fluide de compaction.



Figure 4.12 : Injection de glycérine dans le capteur de pression.

Le graphique de la Figure 4.13 montre l'évolution de la pression de la résine et du fluide de compaction lors de la fabrication d'une plaque. La première augmentation est provoquée par l'injection de la résine. Lors de la phase d'injection de la résine, la chambre de compaction est sous vide. La pression négative n'est cependant pas mesurable par le capteur installé sur le système du fluide de compaction. À environ 14 secondes intervient l'injection du fluide de compaction, ce qui provoque une hausse de la pression de la résine à un niveau supérieur à celui de la pression du fluide de compaction. Cela s'explique par la pression dynamique du fluide injecté perpendiculairement à la surface du moule qui vient s'ajouter à la pression statique mesurée par le capteur. On observe par la suite une chute de la pression de la résine qui s'écoule dans la préforme en direction de l'évent. La différence entre la pression de compaction et la pression de la résine est la pression supportée par le renfort. Ainsi, à mesure que la résine imprègne le renfort, ce dernier supporte une pression croissante.

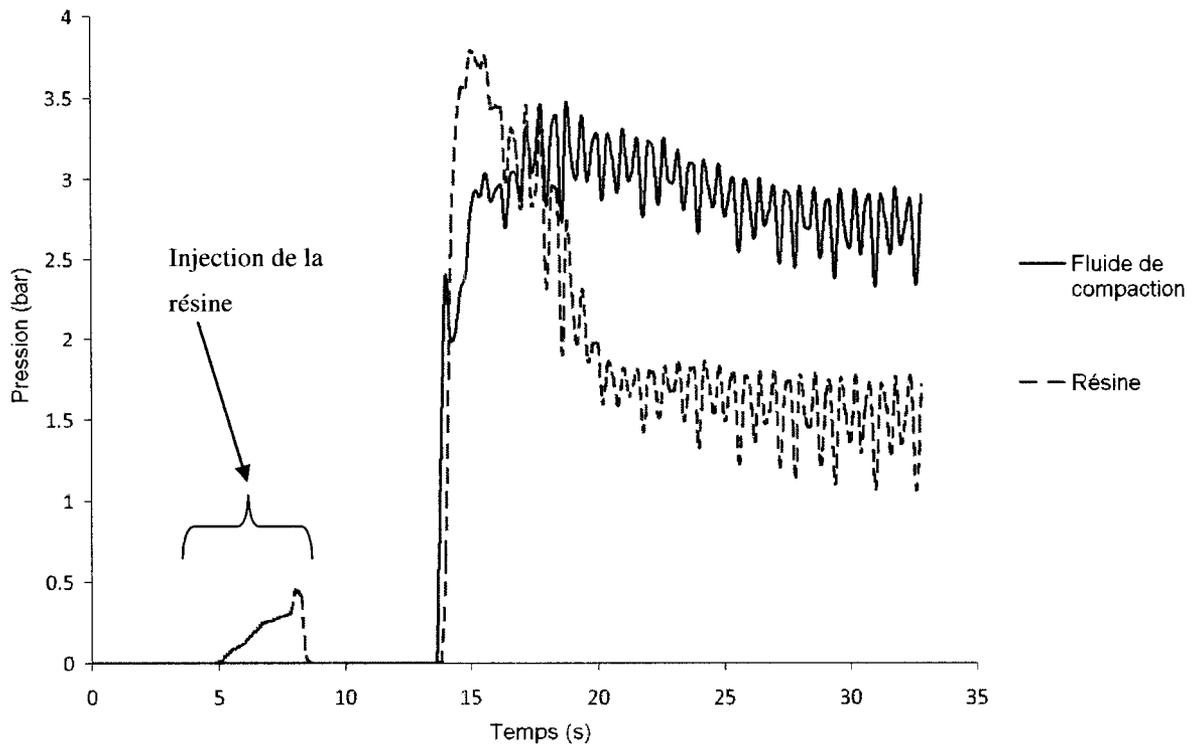


Figure 4.13 : Évolution des pressions de la résine et du fluide de compaction au début du cycle de fabrication (5 mesures par seconde, 1010 tpm, $T_{moule} = 80\text{ °C}$, $T_{fluide} = 60\text{ °C}$).

Afin d'enregistrer les fluctuations rapides de pression, la pression de la résine a été mesurée avec une fréquence d'échantillonnage plus élevée, soit 1000 mesures par seconde pendant 1 seconde. La Figure 4.14 montre clairement que les oscillations de pression du fluide de compaction sont transmises à la résine à la fois en fréquence et en amplitude. Les fréquences du fluide de compaction et de la résine calculées par FFT sont les mêmes, soient environ 17 Hz. La vitesse de rotation du moteur était de 1010 tpm et la pompe comprenait deux pistons. L'amplitude des oscillations de pression du fluide de

compaction est de 4,8 bar, tandis que dans la résine, on mesure une amplitude de 4,1 bar. L'amortissement est donc suffisamment faible pour permettre une bonne transmission des vibrations.

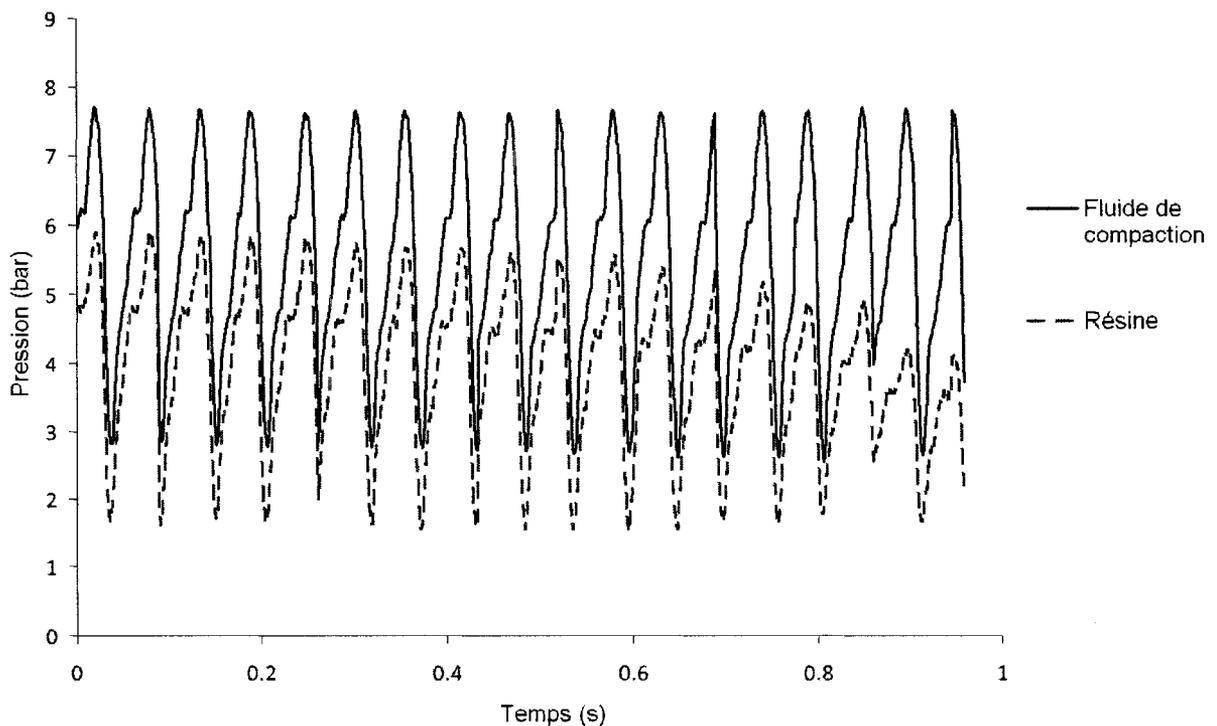


Figure 4.14 : Fluctuations des pressions du fluide de compaction et de la résine (1000 mesures par seconde, 1010 tpm, $T_{moule} = 80\text{ }^{\circ}\text{C}$, $T_{fluide} = 60\text{ }^{\circ}\text{C}$).

La Figure 4.15 montre l'évolution de la pression de la résine pendant l'étape d'imprégnation. Sur cette figure, la mesure commence après injection de la résine et fermeture du port d'injection. La pression de la résine chute pendant l'imprégnation. Les fluctuations de pression sont alors moins intenses dans la résine. Sa pression se stabilise

après 2,5 s. En raison de la température de moulage élevée (100 °C), le gel rapide et le retrait de la résine à 4 s font chuter la pression.

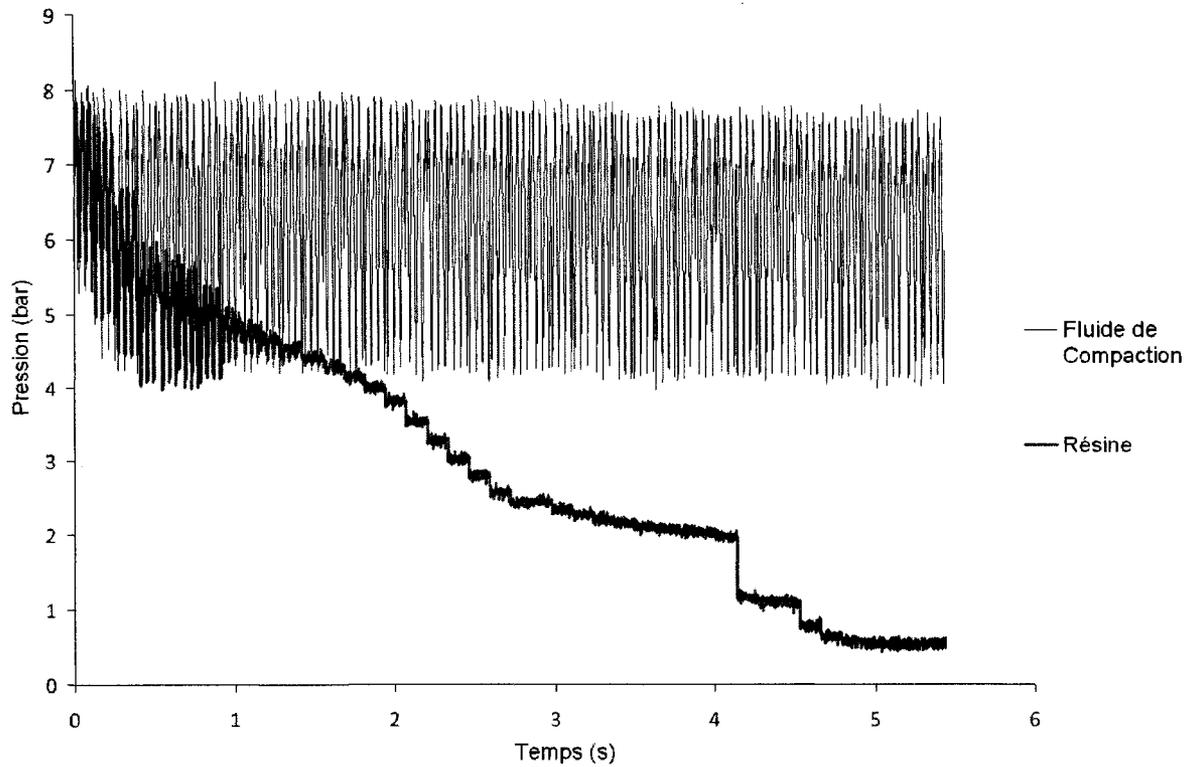


Figure 4.15 : Évolution des pressions de la résine et du fluide de compaction après l'injection de la résine (1000 mesures par seconde, $T_{moule} = 100\text{ °C}$, $T_{fluide} = 90\text{ °C}$, 1500 tpm).

4.4. Étude de la pulsation de la pression du fluide de compaction

4.4.1. Plan d'expériences

On se propose d'évaluer l'impact du cyclage de la pression du fluide compaction sur la variabilité de l'épaisseur de la pièce composite et sur le temps d'imprégnation. La principale variable d'étude est la fréquence du cyclage du fluide compaction qui est contrôlée par la vitesse de rotation de la pompe. La relation donnant la fréquence en fonction de la vitesse de rotation du moteur (*tpm*) est :

$$f = \frac{TPM}{60} \quad (4.1)$$

Les observations et mesures effectuées dans le cadre de ce plan d'expériences sont :

- Mesures d'épaisseur réalisées à l'aide d'un micromètre électronique à gorge profonde en vingt différents points de la pièce composite, comme indiqué sur la Figure 4.16. L'épaisseur moyenne, l'écart maximal et l'écart type des mesures ont été calculés. Noter que l'axe des différents points de mesure d'épaisseur sur la pièce est orienté du port d'injection vers l'évent.
- Mesure du temps d'imprégnation pour chaque fabrication tel que défini dans la procédure de fabrication au paragraphe 4.2.

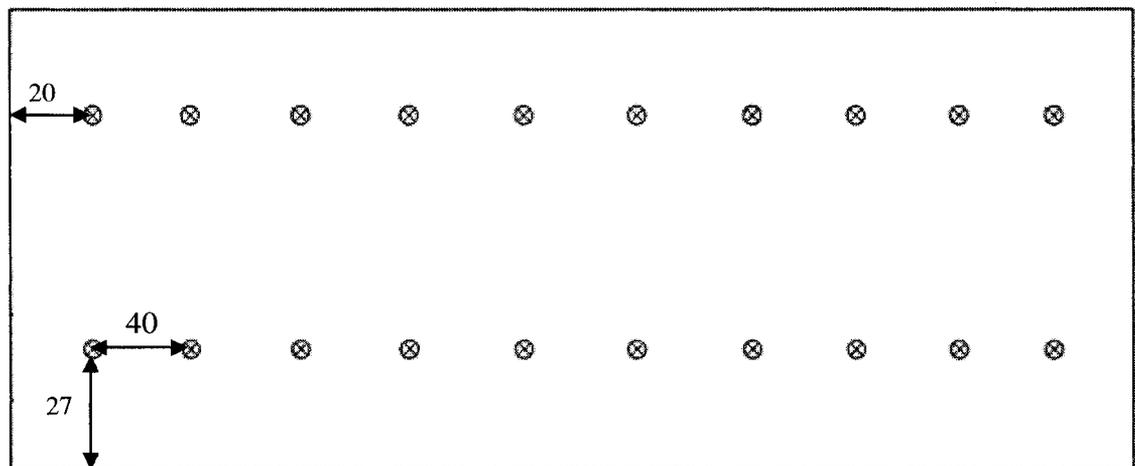


Figure 4.16 : Positionnement des points de mesure d'épaisseur sur une plaque (mesures en mm).

Les variables fixées sont :

- Pression d'injection de la résine : 1,4 bar.
- Pression de compaction : la pression du fluide de compaction est ajustée de façon à avoir un pic à 8,3 bar.
- Température du moule inférieur : 100 °C.
- Température du fluide compaction : 100 °C.
- Temps de cuisson : 20 min.

Les valeurs des variables utilisées dans le plan d'expériences sont données dans le Tableau 4.1.

Tableau 4.1 : Plan d'expériences

Expérience	Nombre de pistons	Fréquence (Hz)	Vitesse moteur (tpm)
1	1	10	600
2	1	15	900
3	1	17	1000
4	1	20	1200
5	1	25	1500
6	1	29	1750
7	2	10	600
8	2	15	900
9	2	20	1200
10	2	25	1500
11	2	29	1750
12	-	0	0

Ce plan d'expériences comprend donc 12 essais, plus les répétitions. Les essais avec deux pistons dans la pompe ont été répétés au moins trois fois, tandis que les essais avec un seul piston n'ont pas été répétés, exception faite pour l'essai numéro 1. L'essai numéro 12 a été réalisé sans circulation du fluide de compaction, simplement en appliquant une pression statique dans le fluide à l'aide de la pression d'air. Cet essai est destiné à comparer une fabrication avec circulation et pulsation du fluide de compaction et une fabrication avec une compaction statique.

4.4.2. Résultats

Noter que deux plaques de référence ont été fabriquées par le procédé RTM sur le même moule avec le même renfort mais à température ambiante. La mesure d'épaisseur sur ces deux plaques a donné une épaisseur moyenne de 2,5 mm avec une variabilité maximale de l'ordre de 3% (0,08 mm) et un écart type de 0,02 mm. Le temps d'imprégnation du renfort de ces deux fabrications se situe autour de 10 min. Sur les figures de cette section, les résultats à fréquence nulle ont été obtenus par les essais sans circulation ni pulsation de fluide de compaction. Les résultats détaillés de ce plan d'expériences sont fournis en Annexe D.

4.4.2.1. Épaisseur moyenne du composite

La Figure 4.17 montre l'épaisseur moyenne des plaques en fonction de la fréquence de pulsation du fluide de compaction. Une tendance à la diminution de l'épaisseur des plaques avec la fréquence de pulsation apparaît à partir de 15 Hz, se rapprochant ainsi de l'épaisseur de la cavité du moule de 2,5 mm. On observe également une diminution de l'épaisseur moyenne de 0,08 mm entre les plaques obtenues sans pulsations et celles fabriquées avec une fréquence de 29 Hz.

La diminution de l'épaisseur h des pièces se traduit par une augmentation du taux volumique de fibres v_f , puisque pour un nombre n de plis de renfort, ces deux propriétés sont liées par la relation suivante :

$$v_f = \frac{n \rho_s}{h \rho_v} \quad (4.2)$$

où ρ_s est la masse surfacique d'un plis de renfort et ρ_v la masse volumique du verre.

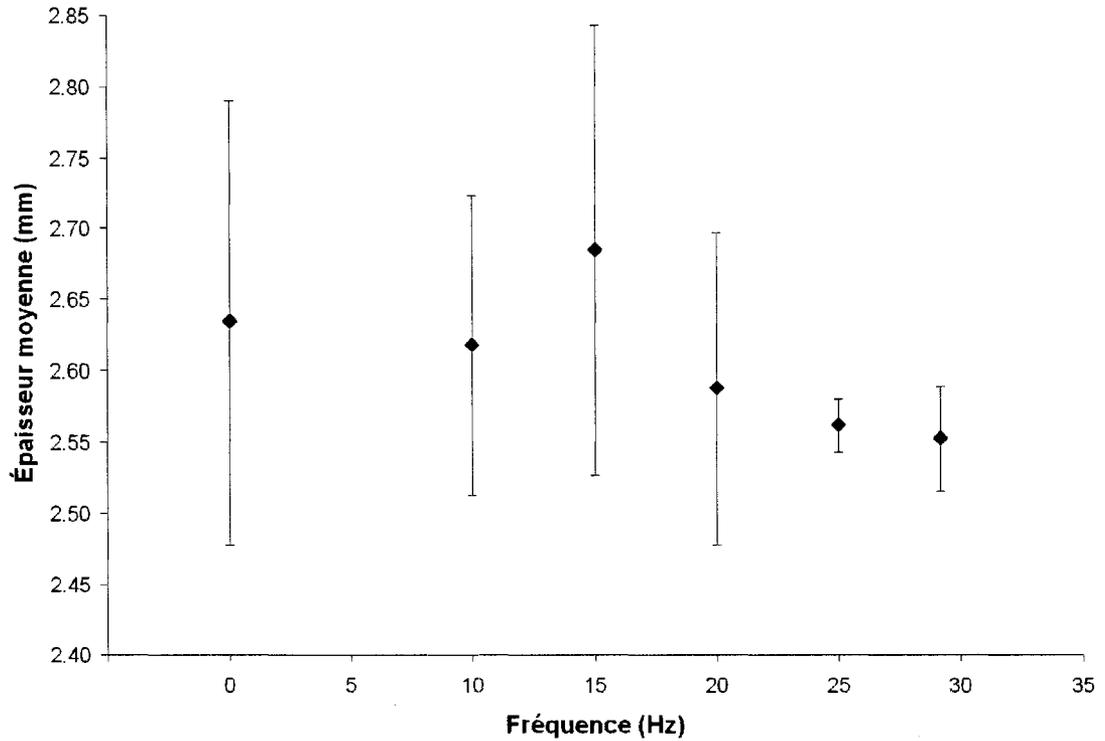


Figure 4.17 : Épaisseur moyenne des plaques composites pour différentes fréquences de pulsation du fluide de compaction.

La Figure 4.18 donne le taux volumique de fibres en fonction de la fréquence de pulsation. Elle montre une augmentation du taux volumique de fibres de 54 à 57% pour une augmentation de la fréquence de 15 à 30 Hz.

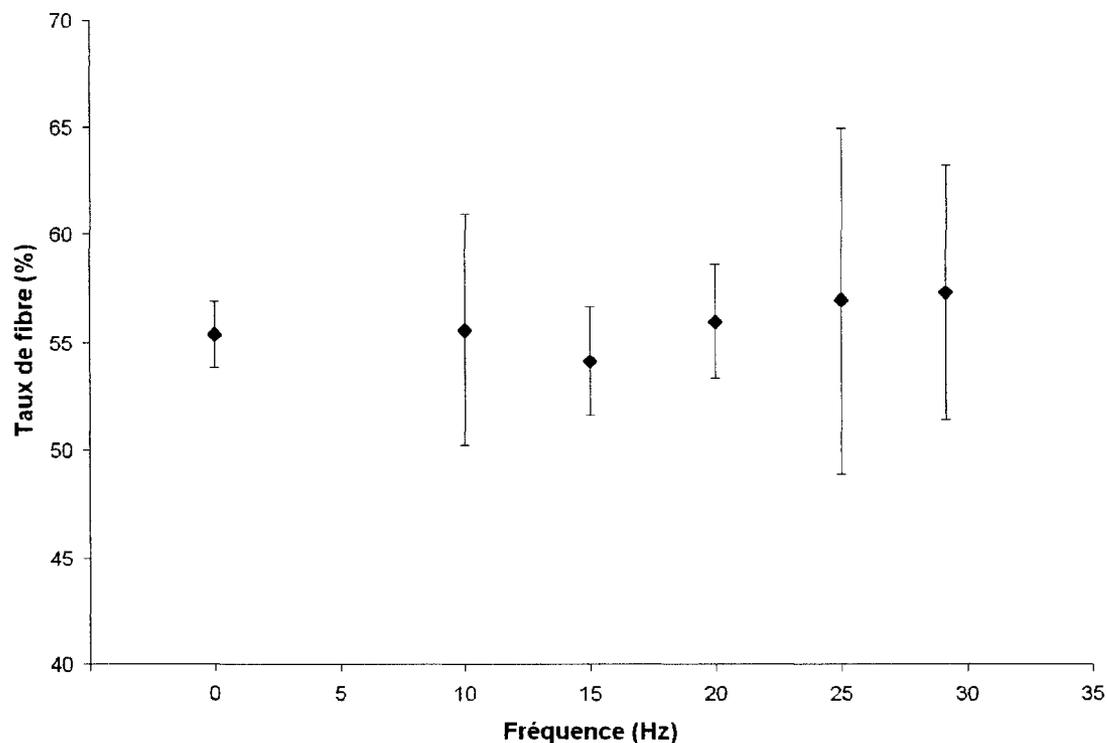


Figure 4.18 : Taux volumique de fibres en fonction de la fréquence de pulsation du fluide de compaction.

4.4.2.2. Variabilité de l'épaisseur du composite

La variabilité de l'épaisseur sur une plaque est le paramètre principal de ce plan d'expériences. Il est estimé par l'écart type et l'écart maximal des mesures d'épaisseur sur une plaque composite. La Figure 4.19 fournit les écarts types des plaques fabriquées à différentes fréquences de pulsation. Elle montre que les écarts types des plaques fabriquées sans pulsation sont en moyenne supérieurs aux écarts types des plaques fabriquées avec pulsation, toutes fréquences confondues. Un écart type minimum de 0,07 mm est observé pour une fréquence de 25 Hz. Cela représente une diminution de 27% de la variabilité de l'épaisseur par rapport à une compaction statique.

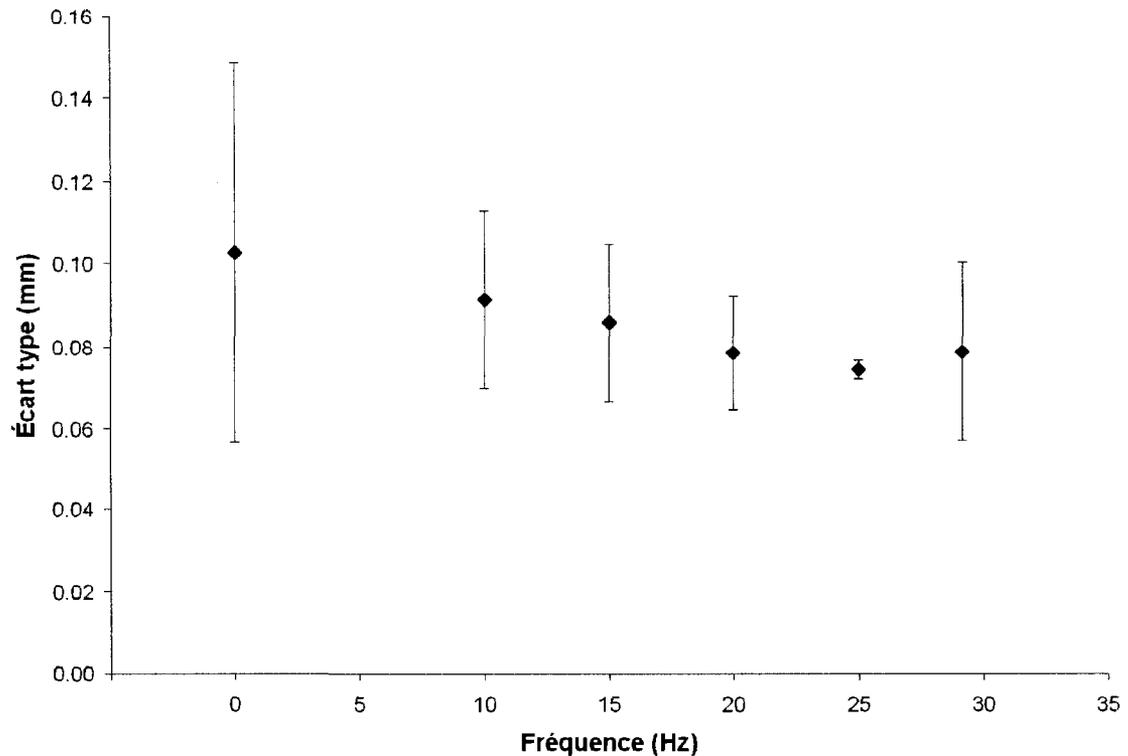


Figure 4.19 : Écart type des mesures d'épaisseur en fonction de la fréquence de pulsation du fluide de compaction.

La Figure 4.20 donne les écarts maximaux d'épaisseur mesurés sur les pièces composites. L'écart maximal d'épaisseur Δh est obtenu par la relation :

$$\Delta h = h_{\max} - h_{\min} \quad (4.3)$$

où h_{\max} et h_{\min} sont respectivement les épaisseurs maximale et minimale mesurées sur une plaque. Ce paramètre revêt une grande importance, car il révèle la présence d'une variation locale de l'épaisseur de la plaque. Encore une fois, la variabilité, estimée ici par l'écart maximal d'épaisseur, présente un minimum à la fréquence de 25 Hz. On obtient des résultats semblables si l'on rapporte l'écart maximal Δh à la valeur de l'épaisseur moyenne h_{moy} , c'est-à-dire en calculant la valeur $\Delta h / h_{moy}$.

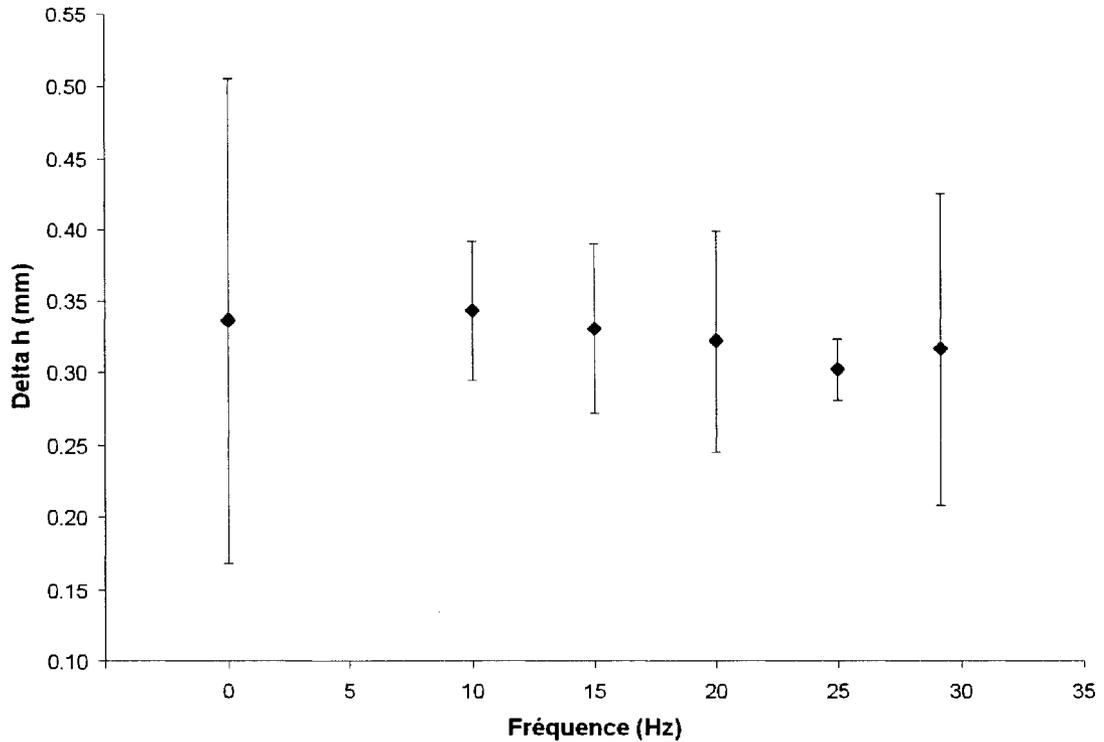


Figure 4.20 : Écart maximal Δh des mesures d'épaisseur en fonction de la fréquence de pulsation du fluide de compaction.

Afin de mieux cerner l'origine de la variabilité d'épaisseur, des mesures d'épaisseur ont été effectuées sur une préforme puis sur la pièce fabriquée avec cette préforme. La Figure 4.21 reporte les résultats de ces mesures. Elle révèle une nette corrélation entre les variations d'épaisseur de la préforme et celles de la pièce composite. On peut donc en déduire qu'une partie des irrégularités d'épaisseur de la préforme se reflète sur la pièce.

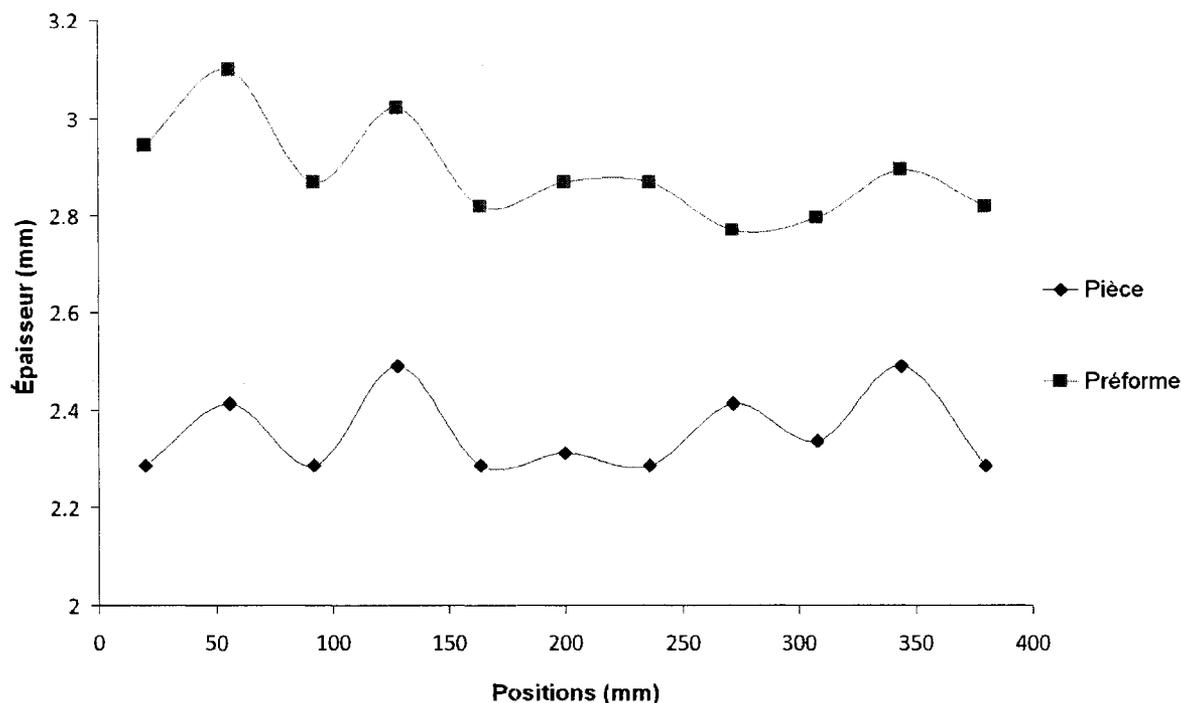


Figure 4.21 : Mesures d'épaisseur sur une pièce et sa préforme.

Le Tableau 4.2 donne les épaisseurs et les écarts types de deux pièces et de leurs préformes. Les préformes ont été comprimées dans le moule à une température de 140°C pendant deux heures. Les résultats reportés dans le Tableau 4.2 montrent qu'on ne peut mettre en cause uniquement la qualité du préformage dans la variabilité de l'épaisseur de la pièce. En effet, l'écart type des pièces est supérieur à celui des préformes comprimées.

L'inspection visuelle des pièces révèle de faibles ondulations dans la direction des chaînes de 45°. Le retrait important de la résine fait ressortir l'empreinte des chaînes du renfort. La distribution de la résine dans le renfort et la qualité d'imprégnation influencent également la variabilité de l'épaisseur de la pièce composite.

Tableau 4.2 : Résultats de mesures d'épaisseur sur renfort et pièce

	Essai 1		Essai 2	
	Épaisseur moyenne (mm)	Écart type (mm)	Épaisseur moyenne (mm)	Écart type (mm)
Préforme	2.97	0.09	3.05	0.03
Préforme après chauffage et compression	2.72	0.04	2.66	0.03
Pièce	2.53	0.06	2.56	0.06

Il est important de souligner que l'écoulement du fluide de compaction au dessus de la membrane ne semble pas causer de variations d'épaisseur du composite. La Figure 4.22 illustre et confirme cette observation, puisqu'elle compare la distribution d'épaisseur de deux pièces, la première fabriquée avec un débit maximal de fluide de compaction (deux pistons, vitesse moteur = 1750 tpm) et la seconde produite sans circulation du fluide de compaction (vitesse moteur = 0 tpm). D'après les deux droites de tendance calculées, la diminution de l'épaisseur est plus prononcée pour la plaque fabriquée sans circulation du fluide de compaction. Aucune corrélation n'a été trouvée entre le débit du fluide de compaction et la variabilité de l'épaisseur.

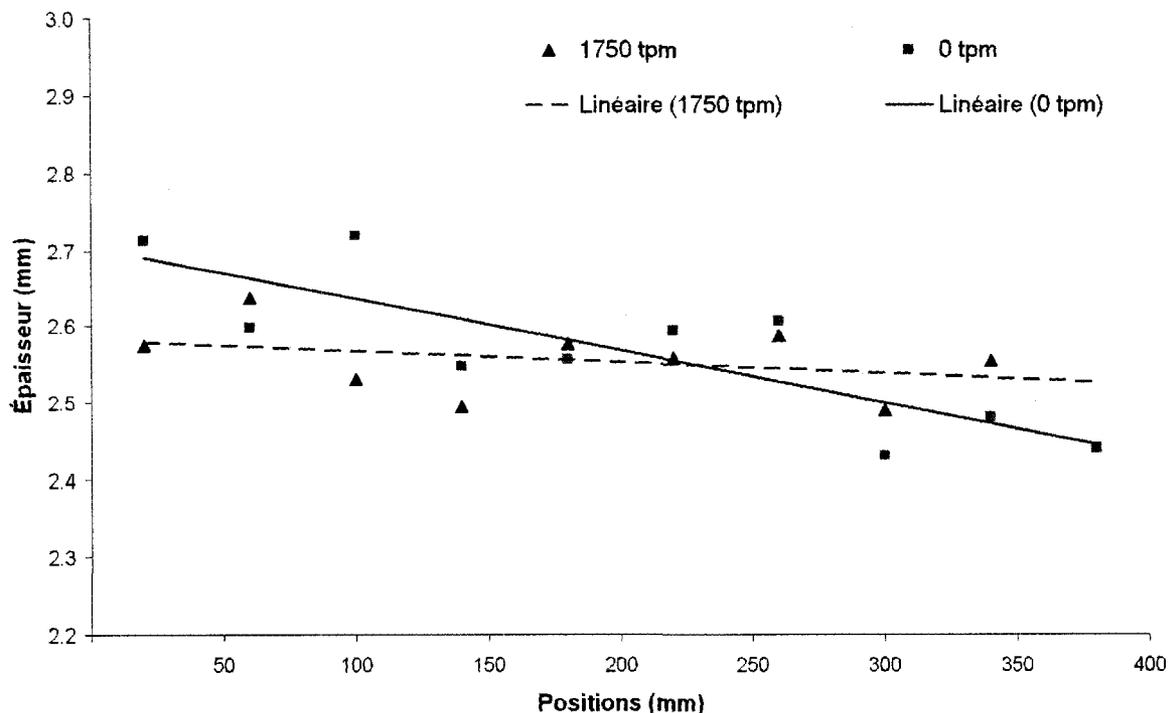


Figure 4.22 : Mesures d'épaisseur sur une plaque fabriquée à une fréquence de 29 Hz et avec deux pistons dans la pompe.

4.4.2.3. Temps d'imprégnation

Ce plan d'expériences a également porté sur l'influence de la fréquence de pulsation du fluide de compaction sur le temps d'imprégnation du renfort. La Figure 4.23 compare les temps d'imprégnation chronométrés lors de la fabrication des plaques avec un, deux pistons et avec la compaction statique. Deux résultats importants ressortent de cette figure. Tout d'abord, pour les essais avec deux pistons, un temps d'imprégnation minimal est observé à une fréquence de pulsation de 20 Hz. Ce minimum est inférieur de 9 s au temps d'imprégnation d'une fabrication avec compaction statique. Le deuxième résultat significatif est que les essais réalisés avec un seul piston présentent les temps

d'imprégnation les plus bas comparativement à ceux réalisés avec deux pistons et ceux réalisés avec une compaction statique.

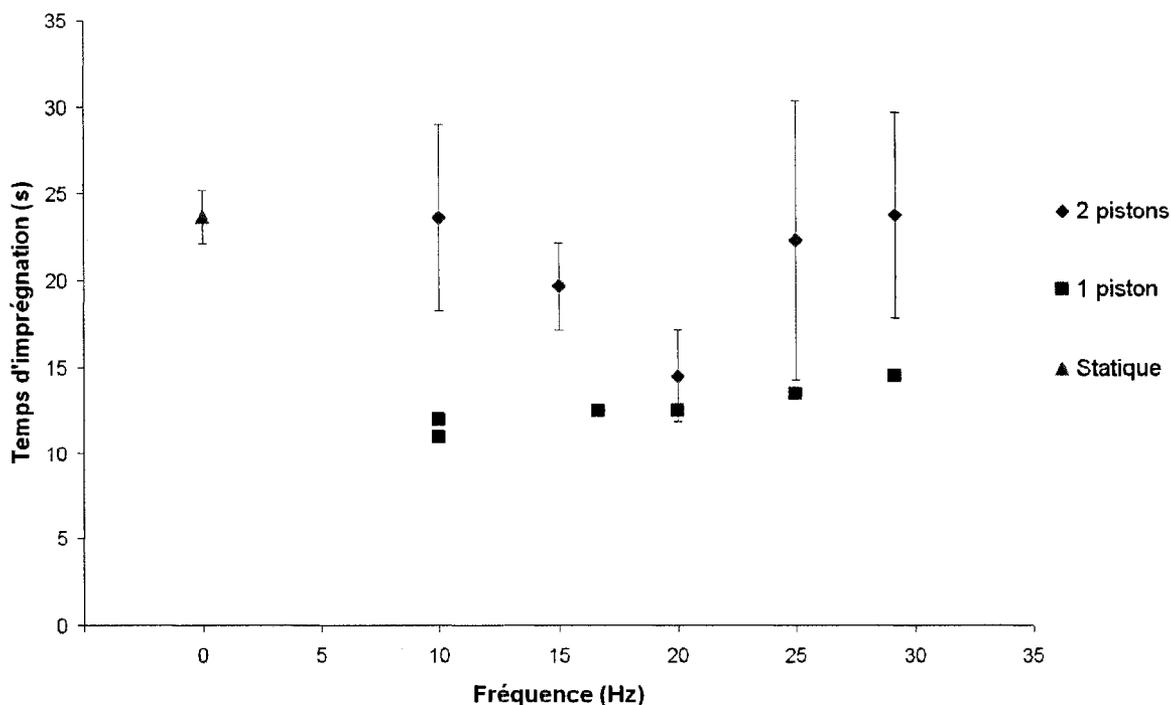


Figure 4.23 : Temps d'imprégnation en fonction de la fréquence de pulsation du fluide de compaction.

4.4.3. Conclusions

Les conclusions suivantes découlent de ce plan d'expériences :

- *Impact de la pulsation du fluide de compaction sur l'épaisseur moyenne des plaques composites.* Entre 15 et 29 Hz, l'épaisseur moyenne diminue quand la fréquence de pulsation augmente. À 29 Hz, on observe une diminution de l'épaisseur moyenne de 3% par rapport à l'épaisseur moyenne des plaques

fabriquées sans pulsation. Un réarrangement des fibres du renfort sous l'effet d'une compaction cyclique pourrait expliquer cette diminution. Cependant, cette diminution est faible si l'on considère la dispersion des résultats.

- *Impact de la pulsation du fluide de compaction sur la variabilité de l'épaisseur des plaques composites.* La pulsation à une fréquence de 25 Hz a causé une diminution de 27% de la variabilité de l'épaisseur relativement aux fabrications sans pulsation. Une pulsation à cette même fréquence a également réduit l'écart maximal d'épaisseur mesuré sur les plaques. Cela montre que la pulsation de la compaction aide à uniformiser l'épaisseur du composite. L'écoulement du fluide de compaction au dessus de la membrane n'engendre pas de variations d'épaisseur le long de la pièce.
- *Impact de la pulsation du fluide de compaction sur le temps d'imprégnation du renfort.* La pulsation à une fréquence de 20 Hz a produit les temps d'imprégnation les plus bas des essais réalisés avec deux pistons. Les essais réalisés avec un seul piston ont donné, en revanche, des temps d'imprégnation plus bas que ceux réalisés avec deux pistons. De plus, les temps d'imprégnation sans pulsation sont supérieurs à ceux obtenus avec pulsation. On peut donc conclure que la pulsation du fluide de compaction avec un seul piston dans la pompe permet de réduire sensiblement le temps d'imprégnation en améliorant l'écoulement de la résine dans le renfort.

4.5. Chauffage du fluide de compaction

4.5.1. Plan d'expériences

L'objectif de ce plan d'expériences est d'évaluer l'efficacité du contrôle de la température du composite grâce au fluide de compaction, en vue de réduire le temps de cycle du procédé. Les variables d'études sont :

- Température du moule. Elle se situe dans une plage de température de 50 à 100°C.
- Température du fluide compaction entre 30 et 100 °C.
- Conductivité de la membrane. Cette variable sera variée en interchangeant les deux membranes en silicone décrites dans la section 4.1.4.
- Épaisseur de la membrane variée entre 0,8 et 1,6 mm.

L'évolution de la température du composite dans le moule pendant la cuisson sera enregistrée en même temps que les autres variables du procédé grâce au logiciel de contrôle. Afin de mesurer cette température, un fil thermocouple fin (calibre 36 AWG) est inséré à travers l'évent du moule et placé au centre de la préforme, au milieu de son épaisseur. Les variables suivantes seront gardées constantes pour toutes les expériences :

- Pression d'injection : 1,4 bar.
- Pression de compaction : 8,3 bar.
- Nombre de pistons : 3.
- Vitesse de rotation de la pompe : 1500 tpm, soit un débit de 15,75 l / min et une vitesse d'écoulement du fluide de 1,53 m / s.

- La température du moule supérieur est fixée à la même température que celle du fluide de compaction afin de limiter les pertes de chaleur vers le moule. Avant l'injection, un certain temps est laissé pour équilibrer la température de la préforme.
- Température de la résine injectée : température ambiante.

Le Tableau 4.3 présente les 13 expériences réalisées.

Tableau 4.3 : Plan d'expériences.

Expérience	Température du fluide de compaction (°C)	Température du moule inférieur (°C)	Épaisseur membrane	Conductivité membrane
1	100	90	1,6	non-conductrice
2	100	90	1,6	non-conductrice
3	100	100	1,6	non-conductrice
4	100	100	0,8	conductrice
5	100	50	0,8	conductrice
6	100	95	0,8	conductrice
7	100	50	0,8	conductrice
8	100	50	0,8	conductrice
9	100	50	1,6	conductrice
10	100	90	1,6	conductrice
11	100	50	1,6	conductrice

12	100	100	1,6	non-conductrice
13	30	95	1,6	non-conductrice

4.5.2. Résultats

La Figure 4.24 trace les évolutions en température du composite pour trois fabrications à des températures différentes du moule et du fluide de compaction. L'injection de la résine se produit à $t = 0$. Sur les trois courbes, on observe que lorsque la résine atteint le thermocouple, le signal de température chute brusquement sous l'effet du passage de la résine froide, puis le composite se réchauffe grâce à la chaleur du moule et du fluide de compaction. La diffusivité thermique élevée du matériau constituant le moule ainsi que la minceur de la pièce ne permettent pas d'observer un exotherme important de température lors de la cuisson. La chaleur générée par la réaction de polymérisation ne suffit pas à élever la température de la pièce de façon significative. Celle-ci est rapidement dissipée dans le moule et dans le renfort.

Sur le graphique de la Figure 4.24, on voit que pour la première fabrication ($T_m = 100^\circ\text{C}$, $T_{fc} = 100^\circ\text{C}$), la température du composite se maintient à 100°C autour de la température du moule pendant toute la durée de la cuisson. À la différence des deux autres fabrications, celle avec un fluide de compaction non chauffé ($T_m = 95^\circ\text{C}$, $T_{fc}=30^\circ\text{C}$) a été réalisée avec une membrane non-conductrice thermiquement. La courbe de température de cette fabrication montre qu'en dépit du chauffage du moule à 95°C , la température du composite ne dépassera pas 75°C à cause de l'effet de refroidissement du fluide de compaction non chauffé. Enfin, dans le dernier essai ($T_m = 50^\circ\text{C}$, $T_{fc}=100^\circ\text{C}$), le moule inférieur a été chauffé à une température de 50°C , ainsi l'augmentation de la température de la pièce au-delà de 50°C n'est due qu'à l'apport de chaleur du fluide de compaction. On voit sur le graphique que la température de la pièce

augmente très rapidement lors de la première minute suivant l'injection du fluide de compaction, puis évolue lentement en hausse. La chaleur du fluide de compaction transmise par convection vers la membrane, puis par conduction au composite est dissipée par le moule inférieur en aluminium. Il est intéressant de remarquer aussi que les températures du composite pour les deux derniers essais évoqués précédemment se rejoignent après les trois premières minutes du cycle de fabrication, bien que leurs configurations de chauffage soient opposées.

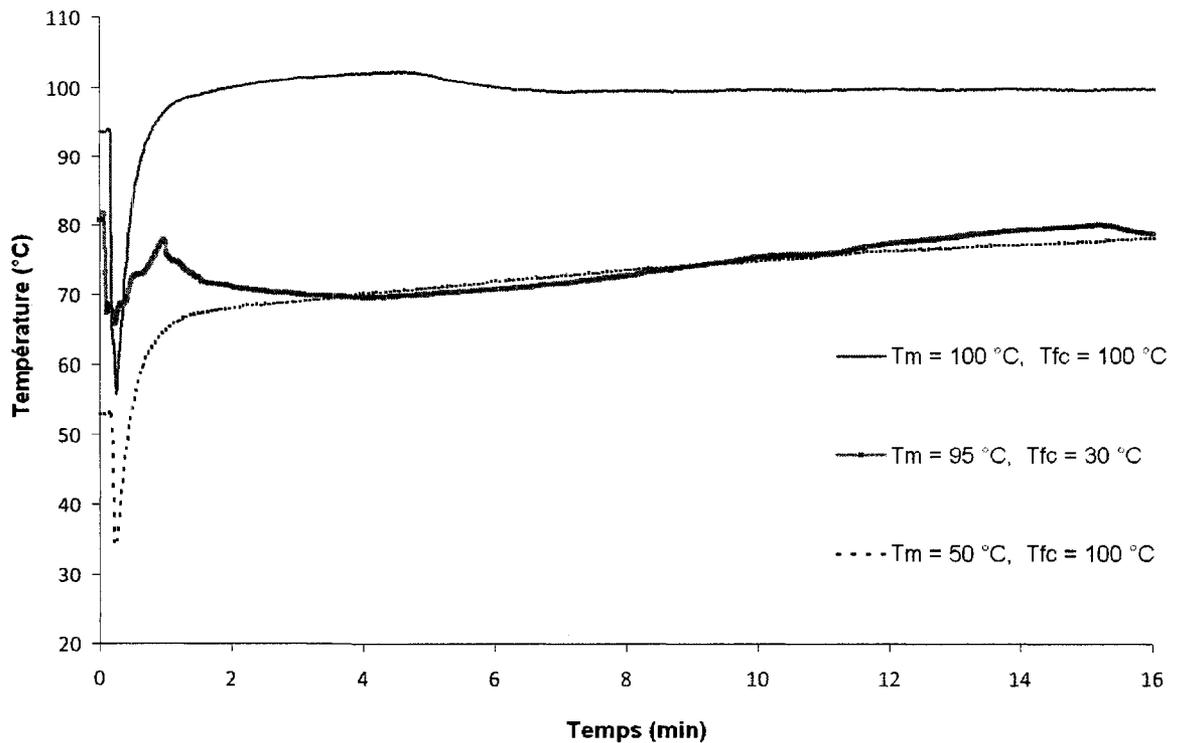


Figure 4.24 : Évolution de la température du composite pour différentes températures de moule T_m et de fluide de compaction T_{fc} .

La Figure 4.25 compare l'évolution de la température du composite de deux fabrications, l'une avec une température de moule de 90 °C et l'autre de 50 °C. La température du fluide de compaction a été fixée à 100 °C dans ces deux essais. Pour l'essai à une température de moule de 90 °C, la température du composite se stabilise à 93 °C. Lors de l'essai avec une température de moule de 50 °C, le fluide de compaction élève la température du composite de 15 °C dans la minute suivant son injection. Par la suite, l'élévation de température se fait avec une rampe d'environ 0,5 °C / min. Le transfert de chaleur par conduction avec le moule domine alors largement le transfert par convection à partir du fluide de compaction.

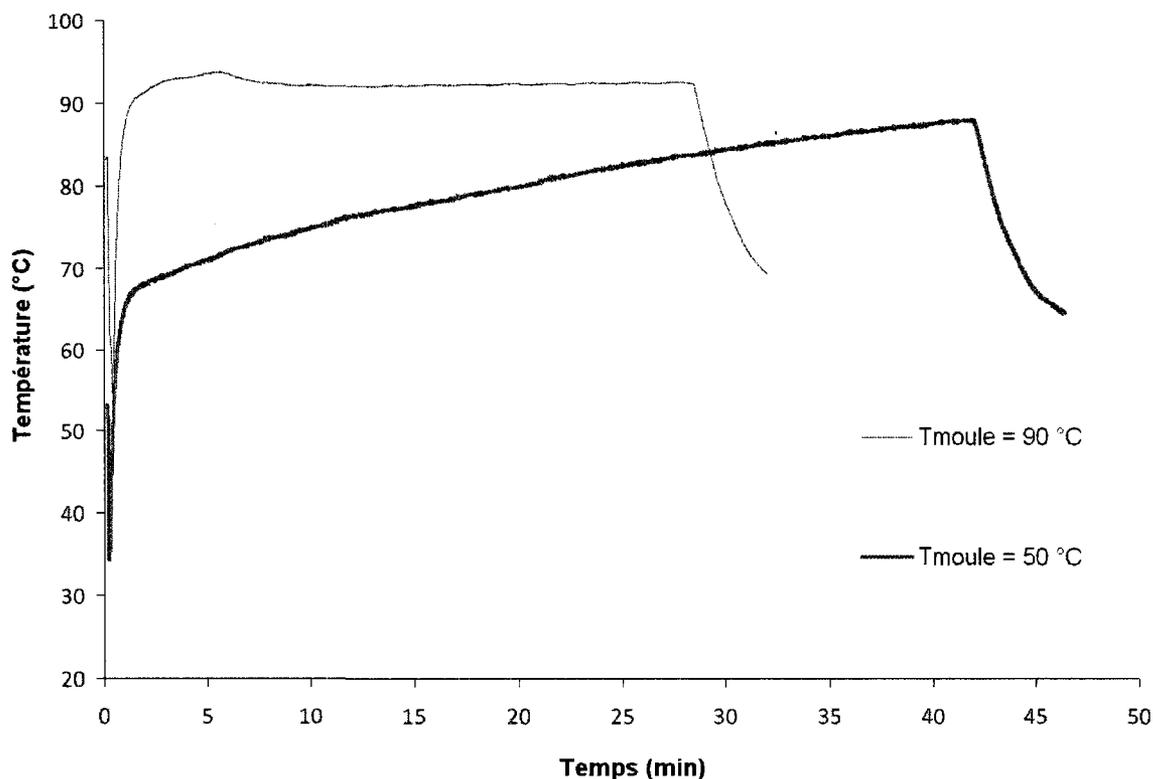


Figure 4.25 : Évolution de la température du composite pour deux températures de moule T_{moule} ($T_{fc} = 100$ °C, membrane conductrice de 0,8 mm).

La Figure 4.26 donne l'évolution de la température du composite pour deux épaisseurs de membrane, 0,8 mm et 1,6 mm. Après l'injection du fluide de compaction, l'augmentation de température se fait à une vitesse similaire pour les deux fabrications.

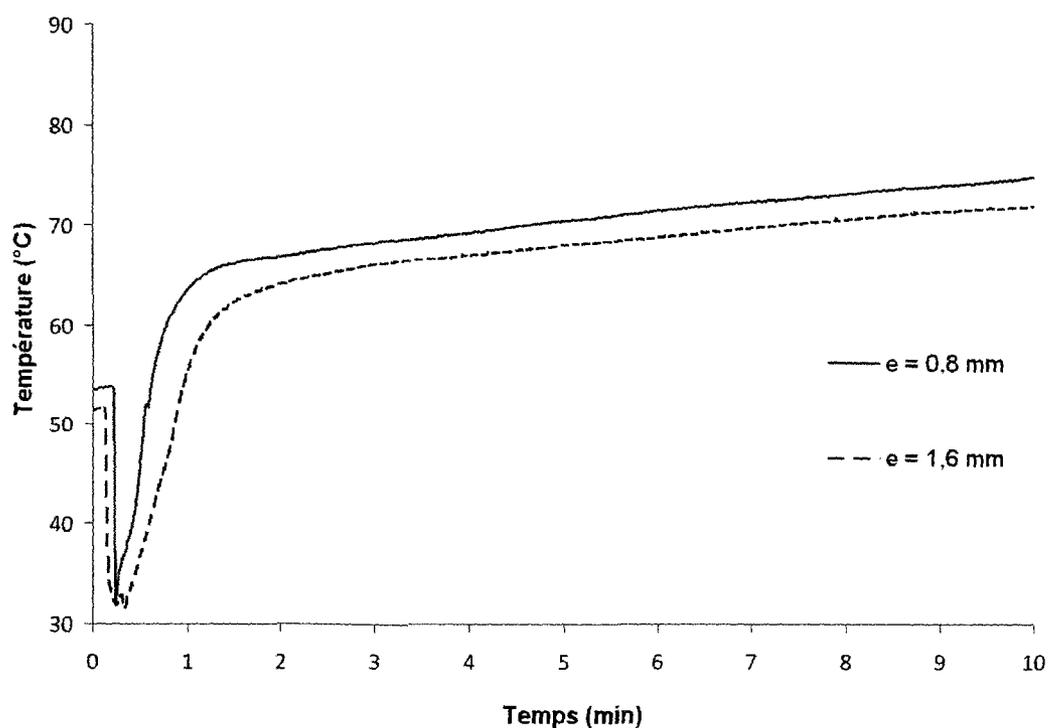


Figure 4.26 : Évolution de la température du composite pour différentes épaisseurs e de membrane conductrice ($T_{moule} = 50\text{ °C}$, $T_{fc} = 100\text{ °C}$).

La Figure 4.27 compare la variation de température du composite pendant la phase de refroidissement par le fluide de compaction pour deux épaisseurs de membrane. Le refroidissement sur cette figure débute à exactement $t = 1$ min. On constate que la membrane de 1,6 mm d'épaisseur produit un temps de réponse sur le signal du

thermocouple du composite légèrement supérieur à celui de la membrane de 0,8 mm d'épaisseur. La vitesse de refroidissement du composite ne semble pas être affectée substantiellement par l'épaisseur de la membrane. Ceci va dans le même sens que les résultats de la figure précédente.

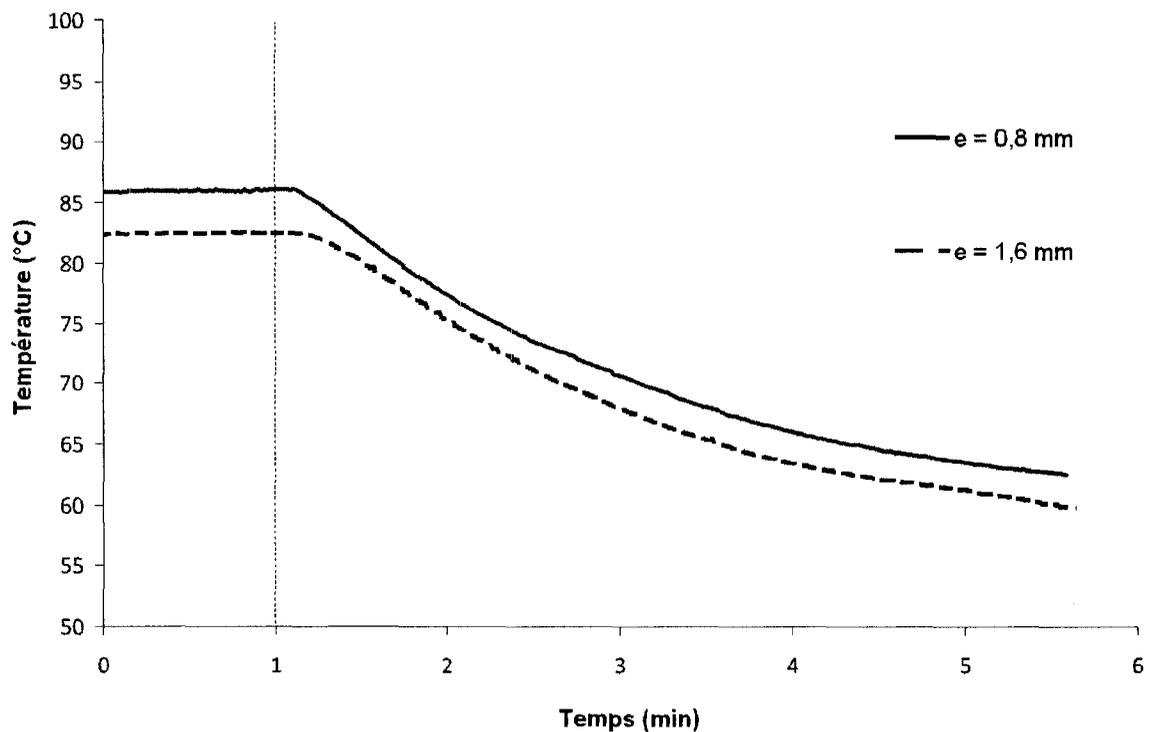


Figure 4.27 : Évolution de la température du composite lors du refroidissement pour différentes épaisseurs e de membrane conductrice ($T_{moule} = 50 \text{ °C}$, $T_{fc} = 100 \text{ °C}$).

La vitesse de refroidissement est davantage affectée par la conductivité de la membrane flexible comme en témoigne la Figure 4.28. Comme précédemment, le refroidissement débute à exactement $t = 1 \text{ min}$. La vitesse de refroidissement du composite avec une

membrane non conductrice est d'environ $4,3\text{ }^{\circ}\text{C} / \text{min}$. Tandis qu'elle s'élève à $20\text{ }^{\circ}\text{C} / \text{min}$ avec une membrane dont la conductivité thermique est améliorée.

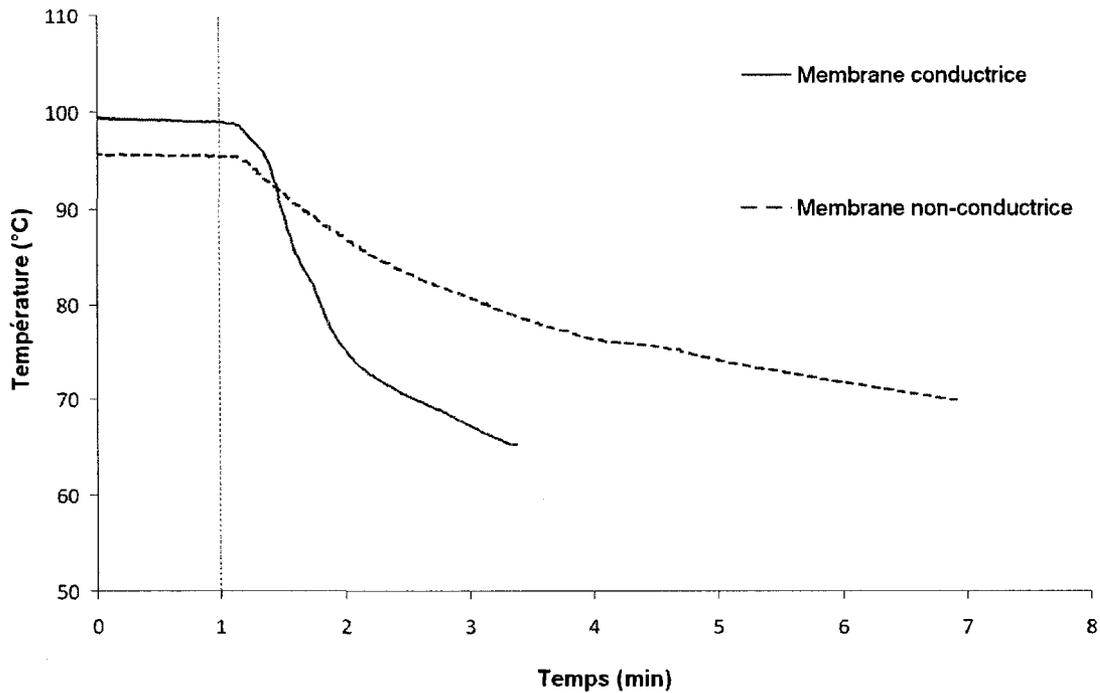


Figure 4.28 : Évolution de la température du composite lors du refroidissement pour deux conductivités de membrane ($T_{moule} = 100\text{ }^{\circ}\text{C}$, $T_{fc} = 100\text{ }^{\circ}\text{C}$).

La Figure 4.29 trace l'évolution du gradient de température entre le fluide de compaction et le composite ($T_{fc} - T_c$) pour une membrane thermiquement conductrice et une membrane non conductrice. Sur le graphique de la Figure 4.29, l'injection de la résine débute à $t = 0$. On observe qu'après la première minute suivant l'injection de la résine, la différence de température $T_{fc} - T_c$ ne dépasse pas $5\text{ }^{\circ}\text{C}$ pour les deux expériences. Néanmoins, l'écart de température s'accroît avec le temps pour la fabrication avec une membrane non conductrice

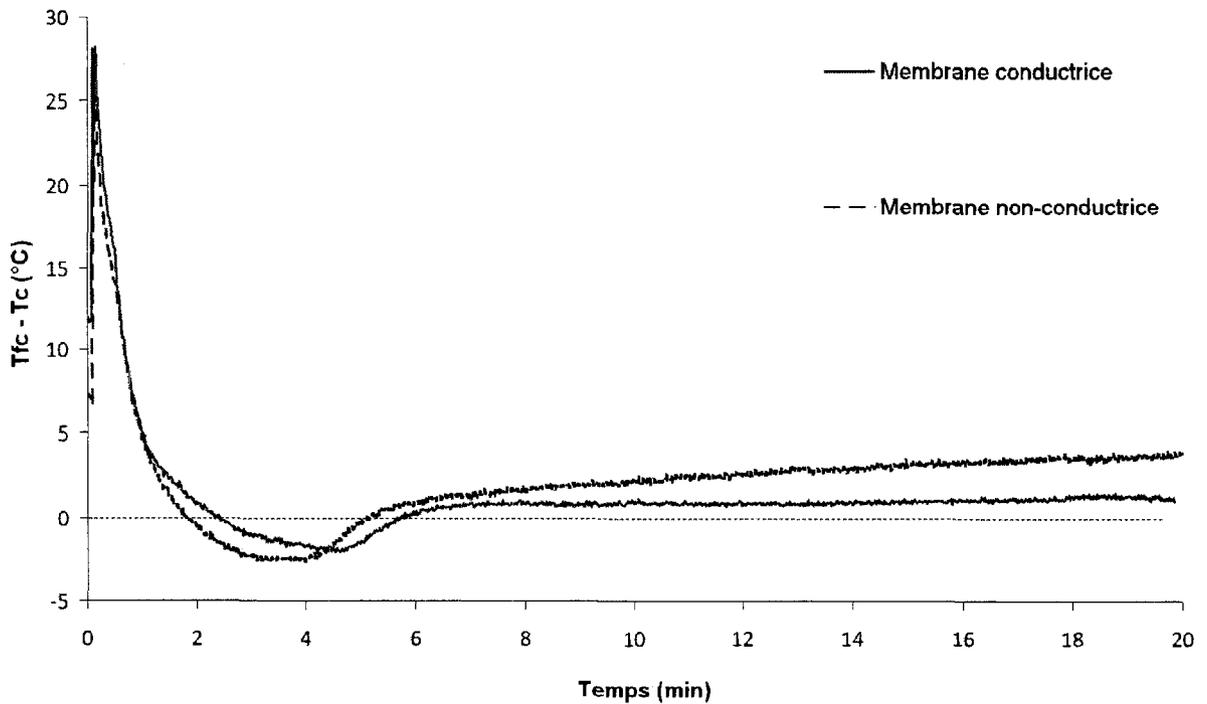


Figure 4.29 : Évolution de la différence de température entre le fluide de compaction et le composite ($T_{fc} - T_c$) avec une membrane conductrice et non-conductrice ($T_{moule} = 100\text{ °C}$, $T_{fc} = 100\text{ °C}$).

4.5.3. Conclusions

Il convient de préciser que la diffusivité thermique élevée du moule en aluminium a dominé en grande partie les échanges thermiques observés dans ce plan d'expériences. Cependant, le contrôle en température du fluide de compaction apparaît comme un impératif au procédé d'injection flexible. L'absence de chauffage du fluide de compaction induit des pertes de chaleur à travers la membrane qui ralentissent la cuisson du composite. L'injection du fluide de compaction à une température de 100 °C dans le moule chauffé à 50 °C produit un saut de température de 15 °C en une minute. Le refroidissement du fluide permet, en fin de cuisson, de baisser la température du composite de $20\text{ °C} / \text{min}$. Ces vitesses de chauffage et de refroidissement ne sont

possibles qu'avec la membrane en silicone à la conductivité thermique améliorée. En effet, la conductivité thermique de la membrane influence grandement l'efficacité du transfert de chaleur et par conséquent, du contrôle en température. Néanmoins, aucune amélioration significative du temps de réponse n'a été observée lorsque l'on réduit l'épaisseur de la membrane conductrice de 1,6 à 0,8 mm. La membrane conductrice de 0,8 mm d'épaisseur étant jugée trop fragile, on préférera donc utiliser une membrane plus résistante de 1,6 mm d'épaisseur.

4.6. Fabrication d'une pièce 3D et mesures du flux de chaleur

Les objectifs de cette expérience sont les suivantes :

- Évaluer l'efficacité du transfert de chaleur entre le fluide de compaction et le composite dans un moule de géométrie tridimensionnelle avec une membrane en latex.
- Expérimenter la possibilité d'utiliser une membrane en latex non préformée pour la fabrication d'une pièce 3D.
- Expérimenter et valider le procédé d'injection flexible avec circulation du fluide de compaction dans un moule de géométrie tridimensionnelle.
- Évaluer la détection de la polymérisation par un capteur de flux de chaleur afin d'optimiser les paramètres et le minutage du procédé.

4.6.1. Expérience

L'idée de cette expérience est d'injecter une résine vinylester avec une formulation basse température dans un moule non préchauffé, puis d'initier la polymérisation par l'injection du fluide de compaction à une température de 100 °C et à un débit de

12,6l/min. Ainsi la température du fluide de compaction est la seule variable de contrôle en température du procédé. La pièce fabriquée est un modèle réduit simplifié d'un toit de voiture. Le moule utilisé est un moule en composite qui se prête bien à cette expérience puisqu'il dissipe peu la chaleur.

Une préforme constituée de quatre plis de mat en fibres de verre à filaments continus a été déposée dans la cavité du moule. Une simple feuille de latex non préformée est fixée sur la partie supérieure du moule pour remplir la fonction de membrane flexible. L'épaisseur de cette membrane est de 1 mm. C'est un latex haute température de la compagnie Latex Technology. La très grande élasticité du latex permet de l'insérer dans le moule sans avoir à le préformer. La Figure 4.30 montre la disposition de la membrane et de la pièce dans le moule. La résine injectée est la vinylester Derakane 411-350, à laquelle on ajoute 1 phr de catalyseur peroxyde MEKP, 0,1 phr d'accélérateur naphthalène de cobalt (CoNap) à 12% et 0,08 phr d'inhibiteur 2,4-pentanedione (2,4-P). Pour cette formulation, le fabricant de la résine donne un temps de gel de 60 min à 35°C.

Afin de protéger le moule en composite de l'attaque de la résine vinylester, six couches d'agent scellant, six couches d'agent démoulant et quatre de cire ont été appliquées sur la surface de la cavité de moulage.

Pendant le cycle de fabrication, les températures de la pièce, du moule et du fluide de compaction sont enregistrées. On enregistre également le flux de chaleur dans le moule. La température de la pièce est mesurée par un fil thermocouple qu'on insère au milieu de l'épaisseur de la préforme et qu'on fait sortir du moule par l'évent. La température du moule et le flux de chaleur sont mesurés respectivement par un thermocouple et un capteur de flux de chaleur laminés dans le moule à 1 mm de la surface de moulage. Le fil thermocouple inséré dans la pièce est positionné juste au dessus de ces deux capteurs.

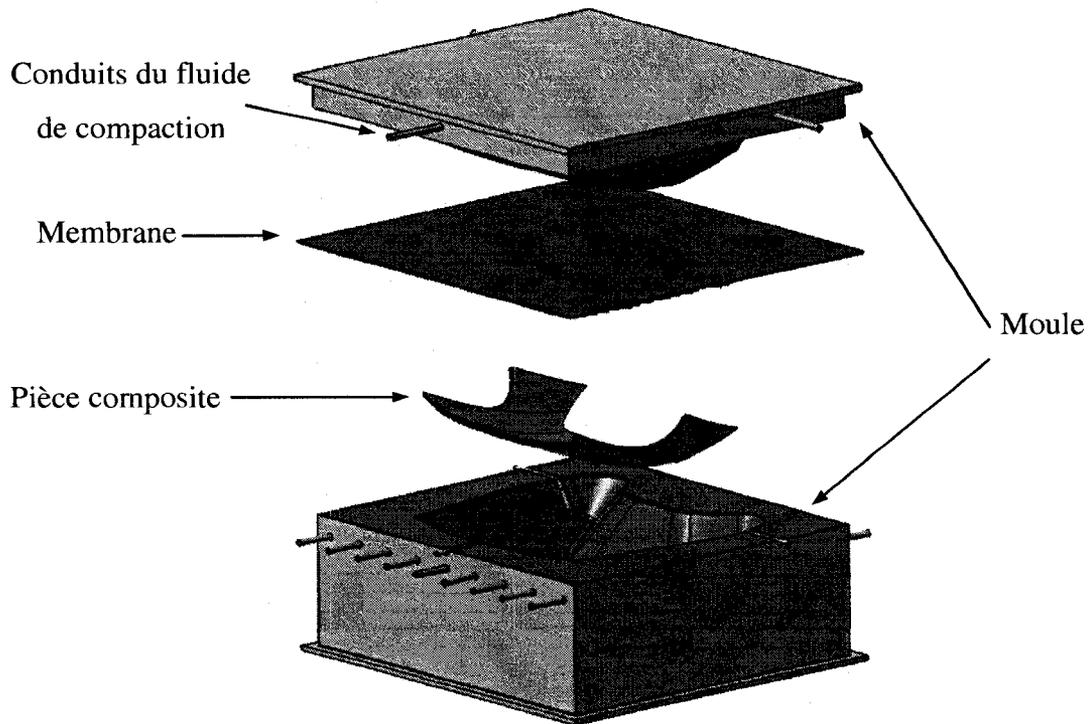


Figure 4.30 : Schéma du moule et agencement de la membrane et de la pièce.

4.6.2. Résultats

Le graphique de la Figure 4.31 trace l'évolution des températures de la pièce, du moule et du fluide de compaction lors de la fabrication de la pièce composite. L'enregistrement des données commence au début de l'injection de la résine à $t = 0$. À 10 min environ du début de l'essai, le fluide de compaction est injecté à une température de 100 °C. Il se refroidit sensiblement dans le moule froid pour se stabiliser à 82 °C. La chaleur transmise par le fluide de compaction au composite fait élever la température de ce dernier de 20 à 60 °C en 2 min 12 s, soit une rampe de plus de 18 °C / min. Après 20 min du début de la fabrication, sous l'effet de la chaleur dégagée par la polymérisation, la température du composite excède la température du fluide de compaction de deux degrés, puis diminue et se stabilise à 75 °C. Le pic de température du composite est

suivi, à 1,5 min d'intervalle, par un léger pic de la température du moule de 4 °C au dessus de sa température d'équilibre. À 35 min, le fluide de compaction est refroidi dans l'échangeur de chaleur. En 5 min, sa température chute de 85 à 33 °C, soit une baisse de 10 °C / min. La température du composite, quant à elle, diminue de 75 à 41 °C dans le même laps de temps, soit une vitesse de refroidissement de 6,8 °C / min.

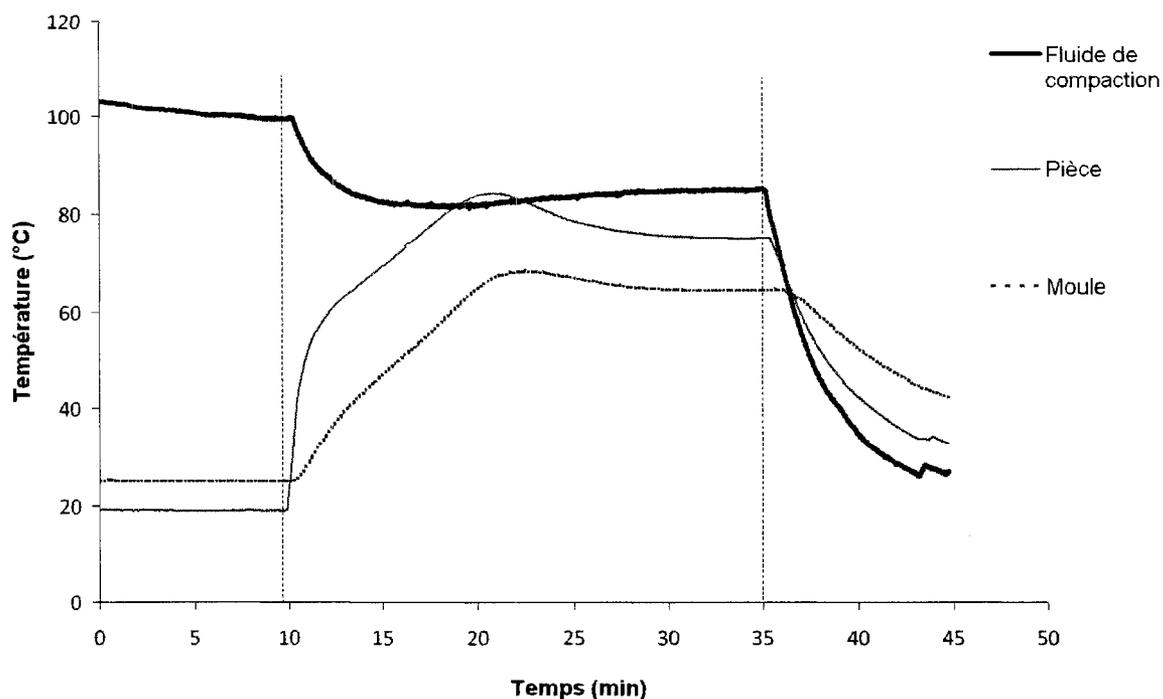


Figure 4.31 : Évolution des températures du moule, de la pièce et du fluide de compaction pendant la fabrication (injection de la résine à $t = 0$).

La Figure 4.32 ajoute l'évolution du flux de chaleur aux évolutions de température du moule et du composite. À 30 s du début de l'injection, le capteur de flux de chaleur enregistre le passage de la résine. L'injection du fluide de compaction provoque un flux de chaleur en direction du moule. Par la suite, ce même capteur mesure le flux de chaleur générée par la polymérisation de la résine. Toujours sur cette même figure, on

peut voir que le pic de flux de chaleur intervient 30 s plus tôt que le pic de température dans le composite et 2 min avant le pic de température dans le moule. Une fois le pic exothermique terminé, à 25 min du début de l'essai, les températures et le flux de chaleur semblent se stabiliser à des valeurs d'équilibre thermique. Le refroidissement du fluide de compaction fait chuter le flux de chaleur qui s'inverse après 5 min de refroidissement.

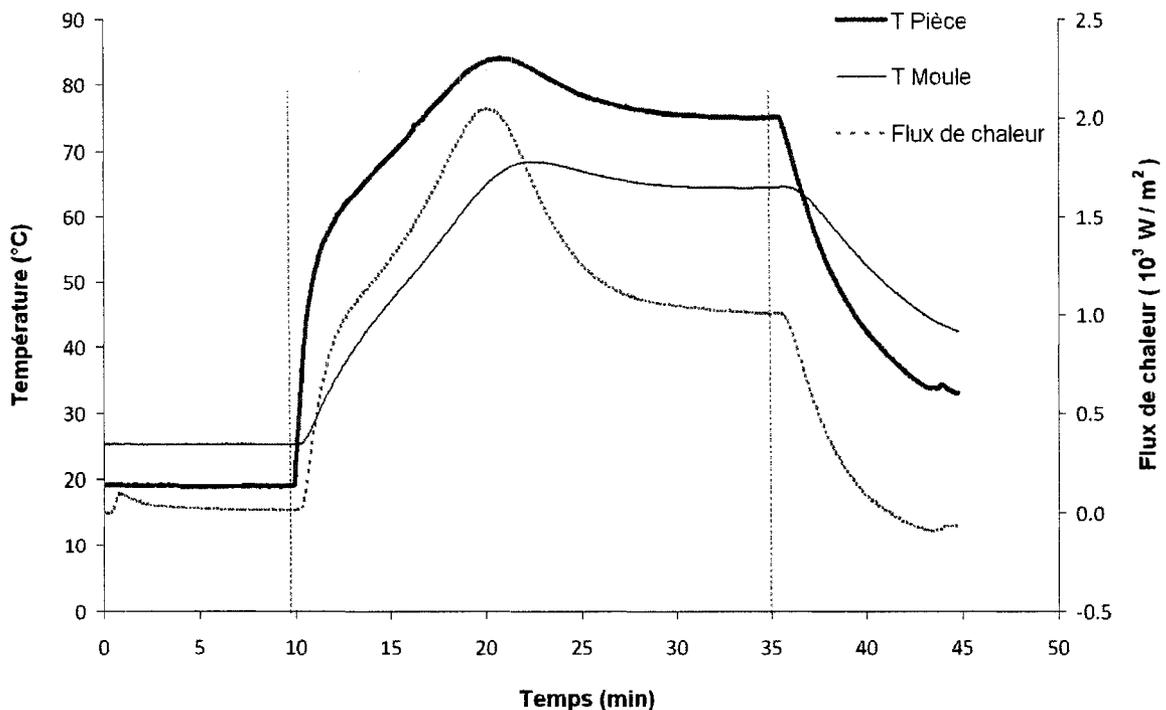


Figure 4.32 : Évolution du flux de chaleur et des températures du moule et de la pièce pendant la fabrication (injection de la résine à $t = 0$).

Dans le but de distinguer, sur le signal du capteur de flux de chaleur, la partie du flux produite par la réaction exothermique de la partie générée par l'apport de chaleur du fluide de compaction, une deuxième expérience a été conduite avec la pièce composite

polymérisée. Le moule, ainsi que la pièce polymérisée ont d'abord été ramenés à température ambiante, puis le fluide de compaction a été injecté de nouveau dans le moule à la même température et au même débit que lors de la première expérience. Les températures de la pièce, du moule et du fluide de compaction ainsi que le flux de chaleur ont été enregistrés de nouveau. Noter qu'entre les deux expériences, plus de 24 heures se sont écoulées. La deuxième expérience s'apparente à une post-cuisson, mais la chaleur de polymérisation résiduelle peut être négligée. La Figure 4.33 montre une comparaison des températures dans la pièce pendant la cuisson et la post-cuisson. Pendant les cinq premières minutes de la phase de chauffage, les deux températures sont proches, puis l'exotherme fait élever la température du composite durant la cuisson de 17 °C au dessus de la température du composite pendant la post-cuisson. Les deux températures se rejoignent en fin d'expérience, signe que la chaleur générée par la polymérisation a été complètement dissipée.

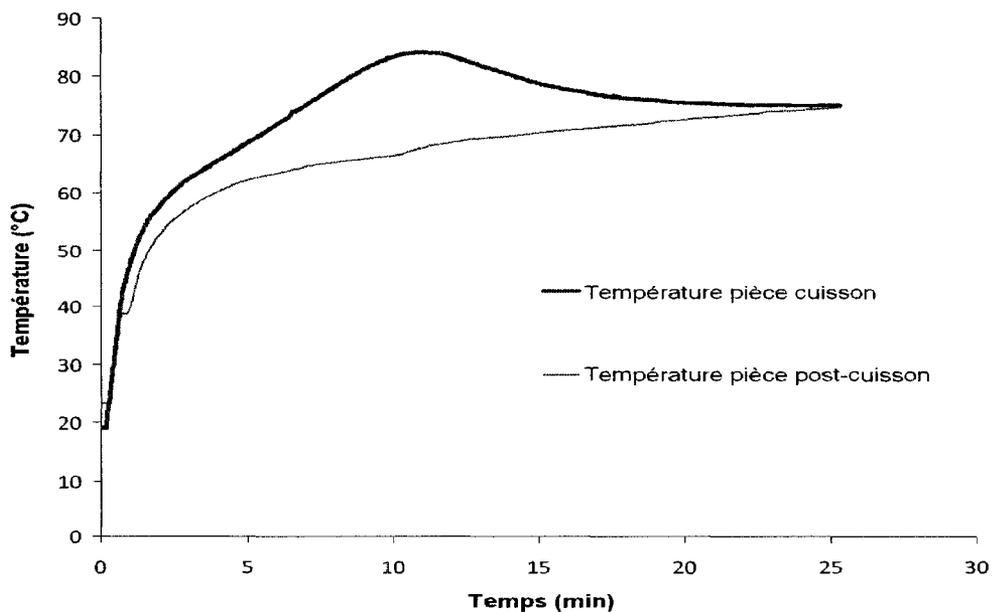


Figure 4.33 : Comparaison des températures de la pièce pendant la cuisson et la post-cuisson (injection du fluide de compaction à $t = 0$).

La Figure 4.34 fait une comparaison semblable à celle de la figure précédente, mais pour les flux de chaleur. Cette figure permet de situer dans le temps le début et la fin de la polymérisation. Les deux flux de chaleur se séparent après 3 min 30 s de chauffage marquant le début de la réaction. Ce temps peut être vu comme le temps d'inhibition de la résine. Le pic exothermique se produit à environ 10 min, puis les flux de chaleur des essais de cuisson et de post-cuisson se rejoignent à nouveau à 19 min du cycle de cuisson.

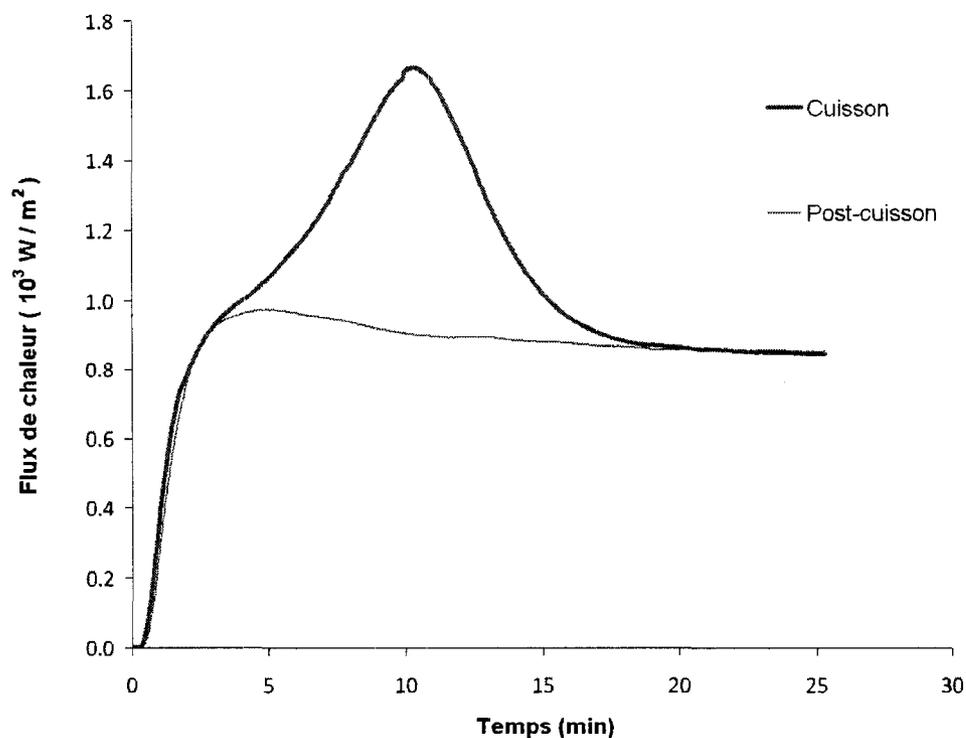


Figure 4.34 : Flux de chaleur lors de la cuisson et de la post cuisson (injection du fluide de compaction à $t = 0$).

La Figure 4.35 trace la différence des deux flux de chaleur de la Figure 4.34 et l'intégrale de cette courbe qui représente l'énergie mesurée par le capteur de flux à un instant t . Le début et la fin de la courbe correspondent approximativement au début et à la fin de la réaction de polymérisation.

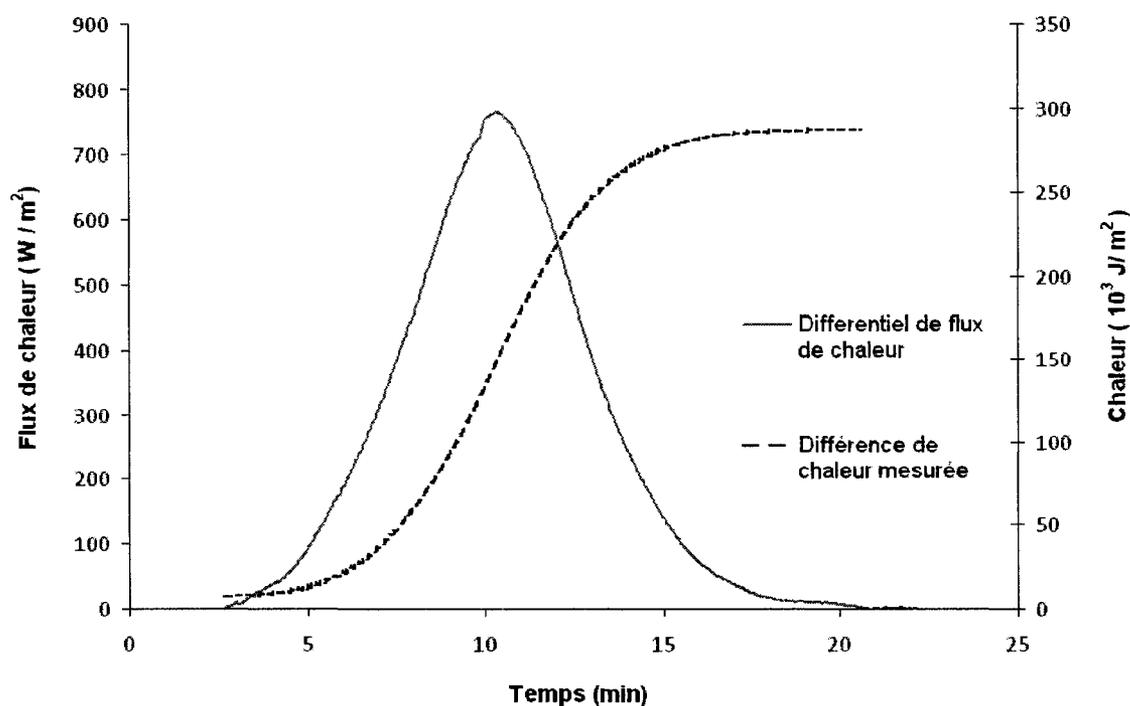


Figure 4.35 : Différence de flux de chaleur et chaleur totale.

Il n'est pas valide de considérer, d'un point de vue quantitatif, le différentiel de flux de chaleur instantané entre les deux expériences comme étant le flux de chaleur généré par la réaction de polymérisation, car la température de la pièce est différente lors des deux expériences. De plus, la variation des diffusivités thermiques allant jusqu'à 100% entre les pièces polymérisée et non polymérisée [83, 84], ne permet, encore une fois, pas le

calcul du flux de chaleur de polymérisation. Pour obtenir la véritable valeur de terme source ou du flux de chaleur produit par la polymérisation, il faudrait maintenir égales les propriétés thermiques et les températures de la pièce lors des deux expériences, avec et sans polymérisation. Néanmoins, une fois que l'équilibre thermique est atteint et si les températures de la pièce lors des deux expériences sont égales, comme c'est le cas ici, alors, il serait possible de considérer l'intégrale du flux de chaleur différentiel comme l'énergie de polymérisation transférée au moule. Pour cela, on devra également faire l'hypothèse de l'absence de gradients de température longitudinaux.

La courbe discontinue sur la Figure 4.35 représente l'intégrale de la différence de deux flux de chaleur. À la fin du cycle de fabrication, cette énergie notée H s'élève à 286 850 J / m². Elle peut être ramenée à une unité d'énergie par masse de résine H' grâce à la relation :

$$H' = \frac{H}{e \cdot (1 - v_f) \cdot \rho_r} \quad (4.4)$$

où v_f est le taux volumique de fibres de la pièce fabriquée (13,12%), e est l'épaisseur de la pièce (3,6 mm) et ρ_r est la masse volumique de la résine (1140 Kg / m³). On obtient donc :

$$H' = 80,48 \quad J / g$$

Une mesure DSC de la chaleur de réaction de la résine donne une valeur de 320 J / g. Le capteur de flux de chaleur a donc permis de mesurer 25% de la chaleur dégagée par la polymérisation de la résine. Le reste de l'énergie a servi à élever l'énergie interne des matériaux de la résine, du moule, des fibres et de la membrane ou a été dissipée dans une direction parallèle au capteur.

4.6.3. Conclusions

Ces expériences ont montré la faisabilité du contrôle en température grâce au fluide de compaction dans un moule de géométrie tridimensionnelle. L'injection du fluide de compaction à une température élevée a permis de réaliser une rampe de 18 °C / min sans compromettre l'imprégnation du renfort par la résine. Le refroidissement a été effectué à une vitesse de 10 °C / min. Ce résultat peut être nettement amélioré par l'injection d'un fluide de compaction froid au lieu de refroidir le fluide déjà en circulation dans le moule.

Le capteur de flux de chaleur a permis de détecter l'arrivée de la résine et d'enregistrer les échanges de chaleur entre le moule et le composite. L'essai consistant à mesurer le flux de chaleur lors d'une post-cuisson a permis de discerner le flux de chaleur générée par la polymérisation de la résine du flux de chaleur résultant du chauffage du fluide de compaction. Ainsi, le début et la fin de la polymérisation peuvent être situés dans le temps avec plus de précision que par l'utilisation du signal du thermocouple moulé dans la pièce. Cela donne une meilleure visibilité des phénomènes thermiques se produisant dans le moule. Plus important encore, cela offre la possibilité d'optimiser la formulation de la résine et les paramètres du procédé tels que la température du fluide de compaction.

Ces deux mesures de flux de chaleur permettent également d'optimiser le minutage des opérations telles que le refroidissement et le démoulage. Par exemple, si le temps d'inhibition de la résine est trop long, on choisira d'augmenter la température du fluide de compaction ou d'ajuster la formulation de la résine pour la rendre plus réactive. Le début du refroidissement peut également être déterminé en fonction de la fin de la réaction de polymérisation enregistrée par le capteur de flux de chaleur. Quand à la détermination de l'instant de démoulage, on préférera se fier au signal du thermocouple donnant la température du moule ou de la pièce. Ces deux températures doivent être nettement inférieures à la température de transition vitreuse de la résine pour initier le

démoulage. Enfin, il est important de préciser que la membrane en latex a correctement joué son rôle et n'a pas engendré de défauts sur la surface de la pièce.

CONCLUSION

Deux idées originales ont été proposées pour améliorer la performance du procédé d'injection flexible. La première est la pulsation de la pression du fluide de compaction qui vise à accélérer l'imprégnation du renfort par la résine et à uniformiser la distribution d'épaisseur de la pièce. La seconde est le contrôle de la température du cycle de cuisson grâce au fluide de compaction. Cette dernière amélioration a pour but de réduire les gradients de température dans le composite et d'accélérer la cuisson et le refroidissement de la pièce. Un système expérimental de contrôle de la température et de la pression du fluide de compaction a été conçu et réalisé. Ce système a permis de faire une première évaluation du potentiel des deux améliorations proposées. Une huile synthétique satisfaisant aux contraintes techniques et compatible avec le procédé a été sélectionnée pour jouer le rôle de fluide de compaction. Cependant, l'utilisation d'un fluide moins coûteux comme le DIDP pourrait être envisagée.

Les résultats des mesures de température et de flux de chaleur ont mis en lumière la nécessité du contrôle en température du fluide de compaction. En effet, l'absence de chauffage du fluide de compaction induit des pertes de chaleur à travers la membrane qui ralentissent la cuisson. Des rampes de température dans le composite de 15 °C / min ont pu être obtenues grâce au chauffage du fluide de compaction. Le refroidissement du fluide en fin de cuisson permet d'abaisser la température du composite de 20 °C / min. La proximité du fluide de chauffage et de refroidissement de la pièce composite permet d'obtenir des temps de réponse thermiques très courts. Un chauffage rapide grâce au fluide de compaction accélère la cuisson et offre la possibilité d'injecter une résine plus réactive dans le moule, puis d'initier la polymérisation par l'injection du fluide de compaction. Une fois la polymérisation terminée, le composite est rapidement refroidi

grâce au fluide de compaction en dessous de la température de transition vitreuse. L'opération de démoulage peut donc intervenir plus tôt.

La faisabilité du contrôle en température au seul moyen du fluide de compaction a été démontrée dans le cas d'un moule composite de géométrie tridimensionnelle. L'injection du fluide de compaction à une température élevée dans un moule composite non préchauffé a permis de réaliser une rampe de température dans le composite de $18\text{ }^{\circ}\text{C} / \text{min}$. Le refroidissement s'est effectué à une vitesse de $10\text{ }^{\circ}\text{C} / \text{min}$. Il est important de souligner qu'une membrane en latex non préformée de 1 mm d'épaisseur a été utilisée avec succès pour cette fabrication, bien que la pièce présente de fortes courbures. Il ressort de cette expérience que le contrôle en température du fluide de compaction revêt tout son intérêt avec des moules de faible conductivité thermique, tels que les moules composites. Pour ces moules, le fluide de compaction constitue une source de chaleur uniforme qui permet d'atteindre des vitesses appréciables de chauffage et de refroidissement. La durée du cycle de fabrication s'en trouve ainsi considérablement réduite. Non seulement ne pourrait-on pas obtenir une telle performance avec des moyens de chauffage conventionnels, mais la présence d'un fluide de compaction à la température contrôlée permet de se passer de toute autre source de chauffage ou de refroidissement.

La performance du contrôle en température par le fluide de compaction dépend grandement de la conductivité thermique de la membrane flexible. La vitesse de refroidissement, notamment, peut être multipliée par quatre grâce à l'emploi d'une membrane en silicone de conductivité thermique élevée. En revanche, les résultats expérimentaux ne montrent pas d'influence significative de l'épaisseur de la membrane sur le temps de réponse et sur les vitesses de chauffage et de refroidissement. Il est donc possible d'améliorer la résistance mécanique de la membrane en augmentant son épaisseur, sans pour autant pénaliser les performances thermiques du procédé.

Dans la plupart des procédés de fabrication des composites, la durée de la cuisson constitue la majeure partie du temps de cycle. Sa détection est donc essentielle au contrôle de la température. Le capteur de flux de chaleur a permis de détecter l'arrivée de la résine et d'enregistrer les échanges de chaleur entre le moule et le composite. Plus particulièrement, il a permis de détecter la chaleur générée par la réaction de polymérisation. Dans le but de situer dans le temps le début et la fin de la polymérisation avec précision, une méthode originale fondée sur l'emploi d'un capteur de flux de chaleur a été proposée. Deux essais successifs de chauffage, le premier avec polymérisation et le second sans polymérisation, ont permis d'isoler, dans le signal du capteur, la chaleur produite par la réaction. Ainsi, le début et la fin de la polymérisation ont pu être déterminés avec plus d'exactitude qu'avec la mesure de température d'un thermocouple. Tel qu'expliqué à la fin du chapitre 4, la technique proposée offre la possibilité d'optimiser et d'ajuster les variables du procédé en vue de réduire la durée du cycle de fabrication.

Concernant le volet du contrôle en pression, les résultats des mesures de pression de la résine lors d'une fabrication avec une compaction cyclique montrent que les pulsations du fluide de compaction sont transmises efficacement à la résine liquide. La pulsation de la pression du fluide de compaction a un effet positif sur la variabilité de l'épaisseur du composite. La pulsation à une fréquence de 25 Hz permet de réduire de 27% la variabilité de l'épaisseur relativement aux fabrications sans pulsation. Les pulsations n'ont eu qu'une faible influence sur l'épaisseur moyenne des plaques. Une élévation de 15 à 29 Hz de la fréquence de pulsation a provoqué une faible diminution de 3% de l'épaisseur moyenne. Contrairement à ce qu'on aurait pu craindre, l'écoulement du fluide de compaction dans le moule et la perte de charge qui en résulte entre les points d'entrée et de sortie n'ont pas créé de variations significatives de l'épaisseur du composite le long de la pièce.

Les essais ont également révélé que la compaction cyclique pendant la phase d'imprégnation a un impact substantiel sur la vitesse d'imprégnation du renfort par la

résine. Le temps d'imprégnation est réduit de 40 % entre une fabrication sans pulsation et une fabrication avec pulsation à une fréquence de 20 Hz. La réduction est encore plus importante pour l'essai à 10 Hz avec un seul piston installé dans la pompe, mais il est plus difficile de conclure en raison de l'absence de répétitions pour cet essai. De plus, une configuration de la pompe comprenant deux pistons est préférable afin d'augmenter le débit du fluide de compaction pour le contrôle en température du moule.

Perspectives et travaux futurs

À l'issue de ce travail, il est possible de formuler des propositions de travaux futurs et de suggérer des améliorations au procédé de fabrication. L'automatisation du système du fluide de compaction et son intégration complète à la commande du procédé apparaissent comme la prochaine étape de développement. L'injection du fluide de compaction, le contrôle de sa pression et de son débit doivent être automatisés. La température du fluide de compaction pourrait être ajustée en temps réel selon les mesures de température et de flux de chaleur dans le moule. Une élévation trop importante de la température du composite peut être tempérée par le refroidissement du fluide de compaction. Le signal du capteur de flux de chaleur pourrait également être employé pour déclencher le refroidissement du fluide. L'installation de trois réservoirs du fluide de compaction, le premier à la température de cuisson, le deuxième à haute température et le troisième à basse température, diminuerait considérablement les temps de réponse thermiques et par conséquent, la durée du cycle de fabrication.

Le choix d'un matériau approprié pour la membrane fait toujours l'objet de recherches. En raison du potentiel démontré du contrôle en température avec le fluide de compaction, l'amélioration de la conductivité thermique de la membrane devra également être considérée. L'influence de l'ajout de charges conductrices dans la formulation du matériau de la membrane sur sa conductivité thermique devra être étudiée. Bien qu'elle soit renforcée par des fibres de verre, la membrane en silicone

conducteur employée pour ce présent travail reste fragile. Elle présente une bonne résistance à la traction et à la compression, mais se déchire facilement. Augmenter la quantité de renfort en fibres de verre améliorera ses propriétés mécaniques, mais diminuera d'autant ses propriétés thermiques. Un compromis devra être trouvé entre les propriétés mécaniques et thermiques. Un renfort métallique, par exemple, pourrait remplacer les fibres de verre.

On propose également d'étudier le contrôle en température du cycle de fabrication avec le fluide de compaction pour des pièces épaisses. Pour ces pièces, l'exotherme de température est intense. Le fluide de compaction pourrait aider à contrôler la température au cœur du composite afin de prévenir des excès de température dommageables pour la pièce. L'effet du chauffage du fluide de compaction sur la distribution de température dans le composite pourrait également être analysé.

Étudier l'impact de la pulsation du fluide de compaction sur la qualité de l'imprégnation des fibres constitue une voie intéressante de recherche. La variation du taux de vides en fonction des paramètres de pulsation en pression du fluide de compaction (fréquence, amplitude) pourrait être étudiée. En raison de son comportement non newtonien, l'utilisation d'une résine chargée de poudre, comme le carbonate de calcium, produirait des résultats plus significatifs. Une réduction de la viscosité de la résine sous l'effet du cisaillement provoqué par les pulsations pourrait éventuellement accélérer et améliorer l'imprégnation des fibres. La réduction du retrait de la résine grâce aux charges ajoutées améliorera le fini de surface et diminuera la variabilité de l'épaisseur de la pièce. Enfin, il serait intéressant de mesurer avec une machine DMA la déformation produite par une compaction cyclique à différentes fréquences sur une préforme à la température de moulage.

RÉFÉRENCES

- [1] CCHP, "Report on Laboratory Experiments with Temperature Control. (First Flexible Injection Experiments in the Heated Laboratory Mold)," Ecole Polytechnique de Montréal, Montréal, Rapport technique 39, 2007.
- [2] J. Feuvrier, "Étude Numérique du Remplissage et des Transferts Thermiques pour la Fabrication de Pièces Composites par Injection sur Renforts," Mémoire de maîtrise, École polytechnique, Montréal, 2007.
- [3] V. Antonucci, M. Giordano, H. Kuang-Ting, et S. G. Advani, "A methodology to reduce thermal gradients due to the exothermic reactions in composites processing," *International Journal of Heat and Mass Transfer*, vol. 45, no. 8, pp. 1675-84, 2002.
- [4] E. Allard, "Analyse expérimentale d'un procédé flexible pour l'injection rapide des composites," Ecole polytechnique, Montréal, 2006.
- [5] M. R. Wisnom, M. Gigliotti, N. Ersoy, M. Campbell, et K. D. Potter, "Mechanisms generating residual stresses and distortion during manufacture of polymer-matrix composite structures," *Composites Part A (Applied Science and Manufacturing)*, vol. 37, no. 4, pp. 522-9, 2006.
- [6] Q. Zhu, P. H. Geubelle, M. Li, et C. L. Tucker, "Dimensional accuracy of thermoset composites: Simulation of process-induced residual stresses," *Journal of Composite Materials*, vol. 35, no. 24, pp. 2171-2205, 2001.

- [7] L. Vouyovitch, L. Flandin, G. Merle, J. L. Bessede, et N. D. Alberola, "Influence of the processing on the completion of curing in epoxy-based composites," *Journal of Applied Polymer Science*, vol. 96, no. 4, pp. 1368-76, 2005.
- [8] J. P. Pascault et R. J. J. Williams, "Glass transition temperature versus conversion relationships for thermosetting polymers," *Journal of Polymer Science, Part B (Polymer Physics)*, vol. 28, no. 1, pp. 85-95, 1990.
- [9] R. W. Martz, "Mold And Platen Thermal Insulation: Key To Energy Efficiency And Temperature Control," *Atlanta, GA, USA*, 1986, pp. 19.
- [10] J. W. Kim, J. H. Lee, H. G. Kim, H. S. Kim, et D. G. Lee, "Reduction of residual stresses in thick-walled composite cylinders by smart cure cycle with cooling and reheating," *Composite Structures*, vol. 75, no. 1-4, pp. 261-266, 2006.
- [11] M. Li et C. L. Tucker Iii, "Optimal curing for thermoset matrix composites: Thermochemical and consolidation considerations," *Polymer Composites*, vol. 23, no. 5, pp. 739-757, 2002.
- [12] E. Ruiz et F. Trochu, "Multi-criteria thermal optimization in liquid composite molding to reduce processing stresses and cycle time," *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, vol. 37, no. 6 SPEC ISS, pp. 913-924, 2006.
- [13] E. Ruiz, F. Trochu, et R. Gauvin, "Internal stresses and warpage of thin composite parts manufactured by RTM," *Advanced Composites Letters*, vol. 13, no. 1, pp. 49-57, 2004.

- [14] P. J. Blanchard et C. D. Rudd, "Cycle time reduction in resin transfer moulding by phased catalyst injection," *Composites Science and Technology*, vol. 56, no. 2, pp. 123-133, 1996.
- [15] S. Comas-Cardona, S. Ziaee, et S. G. Advani, "Spatially homogeneous gelation in liquid composite molding," *Polymer Engineering and Science*, vol. 42, no. 8, pp. 1667-1673, 2002.
- [16] C. D. L. Rudd, A.C.; Kendall, K.N.; Mangin, C. , "Chapter 11: Mould Design," in *Liquid Moulding Technologies - Resin Transfer Moulding, Structural Reaction Injection Moulding and Related Processing Techniques.* : Woodhead Publishing., 1997.
- [17] J.-L. Lin et W.-B. Young, "The Effect of Preheater on the Resin Transfer Molding," *Journal of Reinforced Plastics and Composites*, vol. 18, no. 10, pp. 954-965, 1999.
- [18] M. S. Johnson, C. D. Rudd, et D. J. Hill, "Cycle time reductions in resin transfer moulding using microwave preheating," *Proceedings of the Institution of Mechanical Engineers, Part B: Journal of Engineering Manufacture*, vol. 209, no. B6, pp. 443-453, 1995.
- [19] M.-J. Landry, "Caractérisation Morphologique et Rhéologique du Fini de Surface de Pièces Fabriquées par RTM," *Ecole Polytechnique de Montréal*, 2004.
- [20] K. M. Pillai et M. S. Munagavalasa, "Governing equations for unsaturated flow through woven fiber mats. Part 2. Non-isothermal reactive flows," *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, vol. 35, no. 4, pp. 403-415, 2004.

- [21] B. Y. Hung-Tzu Chiu, S. C. Chen, L. James Lee, "Heat transfer during flow and resin reaction through fiber reinforcement," *Chemical Engineering Science*, vol. 55, no. 2000, pp. 3365-3376, 1999.
- [22] Y. C. Lam, S. C. Joshi, et X. L. Liu, "Numerical simulation of the mould-filling process in resin-transfer moulding," *Composites Science and Technology*, vol. 60, no. 6, pp. 845-855, 2000.
- [23] C. D. L. Rudd, A.C.; Kendall, K.N.; Mangin, C. , "Chapter 9: Non isothermal RTM," in *Liquid Moulding Technologies - Resin Transfer Moulding, Structural Reaction Injection Moulding and Related Processing Techniques*. : Woodhead Publishing., 1997.
- [24] M. Z. Abdullah, S. Bickerton, et D. Bhattacharyya, "Enhancement of convective heat transfer to polymer manufacturing molds," *Polymer Engineering and Science*, vol. 45, no. 1, pp. 114-124, 2005.
- [25] G. Marsh, "Quick stepping to fast fluid curing," *Reinforced Plastics*, vol. 50, no. 7, pp. 20-22, 2006.
- [26] J. Zhang et B. L. Fox, "Characterization and analysis of delamination fracture and nanocreep properties in carbon epoxy composites manufactured by different processes," *Journal of Composite Materials*, vol. 40, no. 14, pp. 1287-1299, 2006.
- [27] M. D. Silcock, C. Garschke, W. Hall, et B. L. Fox, "Rapid composite tube manufacture utilizing the quickstep™ process," *Journal of Composite Materials*, vol. 41, no. 8, pp. 965-978, 2007.

- [28] L. W. Davies, R. J. Day, D. Bond, A. Nesbitt, J. Ellis, et E. Gardon, "Effect of cure cycle heat transfer rates on the physical and mechanical properties of an epoxy matrix composite," *Composites Science and Technology*, vol. 67, no. 9, pp. 1892-1899, 2007.
- [29] J. H. Schut, "Induction heated molds produce class a thermoplastic composites," *Plastics Technology*, vol. 52, no. 11, pp. 42-44, 2006.
- [30] J. Feigenblum et A. Guichard, "Induction heater for transforming plastic composition materials has at least one mould half made with amagnetic screen to prevent magnetic field penetration *FR2890588-A1*; *WO2007031660-A1*; *EP1924415-A1*. [En ligne]. Disponible: <Go to ISI>://DIIDW:2007346432.
- [31] A. Guichard et G. Legerot, "Mould for transforming plastic and composite materials, uses direct heating of molded material *WO200238355-A*; *EP1347869-A*; *WO200238355-A1*; *FR2816237-A1*; *EP1347869-A1*; *US2004058027-A1*; *JP2004516953-W*; *US7419631-B2*. [En ligne]. Disponible: <Go to ISI>://DIIDW:2002537317.
- [32] W. I. L. S.H. Ahn, G.S. Springer, "Measurement of the three-dimensional permeability of fiber preforms using embedded fiber optic sensors," *Journal of Composite Materials*, vol. 29, no. 6, pp. 714-733, 1995.
- [33] P. K. S. H. G. H. B. D. A. C. L. D. E. Kranbuehl, "In situ sensor monitoring and intelligent control of the resin transfer molding process," *Polymer Composites*, vol. 15, no. 4, pp. 299-305, 1994.

- [34] S. M. S. B.K. Fink, D.C. DeSchepper, J.W. Gillespie, Jr., R.L. McCulloch, R.C. Don, B.J. Waibel, "Advances in resin transfer molding flow monitoring using SMART weave sensors," *ASME Proc*, vol. 69, pp. 999–1015, 1995.
- [35] A. McIlhagger, D. Brown, et B. Hill, "Development of a dielectric system for the on-line cure monitoring of the resin transfer moulding process," *Composites - Part A: Applied Science and Manufacturing*, vol. 31, no. 12, pp. 1373-1381, 2000.
- [36] C. D. L. Rudd, A.C.; Kendall, K.N.; Mangin, C. , "Chapter 10: Process Monitoring and Control," in *Liquid Moulding Technologies - Resin Transfer Moulding, Structural Reaction Injection Moulding and Related Processing Techniques*. : Woodhead Publishing., 1997.
- [37] M. Haider, P. Hubert, et L. Lessard, "An experimental investigation of class A surface finish of composites made by the resin transfer molding process," *Composites Science and Technology*, vol. 67, no. 15-16, pp. 3176-3186, 2007.
- [38] M. J. Perry, J. Xu, Y. Ma, L. J. Lee, et M. J. Liou, "Analysis of thermal characteristics of alternative mold materials for resin transfer molding," *SAMPE Quarterly*, vol. 23, no. 4, pp. 20-34, 1992.
- [39] S. Asproiu et E. Strajescu, "Thermal performance of hybrid injection moulds with molding zone made from non-metallic materials," *University "Politehnica" of Bucharest, Scientific Bulletin Series D: Mechanical Engineering*, vol. 69, no. 2, pp. 85-92, 2007.

- [40] K. Potter, "RTM Mould Tool Design," in *Resin Transfer Moulding*, Department of Aerospace Engineering, University of Bristol, UK: Chapman & Hall, 1997, pp. 167-170.
- [41] R. Seifi et M. Hojjati, "Heat of reaction, cure kinetics, and viscosity of araldite LY-556 resin," *Journal of Composite Materials*, vol. 39, no. 11, pp. 1027-1039, 2005.
- [42] E. Ruiz et F. Trochu, "Comprehensive thermal optimization of liquid composite molding to reduce cycle time and processing stresses," *Polymer Composites*, vol. 26, no. 2, pp. 209-230, 2005.
- [43] B. a. R. Gaur, J. S. P, "Rheological Behavior of Vinyl Ester Resin," *Polymer-Plastics Technology and Engineering*, vol. 45, no. 2, pp. 197 - 203, 2006.
- [44] K. Potter, "Flexible Tool RTM," in *Resin Transfer Moulding*, Department of Aerospace Engineering, University of Bristol, UK: Chapman & Hall, 1997, pp. 167-170.
- [45] Han, "Chemorheology of Thermosetting Resins - Iv. The Chemorheology And Curing Kinetics Of Vinyl Ester Resin," *Journal of applied polymer science*, vol. 29, no. 5, pp. 1879 -1902, 1984.
- [46] S. G. Advani et E. M. Sozer, *Process Modeling in Composites Manufacturing*, New York: Marcel Dekker, 2003.
- [47] H. J. Barraza, Y. K. Hamidi, L. Aktas, E. A. O'Rear, et M. C. Altan, "Porosity reduction in the high-speed processing of glass-fiber composites by resin transfer

- molding (RTM)," *Journal of Composite Materials*, vol. 38, no. 3, pp. 195-226, 2004.
- [48] K. A. Olivero, H. J. Barraza, E. A. O'Rear, et M. C. Altan, "Effect of injection rate and post-fill cure pressure on properties of resin transfer molded disks," *Journal of Composite Materials*, vol. 36, no. 16, pp. 2011-2028, 2002.
- [49] Terzaghi, *Theoretical soil mechanics*, 1943.
- [50] A. R. Chambers, J. S. Earl, C. A. Squires, et M. A. Suhot, "The effect of voids on the flexural fatigue performance of unidirectional carbon fibre composites developed for wind turbine applications," *International Journal of Fatigue*, vol. 28, no. 10 SPEC ISS, pp. 1389-1398, 2006.
- [51] L. Liu, B.-M. Zhang, D.-F. Wang, et Z.-J. Wu, "Effects of cure cycles on void content and mechanical properties of composite laminates," *Composite Structures*, vol. 73, no. 3, pp. 303-309, 2006.
- [52] C. Kaynak, E. Akgul, et N. A. Isitman, "Effects of RTM Mold Temperature and Vacuum on the Mechanical Properties of Epoxy/Glass Fiber Composite Plates," *Journal of Composite Materials*, vol. 42, no. 15, pp. 1505-1521, 2008.
- [53] N. Patel, V. Rohatgi, et L. J. Lee, "Influence of processing and material variables on resin-fiber interface in liquid composite molding," *Polymer Composites*, vol. 14, no. 2, pp. 161-172, 1993.
- [54] G. Lebrun, R. Gauvin, et K. N. Kendall, "Experimental investigation of resin temperature and pressure during filling and curing in a flat steel RTM mould,"

Composites - Part A: Applied Science and Manufacturing, vol. 27, no. 5, pp. 347-355, 1996.

- [55] F. Trochu, E. Ruiz, V. Achim, et S. Soukane, "Advanced numerical simulation of liquid composite molding for process analysis and optimization," *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, vol. 37, no. 6 SPEC ISS, pp. 890-902, 2006.
- [56] A. Kikuchi, J. P. Coulter, et R. R. Gomatam, "Assessing the effect of processing variables on the mechanical response of polystyrene molded using vibration-assisted injection molding process," *Journal of Applied Polymer Science*, vol. 99, no. 5, pp. 2603-13, 2006.
- [57] J. P. Ibar, "Control of polymer properties by melt vibration technology: A review," *Polymer Engineering and Science*, vol. 38, no. 1, pp. 1-20, 1998.
- [58] Q. Q. Wang, Jinping; He, Hezhi; Jin, Gang, "Effect of vibration parameters of hydraulic dynamic injection machine on properties of LDPE in plasticizing process. ," *He cheng shu zhi ji su liao*, vol. 25, no. 1, pp. 54-56, 2008.
- [59] A. M. Tom, A. Kikuchi, et J. P. Coulter, "Experimental evaluation of vibration-assisted injection molding during manufacturing," *Journal of Materials Processing and Manufacturing Science*, vol. 8, no. 2, pp. 141-153, 2000.
- [60] A. Kikuchi, J. P. Coulter, D. Angstadt, et A. Pinarbasi, "Localized material and processing aspects related to enhanced recycled material utilization through vibration-assisted injection molding," *Transactions of the ASME. Journal of Manufacturing Science and Engineering*, vol. 127, no. 2, pp. 402-10, 2005.

- [61] K. S. Y. G. Y. Y. Jie Zhang, "Mechanical properties and structure of high-density polyethylene samples prepared by injection molding with low-frequency vibration," *Journal of Applied Polymer Science*, vol. 96, no. 3, pp. 818-823, 2005.
- [62] J. P. Ibar, "Potential markets for vibration assist molding technologies in extrusion, blow molding and injection molding," *Indianapolis, IN, USA*, vol. 3, 1996, pp. 2948-2952.
- [63] D. C. Angstadt et J. P. Coulter, "Product strength and orientation manipulation via vibration assisted injection molding," *New Orleans, LO, United States*, vol. 97, 2002, pp. 69-74.
- [64] L. Youbing, L. Yongheng, G. Xueqin, Y. Yuan, K. Wenti, et S. Kaizhi, "Structure and properties of polyethylene prepared via low-frequency vibration-assisted injection molding," *Journal of Polymer Science, Part B: Polymer Physics*, vol. 43, no. 1, pp. 13-21, 2005.
- [65] R. F. Gibson, E. O. Ayorinde, S. Yang, et B. Baig, "Measurement of mold filling times in vibration-assisted liquid composite molding," *Atlanta, GA, USA*, 1996, pp. 768-776.
- [66] R. F. Gibson et E. O. Ayorinde, "Vibration-assisted liquid composite molding," *Chicago, IL., United States*, vol. 2, 2004, pp. 1544-1547.
- [67] F. Song, "Numerical Simulation of Vibration-assisted Liquid Composite Molding," Wayne State University, United States -- Michigan, 2004.

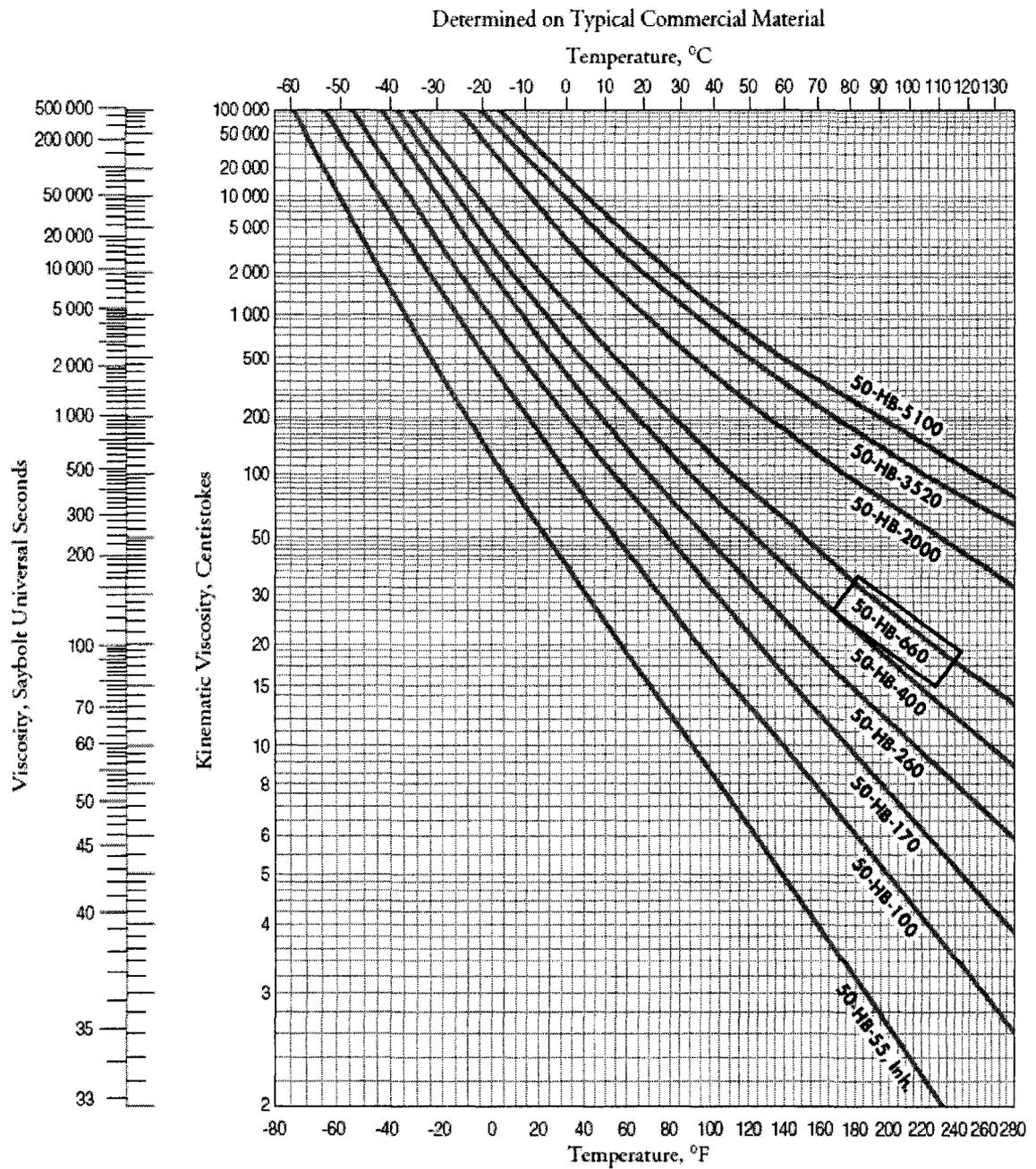
- [68] E. O. Ayorinde, R. F. Gibson, F. Deng, et B. Baig, "Vibration-assisted liquid composite molding: Practical and numerical simulation," *Dallas, TX, USA*, vol. 243, 1997, pp. 177-183.
- [69] W. R. Stabler, G. B. Tatterson, R. L. Sadler, et A. H. M. El-Shiekh, "Void minimization in the manufacture of carbon fiber composites by resin transfer molding," *SAMPE Quarterly*, vol. 23, no. 2, pp. 38-42, 1992.
- [70] S. R. Ghiorse et R. M. Jurta, "Effects of low frequency vibration processing on carbon/epoxy laminates," *Composites*, vol. 22, no. 1, pp. 3-8, 1991.
- [71] E. Ruiz et F. Trochu, "Mold assembly for composite component manufacture, has deformable material provided in gap between strengthener and compression chambers of base/cover molds, so as to pressurize matrix towards strengthener upon compression by fluid *WO2005000566-A1; CA2434447-A1; EP1644180-A1; US2006233907-A1; CN1842411-A; IN200502681-P2*. [En ligne]. Disponible: <Go to ISI>://DIIDW:2005075480 [Consulté le *WO2005000566-A1* 06 Jan 2005 B29C-070/44 200508].
- [72] T. Daqoune, "Experimental Analysis of flexible injection on fabric reinforcement for fast composite manufacturing," Ecole Polytechnique, Montréal, 2007.
- [73] CCHP, "Fabrication of a laboratory mold to demonstrate the functionality of pressure/flow rate control and production of a demonstration sample," Ecole Polytechnique de Montréal, Montréal, Rapport technique 22, 2005.
- [74] T. W. Secord, K. A. Stelson, et S. C. Mantell, "Scaling analysis and a critical thickness criterion for thermosetting composites," *Chicago, IL, United States*, 2007, pp. 205-212.

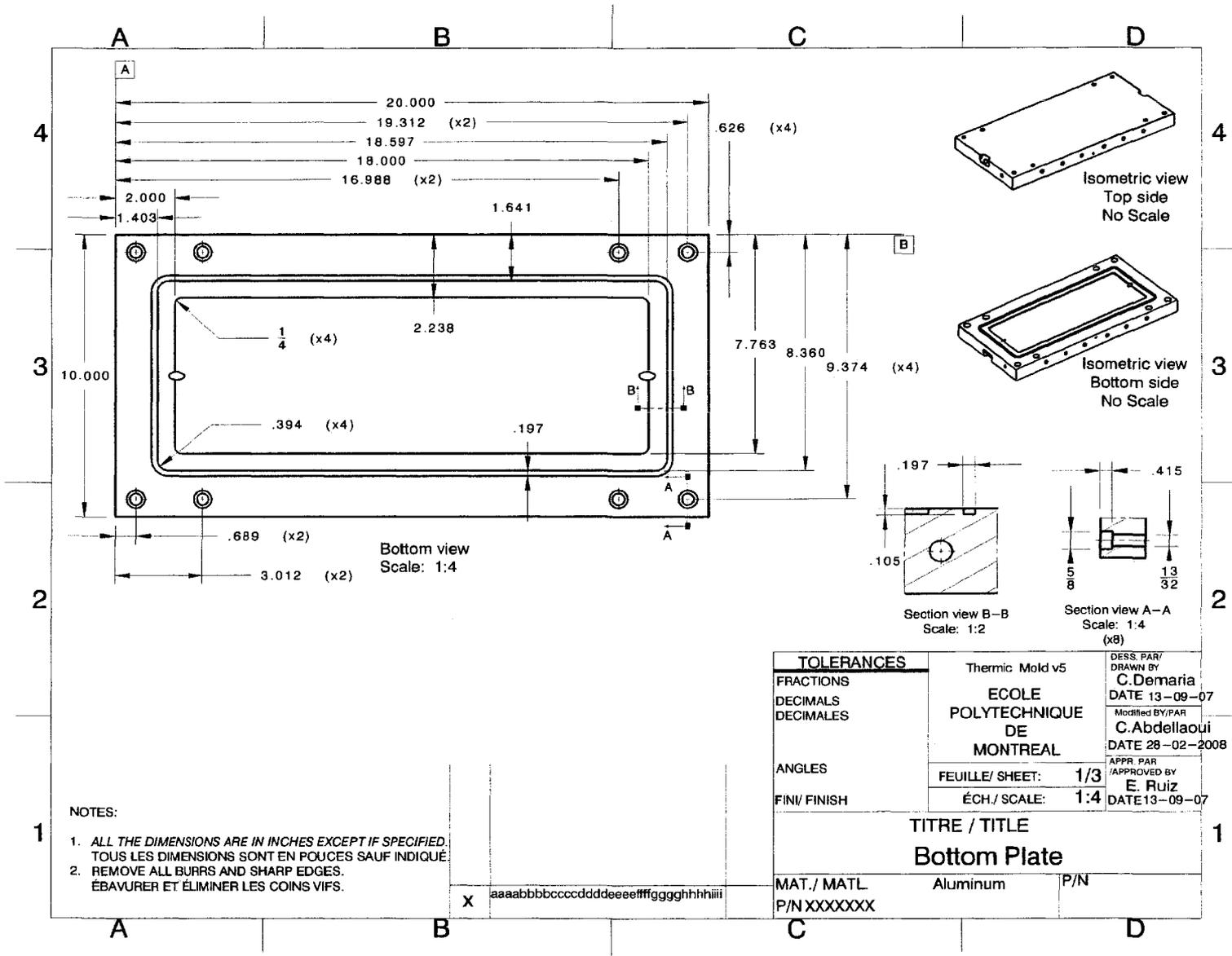
- [75] W. M. Rohsenow, J. R. Hartnett, et Y. I. Cho, "Fluide Vibration," in *Handbook of Heat Transfer*, 3^e éd., New-York: McGraw-Hill, 1998.
- [76] F. P. Incropera, *Fundamentals of heat and mass transfer*: Hoboken, N.J. : John Wiley & Sons, 2007.
- [77] P. Warren et P. Smith, "Selection guide - considerations for elastomer diaphragms," *World Pumps*, vol. 2007, no. 485, pp. 36, 38-36, 38, 2007.
- [78] "Chemical compatibility chart aids elastomer seal material selection," *Sealing Technology*, vol. 2003, no. 11, pp. 4-4, 2003.
- [79] W. Zhou, S. Qi, C. Tu, et H. Zhao, "Novel heat-conductive composite silicone rubber," *Journal of Applied Polymer Science*, vol. 104, no. 4, pp. 2478-2483, 2007.
- [80] Z. Wen-Ying, Q. Shu-Hua, Z. Hong-Zhen, et L. Nai-Liang, "Thermally conductive silicone rubber reinforced with boron nitride particle," *Polymer Composites*, vol. 28, no. 1, pp. 27-8, 2007.
- [81] M. Qihong, F. Shengyu, et D. Guangzhao, "Thermal conductivity of silicone rubber filled with ZnO," *Polymer Composites*, vol. 28, no. 2, pp. 125-30, 2007.
- [82] E. A. Avallone et T. Baumeister, *Marks' Standard Handbook for Mechanical Engineers*, 10^e éd.: McGraw-Hill 1996.

- [83] B. Garnier et A. Sommier, "Thermal property measurements during curing of thermoset resins using steady periodic conditions," *Journal of Reinforced Plastics and Composites*, vol. 21, no. 13, pp. 1193-203, 2002.
- [84] J. L. Bailleul, G. Guyonvarch, B. Garnier, Y. Jarny, et D. Delaunay, "Identification des propriétés thermiques de composites fibres de verre/resines thermodurcissables: Application à l'optimisation des procédés de moulage
Identification of glass fiber/thermosetting resins composites thermal properties," *Revue Generale de Thermique*, vol. 35, no. 409, pp. 65-77, 1996.

ANNEXES

ANNEXE A : Viscosité de l'huile Ucon 50HB-660 en fonction de la température.

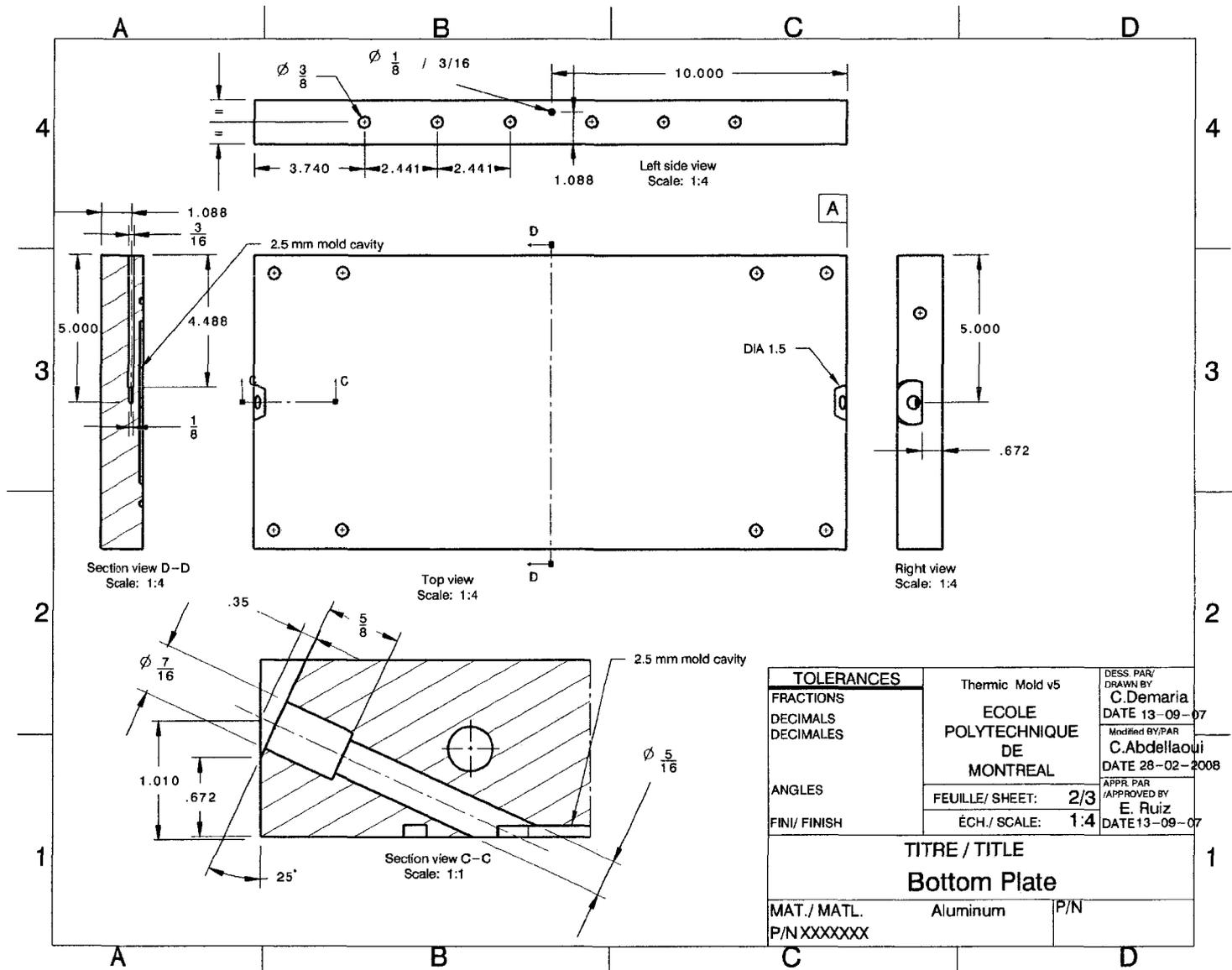




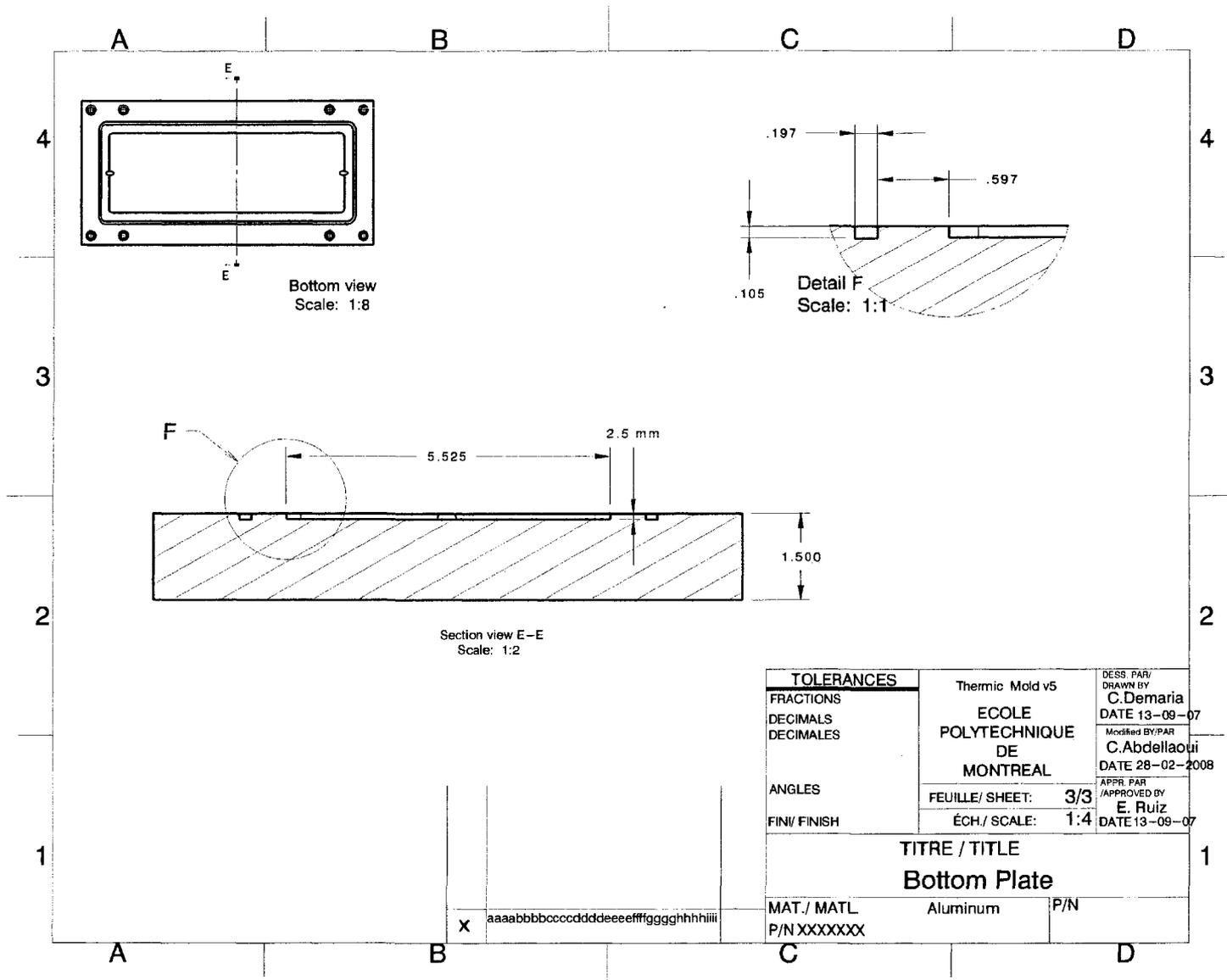
- NOTES:
1. ALL THE DIMENSIONS ARE IN INCHES EXCEPT IF SPECIFIED.
TOUS LES DIMENSIONS SONT EN POUÇES SAUF INDICUÉ.
 2. REMOVE ALL BURRS AND SHARP EDGES.
ÉBAVURER ET ÉLIMINER LES COINS VIFS.

TOLERANCES		Thermic Mold v5	DESS. PAR/ DRAWN BY C. Demaria
FRACTIONS		ECOLE	DATE 13-09-07
DECIMALS		POLYTECHNIQUE	Modified BY/PAR C. Abdellaoui
DECIMALES		DE	DATE 28-02-2008
		MONTREAL	APPR. PAR APPROVED BY E. Ruiz
ANGLES		FEUILLE/ SHEET: 1/3	DATE 13-09-07
FINI/ FINISH		ÉCH./ SCALE: 1:4	
TITRE / TITLE			
Bottom Plate			
MAT./ MATL	Aluminum	P/N	
P/N XXXXXXX			

X aaaaabbbbccccdddeeeeffffgggghhhiii

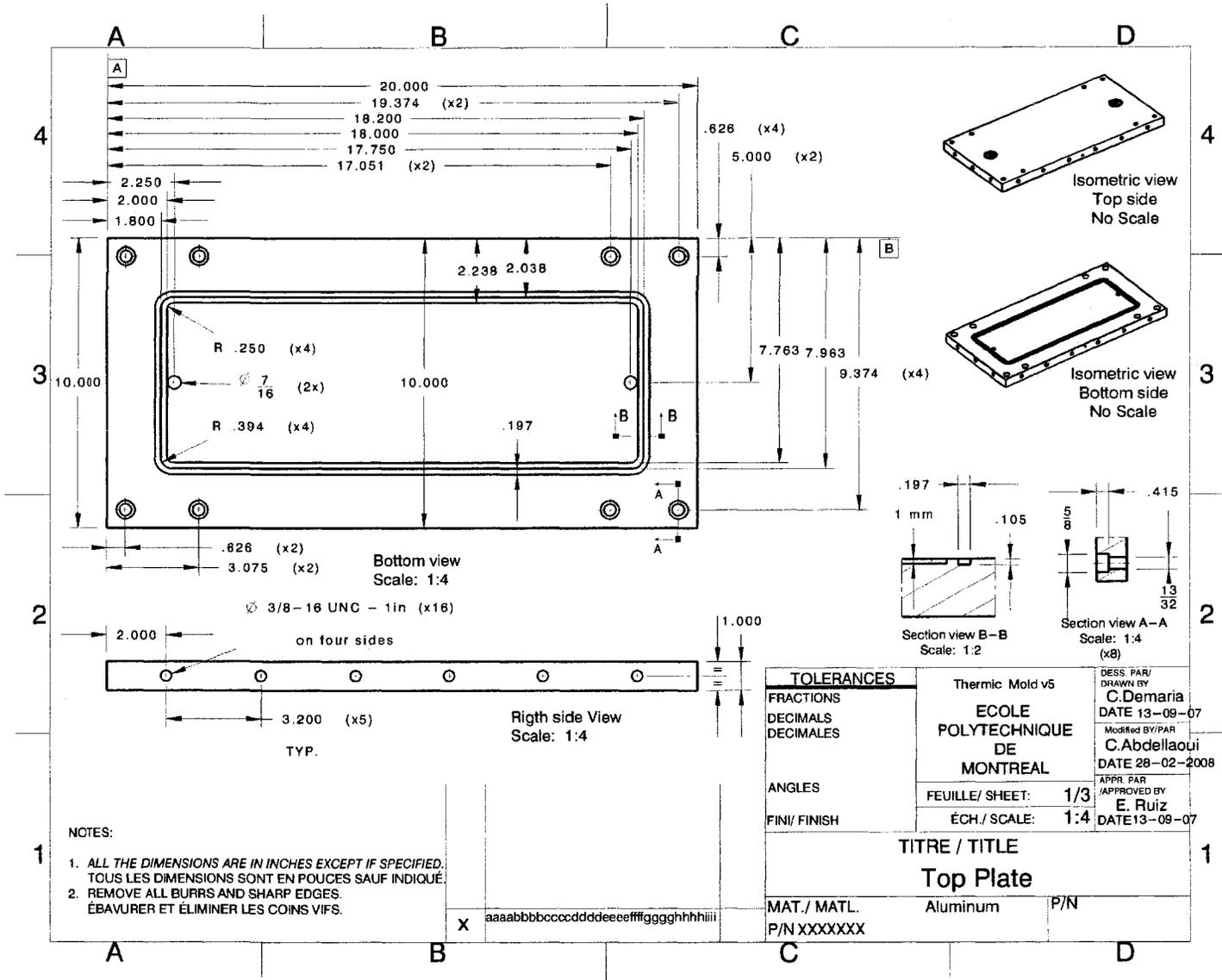


TOLERANCES		Thermic Mold v5 ECOLE POLYTECHNIQUE DE MONTREAL	DESS PAR/ DRAWN BY C.Demaria DATE 13-09-07 Modified BY/PAR C.Abdellaoui DATE 28-02-2008
FRACTIONS			
DECIMALS		FEUILLE/ SHEET: 2/3	APPR. PAR /APPROVED BY E. Ruiz
DECIMALES		ECH./ SCALE: 1:4	DATE 13-09-07
ANGLES		TITRE / TITLE	
FINI/ FINISH		Bottom Plate	
MAT. / MATL. P/N XXXXXXXX		Aluminum	P/N

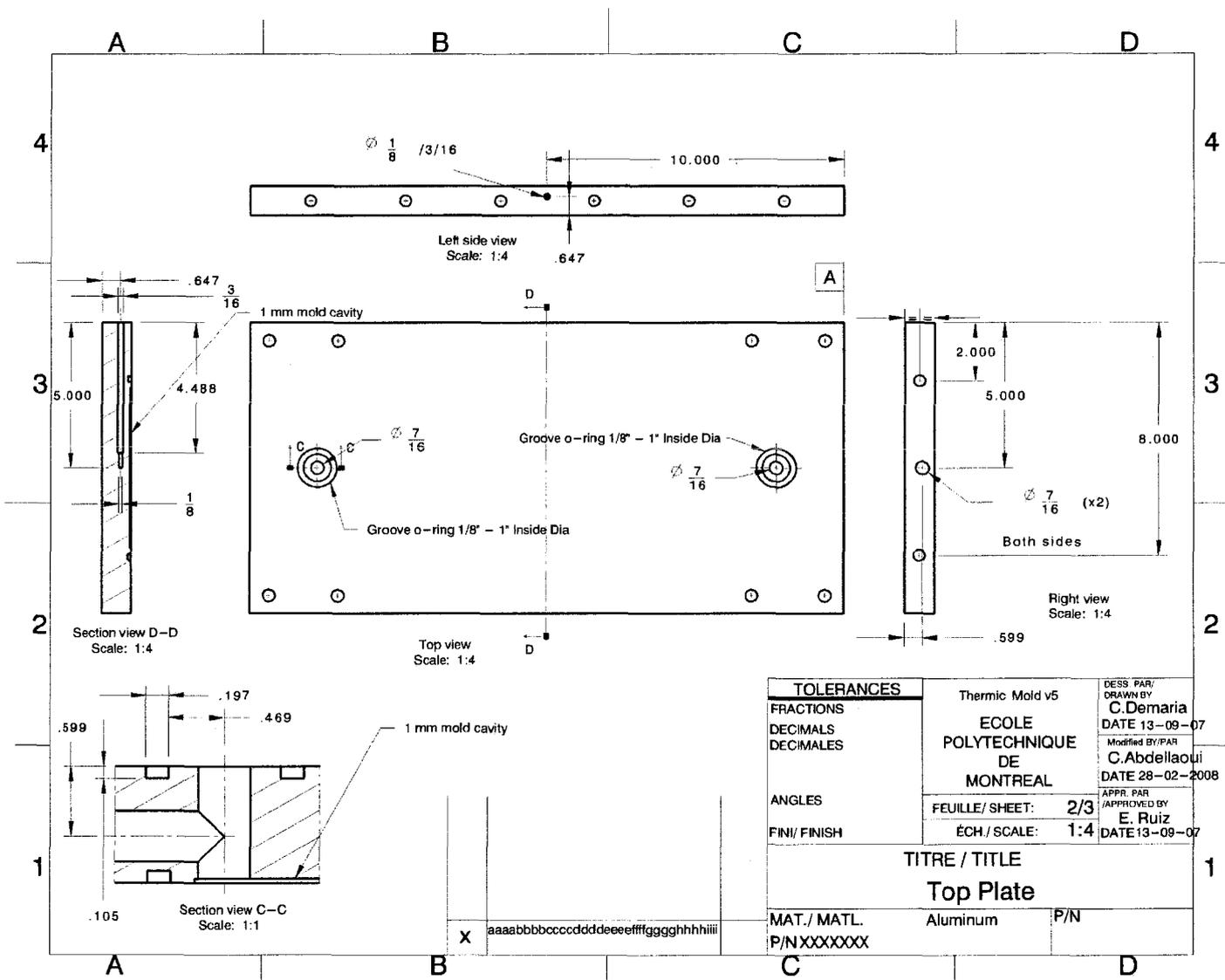


TOLERANCES		Thermic Mold v5	DESS PAR/ DRAWN BY C.Demaria
FRACTIONS		ECOLE	DATE 13-09-07
DECIMALS		POLYTECHNIQUE	Modified BY/PAR
DECIMALES		DE	C.Abdellaoui
		MONTREAL	DATE 28-02-2008
ANGLES		FEUILLE/ SHEET: 3/3	APPR. PAR/ APPROVED BY
FIN/ FINISH		ECH/ SCALE: 1:4	E. Ruiz
			DATE 13-09-07
TITRE / TITLE			
Bottom Plate			
MAT./ MATL		Aluminum	P/N
P/N XXXXXXX			

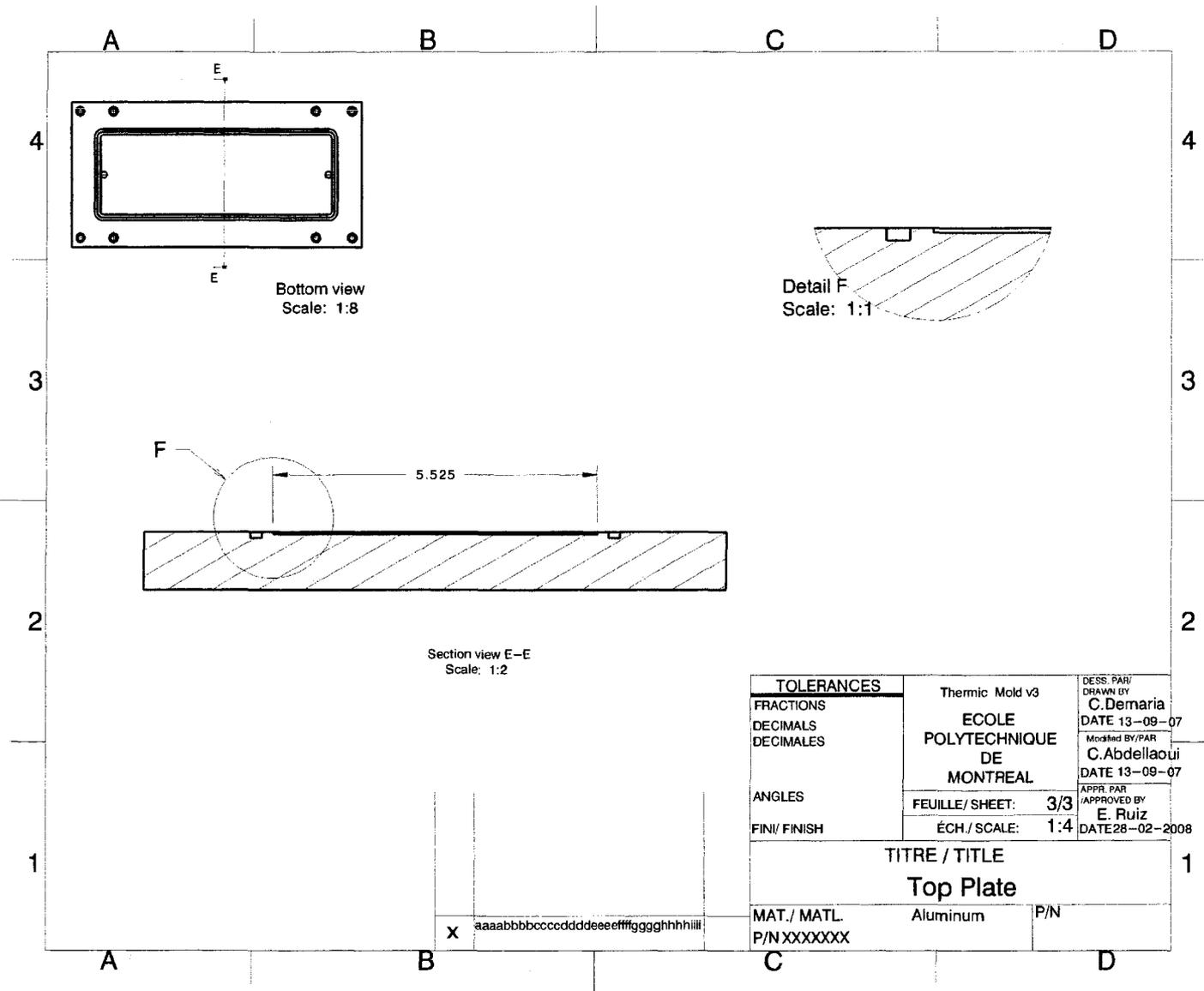
X aaaabbbbccccddddeeeeffffgggghhhiiii



TOLERANCES		Thermic Mold v5 ECOLE POLYTECHNIQUE DE MONTREAL	DESS. PAR/ DRAWN BY C. Demaria DATE 13-09-07 Modified BY/PAR C. Abdellaoui DATE 28-02-2008 APPR. PAR APPROVED BY E. Ruiz DATE 13-09-07
FRACTIONS			
DECIMALS			
DECIMALES			
ANGLES		FEUILLE/ SHEET: 1/3	
FINI/ FINISH		ÉCH./ SCALE: 1:4	
TITRE / TITLE		Top Plate	
MAT./ MATL.	Aluminum	P/N	
P/N XXXXXXX			



TOLERANCES		Thermic Mold v5	DESS PAR/ DRAWN BY C. Demaria DATE 13-09-07
FRACTIONS		ECOLE POLYTECHNIQUE DE MONTREAL	Modified BY/PAR C. Abdellaoui DATE 28-02-2008
DECIMALS			APPR. PAR /APPROVED BY E. Ruiz DATE 13-09-07
DECIMALES		FEUILLE / SHEET: 2/3	
ANGLES		ECH. / SCALE: 1:4	
FINI / FINISH		TITRE / TITLE Top Plate	
		MAT. / MATL. Aluminum	P/N
		P/N XXXXXXX	



TOLERANCES		Thermic Mold v3	DESS. PAR/ DRAWN BY C. Demaria
FRACTIONS		ECOLE POLYTECHNIQUE DE MONTREAL	DATE 13-09-07
DECIMALS			Modified BY/PAR C. Abdellaoui
DECIMALES			DATE 13-09-07
ANGLES		FEUILLE/ SHEET: 3/3	APPR. PAR APPROVED BY E. Ruiz
FINI/ FINISH		ÉCH/ SCALE: 1:4	DATE 28-02-2008
TITRE / TITLE			
Top Plate			
MAT. / MATL.		Aluminum	P/N
P/N XXXXXXXX			

x @aaabbbbccccdddeeeffffgggghhhiiii

ANNEXE C : Mesures DSC

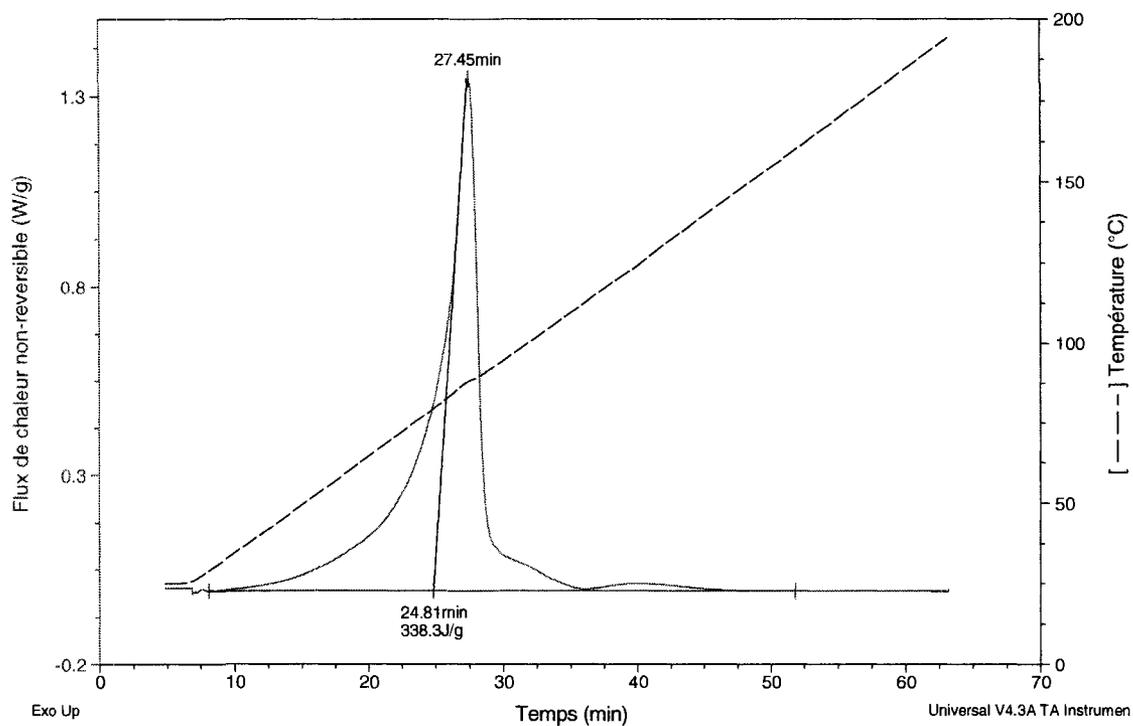


Figure C.1 : Test DSC dynamique et calcul de la chaleur totale de réaction

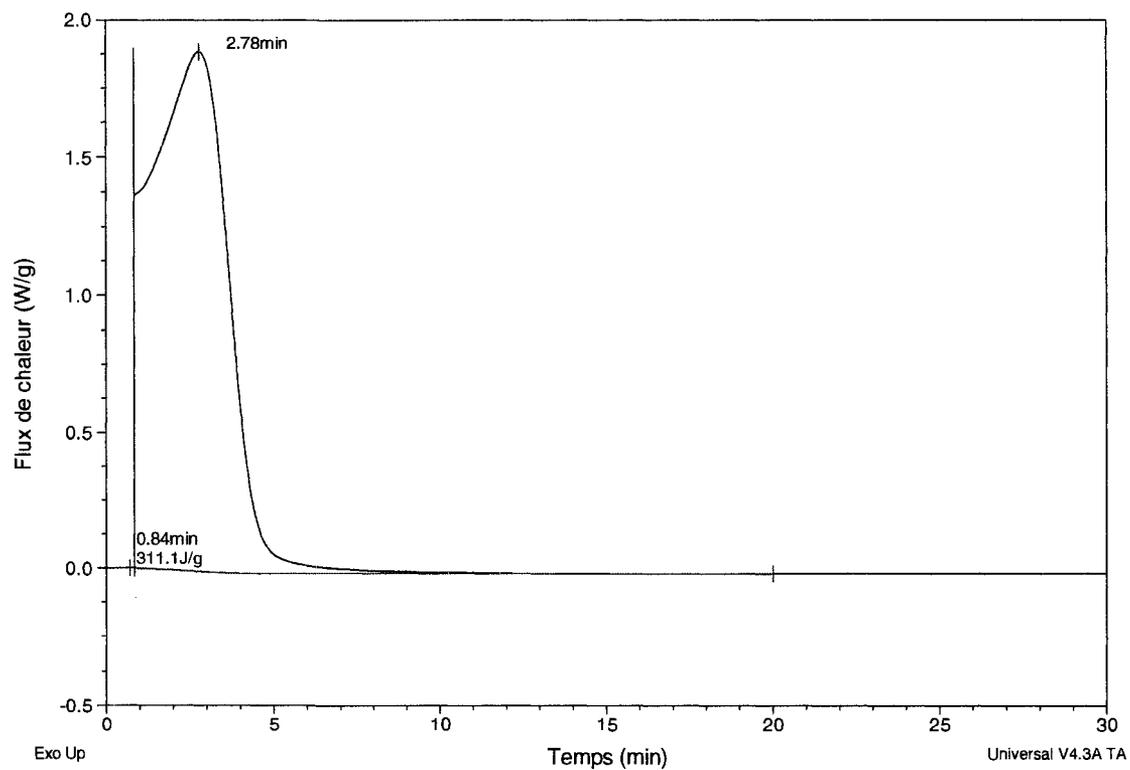


Figure C.2 : Calcul de la chaleur dégagée par la résine lors d'un isotherme à 100 °C après 20 min de cuisson (essai DSC)

ANNEXE D : Détails des résultats du plan d'expériences sur la pulsation du fluide de compaction

Cette annexe détaille les résultats présentés à la section 4.4.2. Les résultats présentés dans les figures suivantes sont les résultats bruts des essais expérimentaux et ne sont pas moyennés.

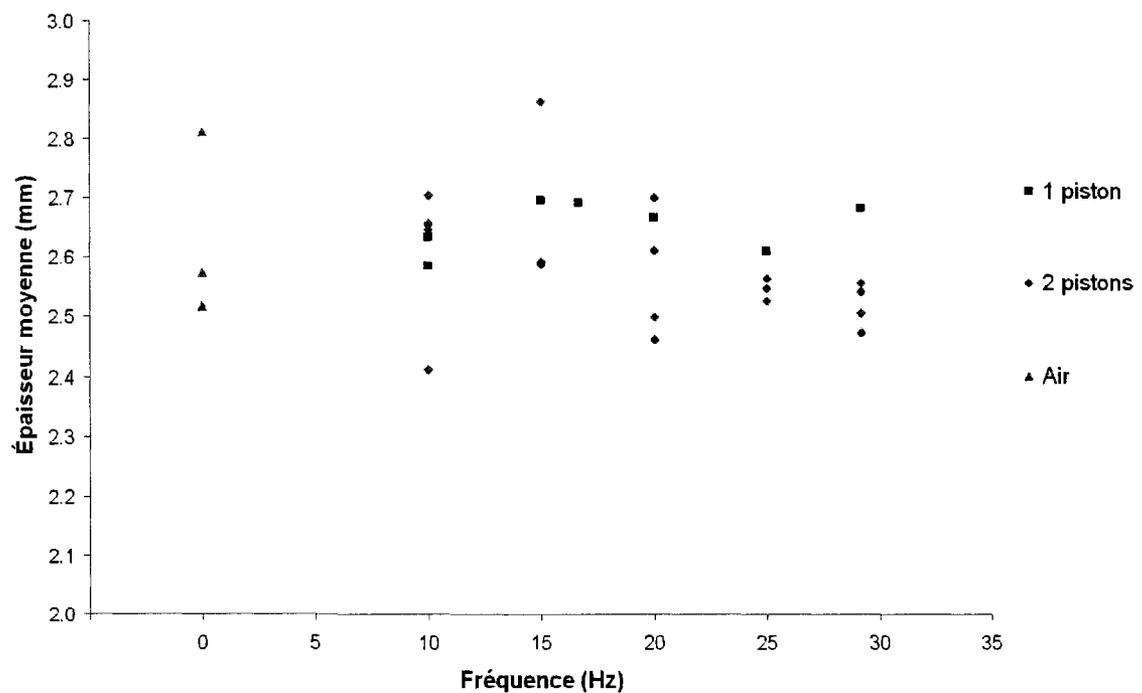


Figure D.1 : Épaisseur moyenne des plaques

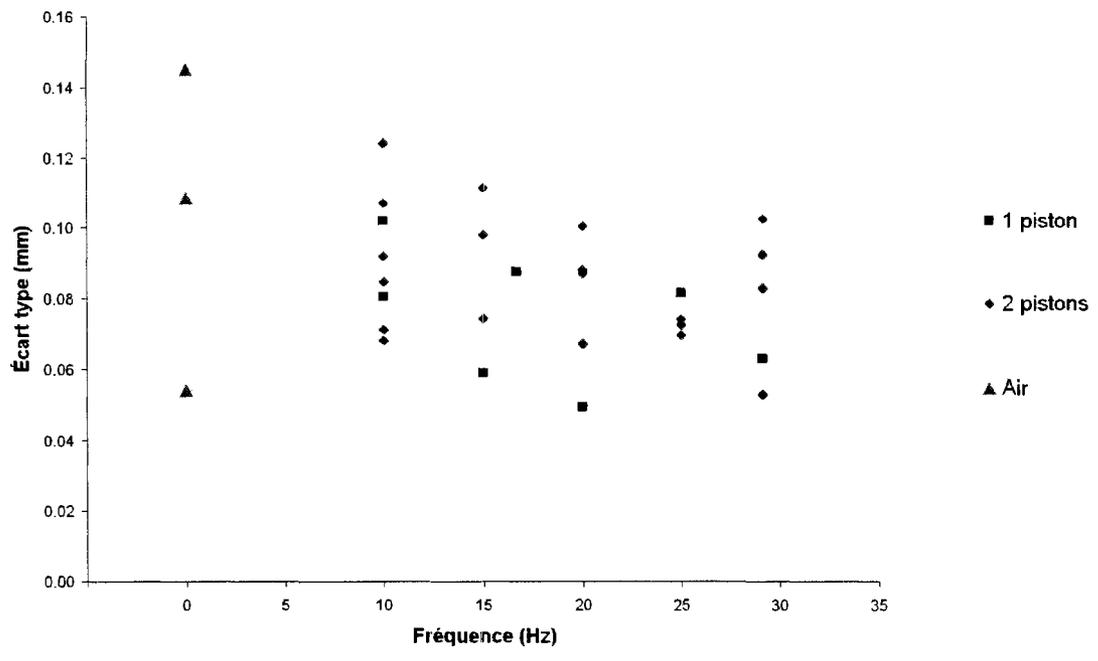


Figure D.2 : Écart type de l'épaisseur des plaques

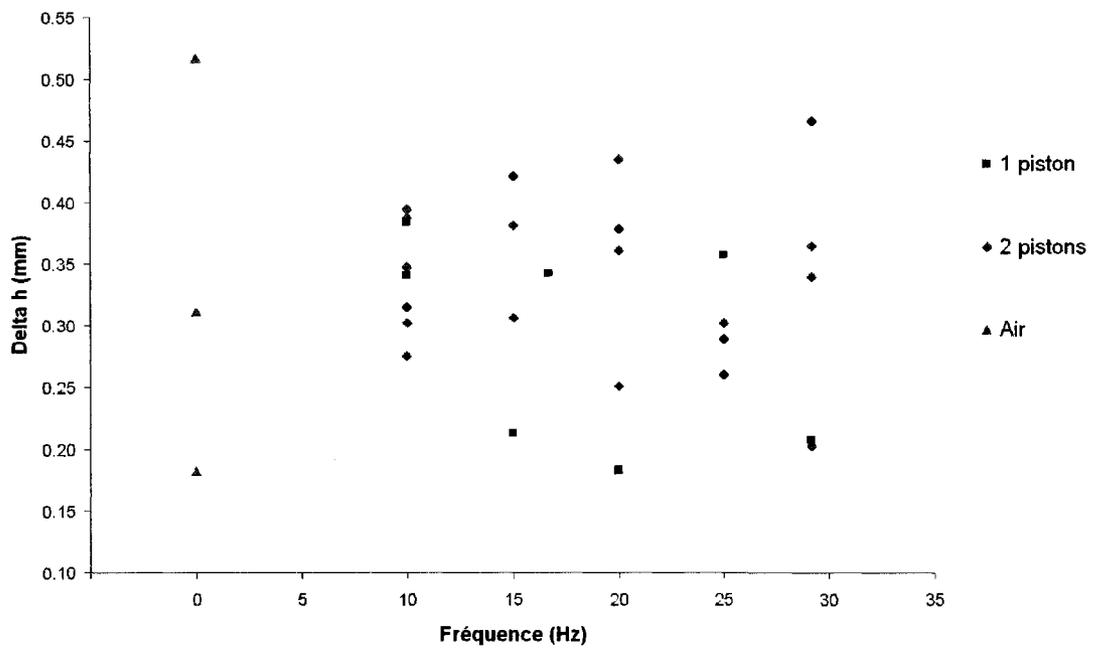


Figure D.3 : Écart maximal de l'épaisseur des plaques

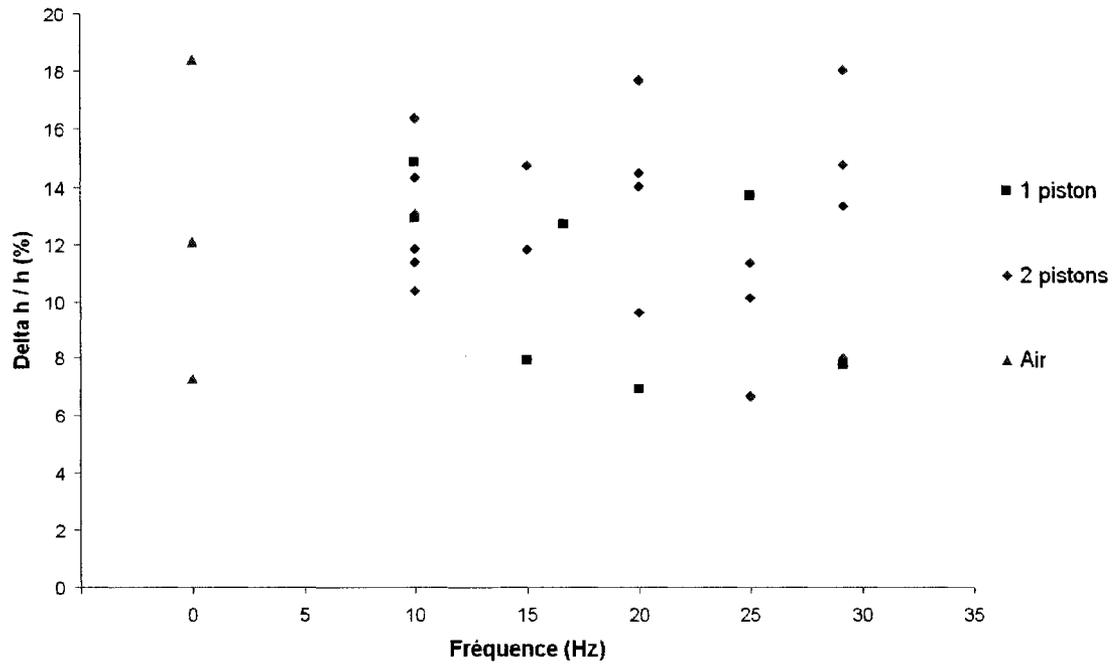


Figure D.4 : Écart maximal relatif de l'épaisseur des plaques

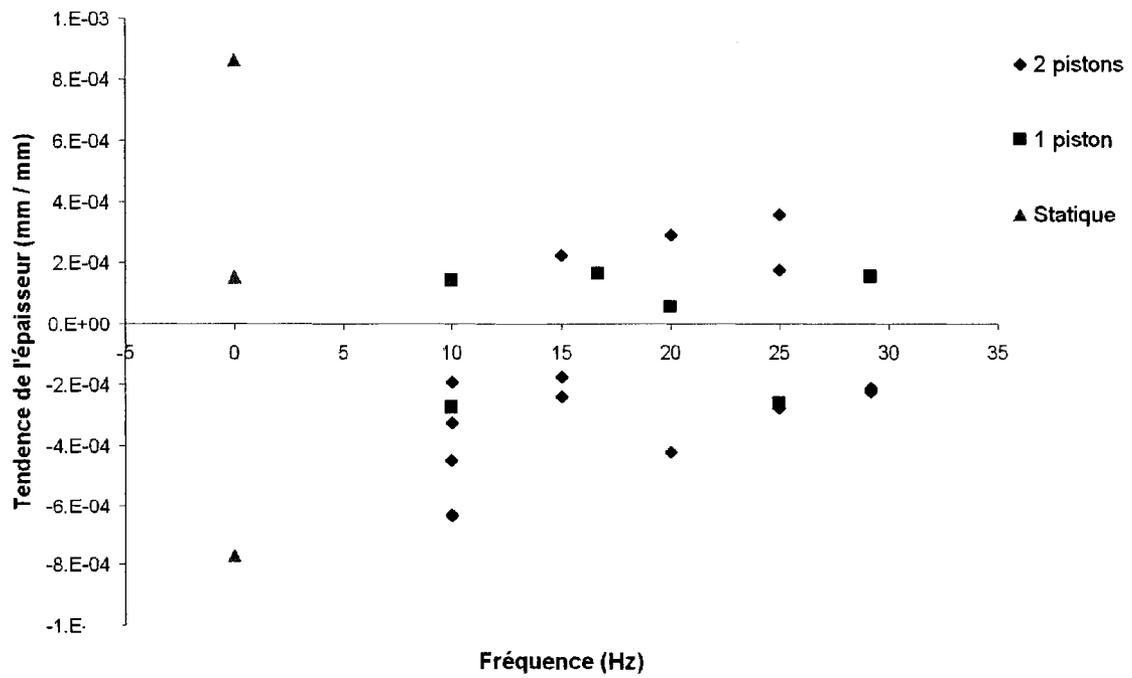


Figure-D.5 : Pente des mesures d'épaisseur des plaques