

THESE DE DOCTORAT DE

L'UNIVERSITE DE NANTES

ECOLE DOCTORALE N° 602

Sciences pour l'Ingénieur

Spécialité : « *Energétique-Thermique-Combustion* »

Par

« Nouigues Arbia »

« Recyclage des pièces en composite polyester en fibres de verre de grandes dimensions par laminage »

Thèse présentée et soutenue à l'Icam de Nantes, le 31/03/2021

Unité de recherche : UMR_C 6607 Laboratoire de Thermique et Énergie de Nantes

Rapporteurs avant soutenance :

Joel Bréard Professeur des universités, Université de Caen Normandie
Pierre Montmitonnet Directeur de Recherches Mines ParisTech

Composition du Jury :

Président :	Pascal Casari	Professeur, Université de Nantes
Examineurs :	Emmanuelle Vidal Salle	Professeur, INSA Lyon
	Olga Smerdova	Maître de conférences, ISAE-ENSM
	Gilles Ausias	Maître de conférences, Université Bretagne Sud

Directeur de thèse :	Jean Luc Bailleul	Professeur, Université de Nantes
Co-directeur. de thèse :	Eric Le Gal La Salle	Enseignant chercheur, LTéN (UMR CNRS 6607), Icam-Nantes

Remerciements

“Les meilleures choses qui arrivent dans le monde de l’entreprise ne sont pas le résultat du travail d’un seul homme. C’est le travail de toute une équipe” Steve Jobs

Je voudrais tout d’abord adresser toute ma reconnaissance à mes directeurs de thèse M. Jean Luc Bailleul et M. Eric Le Gal La Salle, pour leur patience, leur soutien et surtout leurs précieux conseils qui m’ont permis d’avancer et d’atteindre ce niveau. “Un grand merci à vous pour la confiance que vous m’avez donnée pour réussir ce projet”

Je remercie M. Pascal Casari de m’avoir fait l’honneur de présider mon jury. Je désire grandement remercier M. Joël Bréard et M. Pierre Montmitonnet d’avoir effectué la fonction de rapporteur ainsi que Mme. Emmanuelle Vidal-Sallé, Mme. Olga Smerdova et M. Gilles Ausias pour avoir accepté de participer à ce jury de thèse. “Mes chaleureux remerciements pour vos remarques et vos analyses critiques qui contribuent à la réussite de ce travail”.

Trois ans de thèse sont agréablement passés grâce à la belle équipe de l’Icam de Nantes. Je tiens à remercier énormément toutes les personnes qui ont contribué au succès de ma thèse, en particulier M. Hervé Lesourne, M. Alex Lejeau, M. Sylvain Kerdudou et M. Thierry Giorgetti qui ont contribué à la réussite de mes travaux. “Je présente mes sincères remerciements, mon respect et ma gratitude”.

J’adresse mes remerciements à mes très chers parents pour leur soutien et leurs encouragements. “Merci pour tout ce que vous avez fait pour moi”

Enfin, je voudrais exprimer ma reconnaissance envers mes amis et collègues qui m’ont apporté leur soutien moral et intellectuel tout au long de ce travail.

Merci infiniment

Table des matières

Introduction générale.....	18
Chapitre I : Contexte de la thèse : étude bibliographique.....	21
I.1- Introduction	23
I.2- Généralités sur les composites.....	23
I.2.1- Définitions.....	23
I.2.1.1- Matrice.....	24
I.2.1.2- Renfort	25
I.2.2- Techniques de mise en œuvre	28
I.3- Contexte de l'étude.....	29
I.3.1- Impératif du recyclage de composite	30
I.3.2- Cadre général réglementaire concernant le recyclage.....	32
I.3.3- Méthodes de réutilisation et de recyclage des composites.....	33
I.3.3.1- Le recyclage mécanique	34
I.3.3.2- Recyclage thermique	35
I.3.3.3- Recyclage thermochimique	37
I.4- Objectifs de la thèse.....	37
I.4.1- Laminage.....	38
I.4.1.1- Définition.....	38
I.4.1.2- Propriétés du laminage à chaud	40
I.4.1.3- Défauts de laminage	40
I.4.2- Calandrage des élastomères et caractéristiques de la calandre	41
I.4.2.1- Calandrage des élastomères [22]	41
I.4.2.2- Caractéristiques de calandre [26]	43
I.5- Caractérisation thermochimique et thermomécanique	44
I.5.1- Caractérisation thermochimique	44
I.5.2- Caractérisation thermomécanique.....	44
I.5.2.1- Comportement dynamique en fonction de la température.....	44
I.5.2.2- Etude d'endommagement et de vieillissement de polymères.....	49
□ Généralités sur l'endommagement	50
□ Etude du comportement cyclique	52
I.6- Caractérisation tribologique de composite : étude bibliographique	61
I.6.1- Généralités de la tribologie de composite.....	61
I.6.2- Paramètres influençant la tribologie	64
□ Influence de la composition du composite	64
□ Température.....	65

□	Force normale	66
□	Vitesse de glissement.....	67
□	Rugosité	69
I.7-	Modélisation thermomécanique du laminage : méthodes de résolution	71
I.7.1-	Modélisation mécanique	71
□	Méthode de l'énergie de déformation [19]	71
□	Méthode des lignes d'écoulement [19].....	71
□	Méthode des bornes supérieures (MBS).....	72
□	Méthode des tranches	72
□	Méthode des éléments finis (FEM)	74
□	Conclusion	75
I.7.2-	Modélisation thermique	75
I.8-	Considérations opérationnelles	78
I.9-	Conclusion.....	78
Chapitre II : Caractérisation thermomécanique du comportement des composites polyester/fibres de verre		80
II.1-	Introduction	81
II.2-	Procédés et matériaux utilisés	81
II.2.1 -	Procédé d'élaboration du composite étudié.....	81
II.2.2 -	Composition du composite étudié	82
II.3-	Caractérisation thermochimique de composites	84
II.3.1 -	Essais et protocoles utilisés pour le DSC	84
II.3.2 -	Résultats.....	85
II.4-	Caractérisation thermo-mécanique du composite LU1	86
II.4.1 -	Etude mécanique statique de la résine polyester et du composite LU1	87
II.4.1.1 -	Essais de traction statique de la résine polyester	88
II.4.1.2 -	Essais de traction statique du composite LU1	92
II.4.1.3 -	Essai de flexion statique du composite LU1	98
II.4.2 -	Etude Dynamique de du composite LU1	100
II.4.2.1 -	Dispositif et essais expérimentaux	100
II.4.2.2 -	Résultats et discussions	100
Conclusion.....	104	
II.5-	Etude d'endommagement et de vieillissement de composite.....	104
II.5.1-	Etude d'endommagement	105
II.5.2-	Caractérisation d'endommagement et du vieillissement et ses protocoles	105

II.5.2.1-	Vieillessement thermo-mécanique de résine : traction cyclique à haute température	105
II.5.2.2-	Vieillessement thermo-mécanique du composite : traction cyclique à haute température	107
II.5.2.3-	Vieillessement thermochimique : hydrolyse à différentes températures.....	112
II.6-	Conclusion.....	120
Chapitre III : Caractérisation tribologique de composites de résine polyester insaturée renforcé de fibres de verre.....		
III. 1 -Introduction	123
III. 2 - Matériaux et procédé expérimental	123
III. 2 .1 -	Dispositif expérimental	123
III. 2 .2 -	Résultats des essais de frottement du composite LU1 et de sa matrice	126
III.2. 2. 1 -	Mesures de coefficient de frottement et interprétations.....	126
III.2. 2. 2 -	Influence de la température.....	127
III.2. 2. 3 -	Influence de l'épaisseur	134
III.2. 2. 4 -	Influence de la rugosité	135
III.2. 2. 5 -	Influence de la vitesse de glissement	140
III.2. 2. 6 -	Influence de la force normale.....	141
III.2. 2. 7 -	Comparaison des essais en traction avec ceux en compression.....	143
III. 3 -	Conclusion	145
Chapitre IV : Modélisation thermo-mécanique du laminage : méthodes et modèles de calcul		
	147	
IV.1-	Introduction	148
IV.2-	Modélisation mécanique : identification des équations à résoudre, la loi de frottement et leur application :	148
IV.2.1-	Equation d'équilibre mécanique.....	148
IV.2.2-	Lois de frottement	149
IV.2.3-	Lois de comportement et équations rhéologiques	149
IV.3-	Paramètres de laminage.....	151
IV.3.1-	Paramètres géométriques et process	151
IV.3.2-	Paramètres matériaux	151
IV.4-	Modélisation mécanique	151
IV.4.1-	Modèles de calcul et leur résolution	152
IV.4.2-	Méthode des éléments finis	154
IV.4.3-	Résultats des modèles mécaniques	155

□	Résultats des méthodes appliquées à la résine polyester insaturée	155
□	Résultats des méthodes appliquées au composite.....	158
IV.5-	Modélisation thermique : identification des équations à résoudre et leur application	160
IV.5.1-	Adaptation de l'équation de chaleur	160
IV.5.2-	Méthode des différences finies	160
IV.5.3-	Résultats de la méthode de différences finies.....	166
IV.5.4-	Résultats de modèles thermiques.....	167
Conclusion.....		170
Chapitre V : Exploitation des résultats expérimentaux et validation des modèles		172
V.1- Introduction		173
V.2- Résultats expérimentaux et interprétations : modélisation mécanique		173
V.2.1-	Dispositif et protocole expérimental	173
□	Dispositif expérimental du laminage	173
□	Protocole expérimental des essais mécaniques	174
V.2.2-	Exploitation des résultats mécaniques et validation des modèles mécaniques.....	175
-	Résultats pour la résine	175
-	Validation des modèles mécaniques.....	177
V.3- Mesures thermiques et validation du modèle thermique		178
V.3.1-	Protocole expérimental des essais thermiques	178
V.3.2-	Résultats thermiques et validation du modèle thermique pour la résine.....	180
-	Résultats obtenus avec la résine	180
-	Validation du modèle thermique pour la résine.....	183
V.3.3-	Résultats thermiques et validation du modèle thermique pour le composite.....	184
-	Résultats obtenus avec le composite	184
-	Validation du modèle thermique pour le composite.....	186
V.4- Evaluation de l'aptitude du composite et de la résine à être déformés et laminés		188
V.4.1-	Evaluation du laminage du composite	188
-	Comportement mécanique du composite laminé.....	188
-	Evaluation de la réduction de l'épaisseur après laminage	191
-	Evaluation de la mise en forme du composite par laminage à chaud.....	195
V.4.2-	Evaluation du laminage de la résine	198
-	Comportement mécanique de la résine laminée	198
-	Evaluation de la réduction de l'épaisseur après laminage	200
-	Evaluation de la mise en forme de la résine par laminage à chaud	201
V.4.3-	Exploitation de la déformabilité de la résine et laminage du composite de forme complexe.....	202

Conclusion..... 204
Références 205

Notations de modélisation mécanique

b_e	Largeur de la bande, en mm
C	Couples de laminage exercés par les cylindres, en N.m
E	Module d'Young, en N.mm ⁻²
E*	Module d'Young associé à la déformation plane, $E^* = \frac{E}{1-\nu^2}$, en N.mm ⁻²
E_r*, E_s*	Modules d'Young associés de rouleau et de la bande, en N.mm ⁻²
F	Effort de laminage, en N
g, g_x, g_y	Accélération de la pesanteur, suivant x, suivant y, en m.s ⁻²
H	Epaisseur de la tôle avec la reprise d'épaisseur, en mm
2h_e	Epaisseur de la tôle à l'entrée, en mm
2h_s	Epaisseur de la tôle à la sortie, en mm
k	Coefficient de frottement de Tresca respectivement supérieur
L	Longueur de l'emprise, en mm
n	Coefficient d'érouissage
p	Pression appliquée par les rouleaux sur la bande à laminier, en N.mm ⁻²
R	Rayons des rouleaux supérieur et inférieur, en mm
r	Rapport de réduction, $r = \frac{h_s}{h_e}$
T	Champ des contraintes réelles, en N.mm ⁻²
S	Surface d'application de force
V	Volume déformé
V_e	Vitesse d'entrée, en m.s ⁻¹

V_s	Vitesse de sortie, en m.s ⁻¹
V_c	Vitesse linéaire du cylindre, en m.s ⁻¹
v*	Champ de vitesses virtuel, en m.s ⁻¹
v_x, v_y	Vitesses de la matière en tout point, en m.s ⁻¹
U	Vitesse linéaire de la bande au cours du laminage (modèle hydrodynamique)
ω	Vitesses angulaires des cylindres supérieur et inférieur, en tr.mn ⁻¹
x	Abscisse selon la direction de laminage suivant x
y	ordonnée selon la direction de y, perpendiculaire à x
α	Angle d'attaque entre la bande et le cylindre, à son entrée
θ	Angle entre toute la bande et le cylindre, variant entre - α et 0,
μ	Coefficient de frottement de Coulomb
ν	Coefficient de poisson
ν_s, ν_r	Coefficients de poisson de la bande et de rouleaux
Ω	domaine de l'espace occupé par le produit
∂Ω	frontière extérieure de l'espace occupé par le produit
ρ	Masse volumique, en kg. m ⁻³
η	Viscosité, en Pa.s
γ, γ_x, γ_y	Accélération des forces appliquées, suivant x, suivant y, en m.s ⁻²
ε*	Champ de déformation virtuel
ε̇	Taux de déformation
ε̇_{xx}, ε̇_{yy}, ε̇_{zz}	Vitesses de déformation
ε̇^{vp}	Vitesses de déformation liée au comportement viscoplastique
ε̇^{vth}	Vitesses de déformation liée à la dilatation thermique

$\bar{\epsilon}, \dot{\epsilon}$	Vitesses de déformation généralisée et déformation équivalente (von Mises)
σ_0	Limite élastique, en $N.mm^{-2}$
$\sigma_{xx}, \sigma_{yy}, \sigma_{zz}$	Contraintes de laminage, en $N.mm^{-2}$
σ_e, σ_s	Contraintes initiales d'entrée et de sortie, en $N.mm^{-2}$
σ_n	Contrainte normale à la direction de laminage, en $N.mm^{-2}$
τ_s	Contrainte de cisaillement de la bande, $\tau_s = \pm \mu p$
\dot{W}_i	Puissance de déformation plastique, en W
\dot{W}_{ex}	Puissance des efforts extérieurs, en W
C	Couples de laminage exercés par les cylindres, en N.m
η	Viscosité, en Pa.s
β	Constante de décroissance exponentielle

Notations de modélisation thermique

C_p	Capacité calorifique en $J.kg^{-1}.K^{-1}$
dS	élément de surface externe du matériau, en mm^2
dV	élément de volume de matériau, en mm^3
h_{air}, h_c	Coefficient d'échange de bande-air, de bande-rouleau, en $W.m^{-2}.K^{-1}$
k_1, σ_1	Constantes de loi d'Hollomon
m	Coefficient de sensibilité à la vitesse
n	Coefficient d'écrouissage
\vec{n}	La normale extérieure de la bande sur la surface de contact
Q	Energie d'activation apparente, en J
p	Coefficient de partage
R	Constante des gaz parfaits, en $J.mol^{-1}.K^{-1}$

T	Température, en K
T_{air}, T_c, T_i	Température de l'air, température de rouleau et température de bande, en K
T_∞	Température à l'infini, en K
V	Volume de la bande
\vec{v}	champ de vitesses matériel, en m.s ⁻¹
\dot{W}_{vol}	Les éventuelles sources volumiques de chaleurs
Ø	Flux de chaleur, en J.s ⁻¹
Ø_{ba}, Ø_{cyl}	Flux de chaleur de la bande, flux de chaleur de cylindre, en J.s ⁻¹
ρ	Masse volumique en kg. m ⁻³
λ	Conductivité thermique en W. m ⁻¹ . K ⁻¹
Γ_d	Coefficient de Taylor-Quinney
ε	Effusivité, en J.K ⁻¹ .m ⁻² .s ^{-1/2}
ε_{ban}, ε_{cyl}	Effusivités thermiques de la bande et des rouleaux, en J.K ⁻¹ .m ⁻² .s ^{-1/2}
$\bar{\epsilon}$	Déformation
\dot{W}_F	Puissance surfacique dissipée par frottement, en W
C_p	Capacité calorifique en J. Kg ⁻¹ . K ⁻¹

Liste des figures

Fig 1 : Répartition du marché européen des composites, en 2000 [2].....	18
Fig 1- 1 : Représentation schématique d'un composite	23
Fig 1- 2 : Classification des renforts selon la forme	26
Fig 1- 3 : Formes réelles de renforts à base de fibres de verre [6].....	27
Fig 1- 4 : Les principaux types d'armures des tissus [6].....	28
Fig 1- 5 : a) Pourcentage des matrices des composites et b) Pourcentage des renforts des composites en 2010 [9]	30
Fig 1- 6 : Nature de matrice et de renfort des composites les plus produits en 2019 [1].....	30
Fig 1- 7 : Masse totale des déchets produits en Europe sur la période 2000-2015 [10]	31
Fig 1- 8 : Répartition des déchets en France en 2015 [10]	32
Fig 1- 9 : Hiérarchisation et enjeux du recyclage [13].....	33
Fig 1- 10 : Méthodes de recyclage de composites	34
Fig 1- 11 : Etapes du broyage	34
Fig 1- 12 : Schéma explicatif du laminage	39
Fig 1- 13 : Différents types de calandre (de gauche à droite : en « I », en « L » ou « L inversé » et enfin en « Z »[22].....	43
Fig 1- 14 : Composantes de la déformation en régime sinusoïdal d'un élastomère [28].....	45
Fig 1- 15 : a) Evolution du module élastique E' , b) de E'' et c) de $\tan \delta$ en fonction de température [29]	46
Fig 1- 16 : Comportement de module d'Young en fonction de la température [31]	47
Fig 1- 17 : Variations du module d'Young pour un modèle multi-inclusions [32].....	48
Fig 1- 18 : Courbe typique de l'effet Payne pour un élastomère chargé [28]	49
Fig 1- 19 : Endommagements dans un composite [37].....	51
Fig 1- 20 : Chargement cyclique [38]	51
Fig 1- 21 : Courbe de traction cyclique.....	52
Fig 1- 22 : Courbe de traction cyclique [39]	53
Fig 1- 23 : Effet Mullins [28].....	55
Fig 1- 24 : Comportement mécanique idéalisé de Mullins pour élastomère [42].....	55
Fig 1- 25 : Mécanismes de déformation d'un élastomère non chargé selon Bueche (A) et Dannenberg (B) [28]	56
Fig 1- 26 : Jonctions de la chaîne de particules de charge [44]	56
Fig 1- 27 : Comportement des élastomères suite à un chargement cyclique [42].....	58
Fig 1- 28 : Schéma de la plastification d'un polymère par l'eau [48].....	60
Fig 1- 29 : Réaction d'hydrolyse des fonctions esters [48].....	60
Fig 1- 30 : Schéma simplifié de deux solides en frottement.....	61
Fig 1- 31 : Schéma du tribomètre de type pion-disque [53]	63
Fig 1- 32 : Formes d'usure: a) usure adhésive; b) usure abrasive; c) usure par fatigue; d) usure tribochimique [50].....	64

Fig 1- 33 : Variations typiques du coefficient de frottement et de la profondeur d'usure à différentes températures de PES composite renforcé de fibres de verre [64]	66
Fig 1- 34 : Coefficient de frottement en fonction de la charge normale, pour une vitesse de glissement:1 m/s et une humidité relative de 70% [65]	67
Fig 1- 35 : Comparaison du coefficient de frottement sur acier inoxydable de différents composites en fonction de la charges normales (vitesse de glissement: 0,4 m/s) [65]	67
Fig 1- 36 : Variation du coefficient de frottement avec la vitesse de glissement pour les composites en verre/phénolique pour (○) 30%, (□) 36%, (Δ) 20% en poids de résine [66].....	68
Fig 1- 37 : Influence de la rugosité sur le coefficient de frottement [50]	69
Fig 1- 38 : Influence de la rugosité de surface sur les composants adhésif et déformant de coefficient de frottement [52].....	70
Fig 1- 39 : Schéma de méthode des tranches [19]	73
Fig 1- 40 : Méthode des tranches [70]	73
Fig 1- 41 : Principales interactions, métallurgiques, thermiques et mécaniques lors du laminage à chaud [19].....	79
Fig 2- 1 : Schéma simplifié du procédé de moulage au contact	82
Fig 2- 2 : Cycles thermiques appliqués en DSC	85
Fig 2- 3 : Courbes représentatives de la traction statique de la résine à différentes températures.	89
Fig 2- 4 : Evolution de la déformation à la rupture en traction de la résine en fonction de la température à 5mm.mn ⁻¹	89
Fig 2- 5 : Evolution du module d'Young de la résine en fonction de température à 5mm.mn ⁻¹ ...	90
Fig 2- 6 : Evolution de la contrainte à la rupture en traction de la résine en fonction de la température à 5mm.mn ⁻¹	90
Fig 2- 7 : Courbe de relaxation et de rémanence de contrainte de la résine à 90°C	91
Fig 2- 8 : Résultats de relaxation et de rémanence de la résine en déformation à 90°C.....	92
Fig 2- 9 : Courbes représentatives de la traction statique du LU1 à T _{amb}	93
Fig 2- 10 : Courbes moyennes de la traction statique du LU1 à différentes températures	94
Fig 2- 11 : Comparaison de courbes moyennes de traction du LU1 à 120°C et à 150°C.....	95
Fig 2- 12 : Evolution du module d'Young du composite LU1 en fonction de la température	97
Fig 2- 13 : Image des échantillons du LU1 après leur traction à 120°C et à 150°C	97
Fig 2- 14 : Courbes de flexion du composite LU1à T _{amb}	98
Fig 2- 15 : Courbe moyenne de flexion du LU1 à 150°C	99
Fig 2- 16 : Courbe de flexion dynamique du matériau LU1	101
Fig 2- 17 : Courbe moyenne de E en flexion dynamique du composite LU1.....	102
Fig 2- 18 : Courbe moyenne du tan δ en flexion dynamique du composite LU1	103
Fig 2- 19 : Résultat de la flexion 3 points dynamique de LU1, effet Payne	104
Fig 2- 20 : Chargement cyclique appliqué à la résine polyester à 90°C	105
Fig 2- 21 : Courbe de la déformation enregistrée lors du chargement cyclique à 90°C	106
Fig 2- 22 : Chargement cyclique imposé à LU1 à 150°C	107
Fig 2- 23 : Résultat du chargement cyclique imposé à LU1 à 150°C.....	108
Fig 2- 24 : Type de chargement imposé à 150°C.....	108

Fig 2- 25 : Résultat du chargement cyclique à 150°C.....	109
Fig 2- 26 : Type de chargement imposé à 150°C.....	110
Fig 2- 27 : Résultat du chargement cyclique imposé en fonction de déformation.....	111
Fig 2- 28 : Courbe du chargement cyclique en fonction du temps	111
Fig 2- 29 : Type de chargement imposé à 150°C.....	112
Fig 2- 30 : Aspect de la résine après hydrolyse à T_{amb}	114
Fig 2- 31 : Courbes d'absorption d'eau d'hydrolyse à T_{amb}	115
Fig 2- 32 : Courbes d'absorption d'eau d'hydrolyse à 80°C	115
Fig 2- 33 : Courbes d'absorption d'eau d'hydrolyse à 90°C	116
Fig 2- 34 : Résultat de la flexion de LU1 avant et après hydrolyse.....	117
Fig 2- 35 : Résultat de la flexion 3 points de LU1 après hydrolyse à 80°C	118
Fig 2- 36 : Résultat de la flexion de LU1 après hydrolyse à 80°C	119
Fig 2- 37 : Résultat de la flexion de LU1 après hydrolyse à 90°C et à 80°C	120
Fig 3- 1 : a) Montage d'étude du frottement, b) Schéma principe du montage de frottement	124
Fig 3- 2 : a) Montage du banc d'essai sur la machine de traction, b) Etuve et c) Système d'acquisition	125
Fig 3- 3 : Courbes brutes, représentatives de la force normale et la force tangentielle du frottement du composite LU1 contre acier à 20°C.....	126
Fig 3- 4 : Courbes représentatives du frottement composite/acier à 20°C en traction et en compression.....	127
Fig 3- 5 : Courbes moyennes du frottement de la résine contre l'acier et l'aluminium en fonction de la température	127
Fig 3- 6 : Courbes représentatives du frottement composite/acier à 20°C et à 100°C.....	129
Fig 3- 7 : Courbes moyennes du frottement du composite contre 3 matériaux en fonction de la température.....	130
Fig 3- 8 : Surfaces de contact du composite après son frottement contre l'acier à différentes températures	132
Fig 3- 9 : Courbes moyennes du frottement de la résine contre l'aluminium pour deux épaisseurs	135
Fig 3- 10 : A/ Surfaces de contact de frottement en composite, B/ Surface de contact en acier .	136
Fig 3- 11 : Signification des paramètres de rugosité.....	137
Fig 3- 12 : A/ Aspect visuel du polissage de l'acier - B/ Microscopie de la plaque en acier poli	138
Fig 3- 13 : Coefficients de frottement du composite et de la résine sur l'acier à T_{amb} pour deux rugosités	138
Fig 3- 14 : Coefficients de frottement du composite et de la résine sur l'aluminium à T_{amb} pour deux rugosités.....	139
Fig 3- 15 : Echantillons en composite après leur frottement sur l'aluminium à T_{amb}	140
Fig 3- 16 : Coefficient de frottement du composite sur l'acier poli en fonction de la vitesse de glissement à T_{amb}	140
Fig 3- 17 : Evolution du coefficient de frottement du composite et de la résine en fonction de la force normale.....	142

Fig 3- 18 : Evolution de coefficient du frottement du composite en fonction de la force normale à 100°C.....	142
Fig 3- 19 : Comparaison des coefficients de frottement du composite sur l'acier obtenus en compression et en traction en fonction de la température.....	144
Fig 3- 20 : Comparaison des coefficients de frottement du composite sur l'aluminium obtenus en compression et en traction en fonction de la température.....	144
Fig 3- 21 : Comparaison des coefficients de frottement du composite sur l'acier poli obtenus en compression et en traction en fonction de la vitesse de glissement.....	145
Fig 4- 1 : Comportement matériau en fonction de son état [96].....	150
Fig 4- 2 : (a) formulation eulérienne et (b) formulation lagrangienne [97].....	154
Fig 4- 3 : Modélisation du laminage de la résine avec LSDYNA.....	156
Fig 4- 4 : Evolution de la contrainte σ_{yy} pour la résine obtenue par Bland & Ford et le modèle hydrodynamique lors de son laminage.....	157
Fig 4- 5 : Evolution de la contrainte σ_{yy} pour la résine obtenue par le modèle hydrodynamique et LSDYNA lors de son laminage.....	157
Fig 4- 6 : Comparaison de la contrainte σ_{yy} sur le composite obtenue par le modèle hydrodynamique et Bland & Ford lors de son laminage.....	159
Fig 4- 7 : Evolution de la contrainte du laminage du composite en fonction de la limite élastique.....	159
Fig 4- 8 : Schéma du maillage adapté pour la bande [19].....	161
Fig 4- 9 : Maillage en détails de la bande à laminier [19].....	162
Fig 4- 10 : Schéma thermique du système de laminage.....	162
Fig 4- 11 : Maillage de la bande à laminier et ses paramètres.....	167
Fig 4- 12 : Evolution de la température sans sources thermiques pour la résine polyester.....	168
Fig 4- 13 : Comparaison des évolutions de la température à 0,1mm de la surface : sans sources, avec une source volumique (déformation de la résine) puis avec en plus une source surfacique (frottement) pour la résine polyester.....	169
Fig 4- 14 : Evolution de la température sans sources thermiques pour le composite LU1.....	169
Fig 4- 15 : Comparaison des évolutions de la température à 0,1mm de la surface : sans sources, avec une source volumique (déformation du composite) puis avec en plus une source surfacique (frottement) pour le composite LU1.....	170
Fig 5- 1 : Photographies de la calandre.....	173
Fig 5- 2 : Système d'acquisition du capteur piézoélectrique et son montage.....	174
Fig 5- 3 : Profil de pression/tension enregistré pour un capteur large au cours du laminage.....	176
Fig 5- 4 : Profil de pression/tension enregistré pour un capteur large au cours du laminage.....	177
Fig 5- 5 : Comparaison du profil de pression obtenu par le modèle hydrodynamique et l'expérimental.....	178
Fig 5- 6 : Exemples d'instrumentation par thermocouples des pièces composites et résines.....	179
Fig 5- 7 : Système du laminage.....	179
Fig 5- 8 : Relevés de la température à 1mm de la surface de la résine et de la température de surface de la calandre en cours de laminage.....	181

Fig 5- 9 : Mesures de températures de la résine lors de son 2 ^{ème} et 3 ^{ème} passage dans la calandre à 104°C.....	182
Fig 5- 10 : Comparaison des températures obtenues expérimentalement avec celles issues du modèle analytique pour la résine.....	184
Fig 5- 11 : Mesures des températures du composite et de la calandre lors du premier laminage	184
Fig 5- 12 : Mesures de la température au cœur du composite lors des 2 ^{ième} et 3 ^{ième} laminages ..	185
Fig 5- 13 : Relevés de températures lors du laminage à la surface du composite à 80°C	186
Fig 5- 14 : Courbes de température numérique et expérimentale à 0,4mm de la surface du composite lors de son laminage	187
Fig 5- 15 : Courbes de température numérique et expérimentale à la surface du composite au contact avec la calandre lors de son laminage.....	188
Fig 5- 16 : Essais en flexion 3 points de pièces composites après leur laminage.....	189
Fig 5- 17 : Essais en flexion 3 points du composite vieilli avant et après son laminage à 80°C .	190
Fig 5- 18 : Essais en flexion 3 points des composites vieillis avant et après leur laminage.....	191
Fig 5- 19 : Exemple du schéma des points sur une pièce composite	192
Fig 5- 20 : Evolution de l'épaisseur du composite en fonction de nombre de passes dans la calandre	193
Fig 5- 21 : Photographie des faces des échantillons composite après leur laminage	194
Fig 5- 22 : Evolution de l'épaisseur du composite en fonction de nombre de passes à 120°C ...	195
Fig 5- 23 : Observation du profil d'un Composite vieilli avant et après son laminage à 80°C ...	196
Fig 5- 24 : Exemple du schéma des points sur une pièce composite	196
Fig 5- 25 : Evolution de la flèche au centre du composite en fonction de nombres de passes lors de son laminage	197
Fig 5- 26 : Evolution de la flèche à les extrémités du composite en fonction de nombres de passes lors de son laminage	197
Fig 5- 27 : Eprouvettes en composite après flexion 4 points sous charge à 90°C	198
Fig 5- 28 : Flexion de résine neuve avant et après le laminage	199
Fig 5- 29 : Flexion de résine neuve avant et après le laminage à 100°C	200
Fig 5- 30 : Evolution de l'épaisseur de la résine à 80°C en fonction du nombre de passes à 3tr.mn ⁻¹	201
Fig 5- 31 : Echantillons de résine après leur laminage à chaud.....	201
Fig 5- 32 : Plaque en résine avant et après son laminage à 100°C	202
Fig 5- 33 : Protocole d'essai de déformabilité de la résine.....	203
Fig 5- 34 : Résultats du test de déformabilité de la résine	203

Liste des tableaux

Tableau 2- 1 : Composition des composites réalisés	83
Tableau 2- 2 : Propriétés mécaniques de la résine polyester de moulage au contact [77], [78] ...	84
Tableau 2- 3 : Propriétés mécaniques de la résine polyester d’infusion [77]	84
Tableau 2- 4 : Propriétés mécaniques des fibres de verre E [79].....	84
Tableau 2- 5 : Energie libérée et taux de transformation de la résine polyester insaturée.....	86
Tableau 2- 6 : Propriétés thermiques de différentes résines et composites	86
Tableau 2- 7 : Propriétés mécaniques du LU1 à différentes températures	96
Tableau 2- 8 : Taux de saturation de composite LU1 de tous les tests d’hydrolyse	114
Tableau 2- 9 : Coefficients de diffusion du LU1 à différentes températures.....	116
Tableau 3- 1 : Observations des surfaces du contact de la résine après frottement à 130°C	128
Tableau 3- 2 : Observations des surfaces du contact du LU1 après frottement à différentes températures	133
Tableau 3- 3 : Paramètres de rugosité des surfaces de contact	136
Tableau 3- 4 : Paramètres de rugosité de la plaque acier avant et après polissage	137
Tableau 4- 1 : Paramètres géométriques de la modélisation mécanique pour résine	155
Tableau 4- 2 : Paramètres des modèles analytiques mécaniques pour résine	155
Tableau 4- 3 : Paramètres géométriques de la modélisation mécanique pour composite.....	158
Tableau 4- 4 : Paramètres des modèles analytiques mécaniques pour le composite	158
Tableau 4- 5 : Paramètres de la modélisation thermique	166
Tableau 4- 6 : Conditions initiales de la modélisation thermique	166
Tableau 5- 1 : Paramètres de la plaque en résine à laminer.....	174
Tableau 5- 2 : Paramètres du laminage de la résine.....	176
Tableau 5- 3 : Protocole des essais thermiques de laminage du composite et sa matrice	180
Tableau 5- 4 : Paramètres du laminage de la résine.....	180
Tableau 5- 5 : Paramètres du laminage de la résine	181
Tableau 5- 6 : Paramètres de la plaque en résine à laminer.....	183
Tableau 5- 7 : Paramètres de la plaque en composite à laminer.....	184
Tableau 5- 8 : Paramètres du laminage du composite pour le test thermique	186
Tableau 5- 9 : Paramètres des échantillons en composite à tester mécaniquement.....	188
Tableau 5- 10 : Paramètres du laminage des échantillons vieillis en composite	190
Tableau 5- 11 : Paramètres de calandrage des échantillons en composite vieillis.....	191
Tableau 5- 12 : Paramètres de laminage de la plaque en composite.....	192
Tableau 5- 13 : Paramètres de laminage de la plaque en composite.....	192
Tableau 5- 14 : Paramètres de laminage de la plaque en composite.....	194
Tableau 5- 15 : Paramètres de laminage de la plaque en composite.....	196
Tableau 5- 16 : Paramètres de laminage de la plaque en résine.....	198
Tableau 5- 17 : Paramètres de laminage de la plaque en résine.....	199
Tableau 5- 18 : Paramètres de laminage de la plaque en résine	200
Tableau 5- 19 : Paramètres de laminage de la plaque en résine	200

Liste des annexes

Annexe 2- 1	214
Annexe 3- 1	216
Annexe 3- 2	217
Annexe 4- 1	218
Annexe 4- 2	219

Introduction générale

Le recyclage des déchets composites est un sujet d'actualité de plus en plus important, notamment pour la pérennité de la filière industrielle des composites. Plusieurs entreprises de différents domaines cherchent constamment de nouvelles solutions de recyclage, susceptibles d'économiser le coût de leur recyclage, pour leurs produits en fin de vie mais aussi pour leurs chutes de production. Elles sont ainsi susceptibles d'économiser le coût de leur destruction ou de leur enfouissement. Parmi ces industries, on trouve l'aéronautique, l'automobile, la construction et le nautisme qui utilisent souvent les matériaux composites. En effet, ces matériaux présentent des bonnes performances qui leur permettent d'occuper une part importante du marché mondial de production des matériaux. Leur taux de production est de l'ordre de 18 mégatonnes en 2019 [1]. A l'échelle mondiale, les grands producteurs de composites sont la Chine (28 %), l'Amérique du Nord (26 %) et l'Europe (21 %) [1]. A l'échelle européenne, l'Allemagne et la France sont respectivement le 1^{er} et le 2^{ème} producteur et consommateur de composite, comme la montre figure 1.

Cette importante production génère un grand flux de déchets qui reflète les difficultés du recyclage de ces matériaux.

Les composites polyester renforcés de fibres de verre sont les composites les plus produits au niveau mondial en 2019 [1]. Ce sont donc les composites qui présentent le taux de déchets le plus élevé mais ils soulèvent plusieurs problèmes lors de leur recyclage comme la dégradation des fibres.

Toutes les solutions actuelles : mécaniques, thermiques et chimiques présentent plusieurs inconvénients dont les plus importants sont le coût du procédé (au regard du coût des matières premières) et la dégradation des propriétés des renforts. Le challenge est ainsi de chercher des solutions de recyclage pour ce type de matériaux permettant leur traitement et valorisation en fin de vie ainsi que celui de leurs rebuts de production, d'une manière économique et fiable, en conservant le plus possible de leurs propriétés physiques.

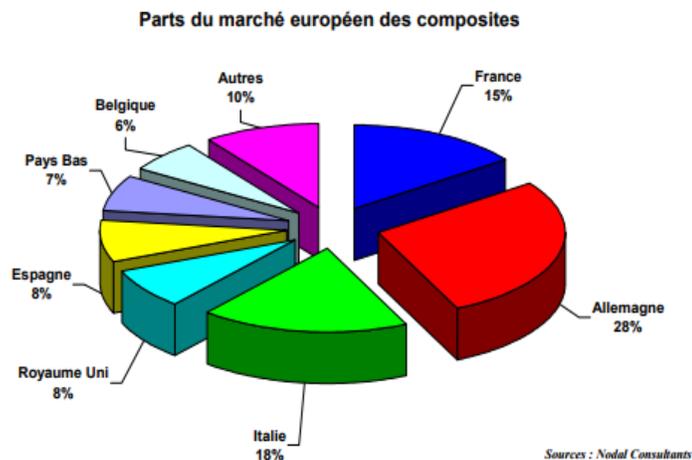


Fig 1 : Répartition du marché européen des composites, en 2000 [2]

Cette thèse s'inscrit dans le cadre du programme CIPITAP [3] qui est un projet de l'Icam dont un des buts est de recycler les déchets composites. Il est en partie financé par les fonds européens FEDER (Fonds européens de développement régional) via la région Pays de la Loire

Nos travaux ont pour objectif de proposer et étudier une nouvelle méthode thermomécanique de recyclage des pièces en composites polyesters renforcés de fibres de verre de grandes dimensions, comme les coques des bateaux et les pales d'éoliennes. Cette alternative est le laminage par une calandre chauffée. C'est la première fois que ce procédé va être appliqué aux composites polyesters renforcés de fibres de verre afin de les mettre en forme à chaud. Ces matériaux sont endommagés par les techniques de recyclage actuellement disponibles, comme le broyage, si une revalorisation sous forme de matériaux est recherchée. Il est donc nécessaire de développer un procédé peu onéreux respectant le plus possible les propriétés du composite. Le laminage est un procédé candidat en raison de son faible coût économique comparativement à d'autres procédés (solvolysé, pyrolyse, broyage).

Ayant remarqué que le module élastique de ces résines polyesters chute fortement (divisé par 10) lorsque la température dépasse 100°C qui représente leur température de transition vitreuse, T_g , et que leur déformation à la rupture augmente fortement également, il est proposé d'étudier leur déformation au moyen d'une calandre dans cette plage de température. Ainsi, une application du laminage en utilisant une calandre chauffée aux composites polyester/fibres de verre aux alentours de leur T_g , pourrait consister à les redresser ou à les dégauchir. Une étude de possibilité d'amincissement des pièces en composite polyester en fibres de verre, dans nos conditions, est également réalisée afin de déterminer si le laminage à chaud permet la réduction de celle-ci.

Au cours de cette étude, nous avons étudié un seul type de composite polyester/fibres de verre qui représente un exemple de l'industrie navale afin d'appliquer cette nouvelle technique de recyclage à un exemple réaliste de composites thermodurcissables. En raison de l'arrivée tardive de la calandre, qui a limité notre évaluation de l'efficacité du laminage du composite, les essais expérimentaux du laminage du composite ne seront que indicatifs.

Ces travaux de thèse ont pour but d'étudier les différents comportements (thermomécanique, tribologique, ...) du composite polyester renforcé de fibres de verre afin de déterminer les conditions optimales de son laminage à chaud avec une calandre. Le procédé sera modélisé thermomécaniquement. Cette modélisation sera par la suite comparée avec les tests expérimentaux. Ainsi, cette thèse se divise en 5 parties.

La première partie consiste à introduire les matériaux composites, en étudiant leur importance dans les industries à l'échelle mondiale et européenne. Une présentation de la problématique du recyclage des composites polyesters renforcés de fibres de verre est ainsi proposée, en précisant les différentes méthodes de recyclage actuellement utilisées et en analysant leurs effets sur ces matériaux.

Ensuite, une introduction au procédé du laminage à chaud est réalisée afin de présenter ses principes, ses propriétés et ses défauts par rapport aux polymères, en mettant l'accent sur les caractéristiques du calandrage et en fixant les paramètres clés de ce procédé par rapport au composite.

Puis, une présentation de la caractérisation thermomécanique, thermochimique et tribologique est proposée afin d'introduire les méthodes utilisées pour la caractérisation du composite.

Enfin, une étude bibliographique de la modélisation mécanique et thermique du laminage sera proposée, en identifiant les méthodes mécaniques et thermiques qui seront utilisées.

La deuxième partie consiste à présenter les protocoles et les résultats de la caractérisation thermomécanique et thermochimique du composite polyester renforcé de fibres de verre. Ainsi, le comportement thermomécanique de ce matériau est analysé dans différentes conditions afin de comprendre sa réponse.

La troisième partie permet d'étudier le comportement tribologique du composite choisi, en analysant son frottement à différentes températures et sous différentes conditions. Le frottement permet d'entraîner le produit à laminer dans la calandre, il est donc un paramètre essentiel du procédé. Ainsi, la deuxième et la troisième parties permettent de déterminer les paramètres du procédé de recyclage.

La quatrième partie présente la modélisation thermomécanique du laminage, en appliquant les différentes méthodes sélectionnées dans le premier chapitre dans les conditions fixées par les différentes caractérisations et en les résolvant à l'aide des paramètres mécaniques, thermiques et tribologiques déterminés précédemment dans ce travail.

La cinquième partie présente les résultats expérimentaux obtenus par le laminage du composite étudié et aussi de sa matrice seule. Une comparaison de ces résultats avec les résultats numériques de la modélisation thermomécanique du quatrième chapitre.

Une étude de l'effet du laminage sur le comportement mécanique du composite est également réalisée au cours de cette partie pour évaluer le comportement et la dégradation du matériau composite avant et après l'application du laminage. Une évaluation des performances du laminage à chaud dans le cas du composite, en tant qu'un procédé de mise en forme, est proposée afin de déterminer si ce procédé permet d'amincir, de gauchir ou de redresser le composite polyester renforcé de fibres de verre et sa matrice.

Chapitre I : Contexte de la thèse : étude bibliographique

I.1-	Introduction	23
I.2-	Généralités sur les composites.....	23
I.2.1-	Définitions.....	23
I.2.1.1-	Matrice.....	24
I.2.1.2-	Renfort	25
I.2.2-	Techniques de mise en œuvre	28
I.3-	Contexte de l'étude.....	29
I.3.1-	Impératif du recyclage de composite	30
I.3.2-	Cadre général réglementaire concernant le recyclage.....	32
I.3.3-	Méthodes de réutilisation et de recyclage des composites.....	33
I.3.3.1-	Le recyclage mécanique	34
I.3.3.2-	Recyclage thermique	35
I.3.3.3-	Recyclage thermochimique	37
I.4-	Objectifs de la thèse.....	37
I.4.1-	Laminage.....	38
I.4.1.1-	Définition.....	38
I.4.1.2-	Propriétés du laminage à chaud	40
I.4.1.3-	Défauts de laminage	40
I.4.2-	Calandrage des élastomères et caractéristiques de la calandre	41
I.4.2.1-	Calandrage des élastomères [22]	41
I.4.2.2-	Caractéristiques de calandre [26]	43
I.5-	Caractérisation thermochimique et thermomécanique	44
I.5.1-	Caractérisation thermochimique	44
I.5.2-	Caractérisation thermomécanique.....	44
I.5.2.1-	Comportement dynamique en fonction de la température.....	44
I.5.2.2-	Etude d'endommagement et de vieillissement de polymères.....	49
<input type="checkbox"/>	Généralités sur l'endommagement	50
<input type="checkbox"/>	Etude du comportement cyclique	52
I.6-	Caractérisation tribologique de composite : étude bibliographique	61
I.6.1-	Généralités de la tribologie de composite	61
I.6.2-	Paramètres influençant la tribologie	64
<input type="checkbox"/>	Influence de la composition du composite	64
<input type="checkbox"/>	Température.....	65
<input type="checkbox"/>	Force normale	66
<input type="checkbox"/>	Vitesse de glissement.....	67

□ Rugosité	69
I.7- Modélisation thermomécanique du laminage : méthodes de résolution	71
I.7.1- Modélisation mécanique	71
□ Méthode de l'énergie de déformation [19]	71
□ Méthode des lignes d'écoulement [19]	71
□ Méthode des bornes supérieures (MBS)	72
□ Méthode des tranches	72
□ Méthode des éléments finis (FEM)	74
□ Conclusion	75
I.7.2- Modélisation thermique	75
I.8- Considérations opérationnelles	78
I.9- Conclusion	78

I.1- Introduction

Le but de ce chapitre est de présenter la problématique de recyclage des composites, en identifiant le type de composite qui présente la quantité de déchets la plus élevée. Ainsi, une introduction des matériaux composites sera faite, en précisant leurs types et leurs propriétés. Par la suite, les principales méthodes de recyclage et leurs limites par rapport au composite identifié seront succinctement présentées.

Enfin, nous clôturerons ce chapitre par l'introduction et la description de la méthode de recyclage qui sera étudiée qui est le laminage avec une calandre chauffée. C'est la première fois que ce procédé sera appliqué aux matériaux composites.

I.2- Généralités sur les composites

I.2.1- Définitions

Un composite est défini comme l'assemblage de deux ou plusieurs matériaux non miscibles dont les propriétés se complètent, en constituant un nouveau matériau. Ce matériau possède plusieurs caractéristiques dont la plus intéressante est le gain de masse apporté, au regard des excellentes caractéristiques mécaniques [4]. De même, ce type de matériau est caractérisé par sa grande résistance à la fatigue et son faible taux de vieillissement sous l'action de l'humidité, de la chaleur et de la corrosion.

Le matériau composite est composé principalement d'une matrice et d'un renfort. La cohésion entre eux est assurée par l'interface qui assure la compatibilité renfort/matrice et la transmission des contraintes de l'un à l'autre sans déplacement relatif.

Des charges et des additifs peuvent être ajoutés au composite sous forme d'éléments fragmentaires, de poudres ou de liquide, pour modifier ou améliorer ses propriétés comme la tenue aux chocs, la résistance aux UV, ...

La figure 1-1 montre un exemple de l'organisation de différents composants de composite.

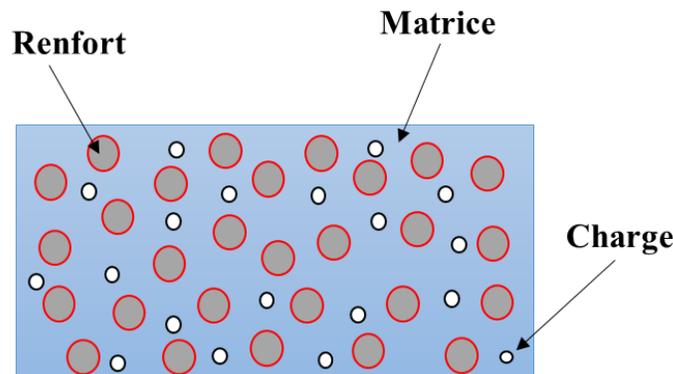


Fig 1- 1 : Représentation schématique d'un composite

I.2.1.1- Matrice

Le rôle de la matrice est de lier les différents composants du renfort et de lui transmettre les contraintes. Elle assure également son maintien sous une forme compacte, en le protégeant de l'environnement.

Il existe deux grandes catégories de matrices qui sont les résines thermodurcissables (TD) et les résines thermoplastiques (TP) [5]. La principale différence entre elles est que, lors de la mise en forme, la transformation est réversible pour la structure des TP formée par des chaînes de polymères indépendantes, c'est-à-dire non connectées par des liaisons chimiques covalentes, alors que la structure tridimensionnelle des TD est obtenue par la formation de liaisons covalentes, la transformation est alors irréversible et la matrice n'est plus alors constituée que d'une seule molécule.

➤ Les résines thermodurcissables

Actuellement, il existe plusieurs types de résines thermodurcissables utilisées dans le monde dont les plus employées, en particulier dans la mise en œuvre dans les industries [6], sont les résines polyesters insaturées et les résines époxydes.

✓ Résines polyesters insaturées

– Structure

La résine polyester insaturée est obtenue par mise en solution dans un solvant réactif, souvent du styrène, de molécules de polyester insaturé. Ces dernières sont obtenues par la polycondensation de l'acide maléique (acide carboxylique insaturé), d'un acide phtalique et d'un polyalcool (éthanediol-1,2). Le taux d'acide maléique permet de contrôler la densité de réticulation de la résine.

Lors de la mise en œuvre sont rajoutés un peroxyde (initiateur de la réaction radicalaire en chaîne entre le styrène et l'acide maléique provoquant la réticulation des chaînes de polyester) et un catalyseur comme les ions de cobalt.

Le taux de styrène a une influence sur la viscosité initiale de la résine et sur ses propriétés finales, par exemple sa fragilité et sa résistance aux produits chimiques [9].

Il existe de nombreuses formules de résine polyester insaturée différentes par les diols, les acides et les concentrations relatives. Toutefois, une première classification se fait sur la nature de l'acide phtalique, **les résines orthophtaliques** et **les résines isophtaliques**.

Les résines polyester orthophtaliques sont les formules les plus courantes de résines polyesters insaturées. Elles sont synthétisées à partir d'anhydrides orthophtaliques (saturés) et maléiques (insaturés). Cette synthèse permet de contrôler le degré de réticulation de résine

Les résines polyester orthophtaliques sont peu onéreuses. Cependant, leurs résistances thermiques et chimiques sont limitées. En effet, elles sont caractérisées par une prise importante en eau. Ce qui rend les composites renforcés de fibres plus réactifs à l'humidité, en affectant

leur durabilité. Elles possèdent aussi un retrait important qui rend le tirage de pièces en moule difficile.

Les résines isophtaliques sont synthétisées à partir d'acide isophtalique. Elles sont plus chères et plus visqueuses que les résines orthophtaliques, elles possèdent une meilleure résistance chimique et à l'hydrolyse.

– **Propriétés**

Les résines polyesters insaturées présentent une bonne rigidité résultant d'un module d'élasticité assez élevé et une bonne tenue chimique [2]. Elles assurent une bonne mouillabilité des fibres. Elles sont faciles à mettre en œuvre et leur polymérisation se fait à la température ambiante. De plus, leur coût de production est faible par rapport à d'autres matériaux comme les résines époxy. Mais, leur tenue en température, inférieure à 120 °C en service continu, est médiocre [6]. Elles sont sensibles à la fissuration et peuvent se dégrader sous l'effet des rayons ultraviolets. Ces résines sont aussi considérées comme inflammables, à cause de la présence du styrène.

Les résines polyester insaturées sont fréquemment utilisées pour la fabrication des bateaux, cuves, éoliennes, ...

✓ **Les résines époxydes**

Ce sont les résines les plus utilisées après les résines polyesters insaturées. Toutefois, elles ne représentent que 5% du marché des composites, à cause de leur prix élevé [5] (de l'ordre de 5 fois le prix des résines polyesters).

Les résines époxydes offrent des bonnes propriétés mécaniques (en traction, flexion, compression, choc, fluage, etc.) qui sont supérieures à celles des polyesters. De plus, elles ont une excellente résistance chimique et une bonne tenue à des températures un peu plus élevées (jusqu'à 160°C) [5].

Malgré leur bonne mouillabilité des renforts, les résines époxydes sont sensibles à la fissuration. Elles possèdent un temps de polymérisation assez long.

➤ **Les résines thermoplastiques**

Les résines thermoplastiques sont des matériaux polymères constitués de macromolécules linéaires qui peuvent se mettre en forme à l'état visqueux à une température supérieure à leur température de transition vitreuse ou de fusion (T_f).

Il existe plusieurs résines thermoplastiques comme : le polychlorure de vinyle (PVC), le polyéthylène (PE), le polypropylène (PP), etc. Sous l'effet de chaleur, elles peuvent être ramollies d'une manière réversible de sorte qu'elles peuvent être extrudées ou coulées dans un moule et qu'elles durcissent à nouveau lors de leur refroidissement.

I.2.1.2- Renfort

Les renforts permettent d'améliorer certaines propriétés physiques comme la résistance à l'abrasion, la contrainte à la rupture... Pour cela, il faut qu'ils possèdent des caractéristiques

mécaniques élevées et une masse volumique faible. Ils doivent également être compatibles avec les résines.

Pour caractériser le composite, la connaissance de la forme, de l'origine, de la disposition, de la taille et de la distribution de son renfort, est nécessaire. En effet, il existe plusieurs origines de renfort, tout dépendant de leurs utilisations. Parmi ces origines, on trouve les fibres : organiques (Kevlar, ...), minérales (verre, carbone, ...), métalliques (alumine, ...), végétales (chanvre, lin, ...), ... Il existe également plusieurs formes de renfort qui sont classées sur la figure 1-2.

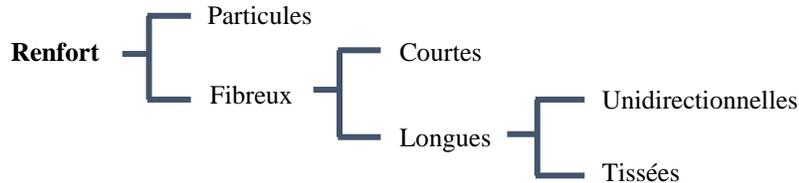


Fig 1- 2 : Classification des renforts selon la forme

– Types de fibres

Il existe plusieurs types de fibres utilisés pour fabriquer les composites. Parmi les fibres les plus exploitées dans l'industrie, on trouve les fibres de verre et de carbone.

• Les fibres de verre

Les fibres de verre sont des filaments de verre. Elles sont élaborées, sous faibles diamètres, à partir d'un verre textile, par fusion directe du mélange des matières premières, à température de 1500°C, à travers une filière en platine, suivie d'un étirage/fibrage à température 1300°C.

Le verre textile est composé essentiellement de silice associée à divers oxydes (alumine, alcalino-terreux). A cause de l'absence de cohésion entre les filaments de verre et de leur sensibilité à l'abrasion, qui conduisent à une détérioration lors des manipulations postérieures au fibrage, il faut faire l'opération d'ensimage à la sortie de la filière afin de remédier à ces défauts. Cette opération consiste à déposer à la surface des filaments de verre un produit d'ensimage de composition complexe, qui permet de protéger les filaments contre l'abrasion, d'établir une certaine cohésion entre les filaments et de favoriser la liaison verre-résine [7].

Les fibres de verre finales possèdent de bonnes caractéristiques mécaniques. Leur coût est faible dû à leur facilité d'élaboration. Elles ont un excellent rapport performance/prix [6]. Ces différentes caractéristiques concurrentielles font d'elles le renfort le plus employé dans les matériaux composites.

Il existe plusieurs types de verre qui se classent selon leur domaine d'application. On trouve par exemple :

- Fibres de verre de type E : les plus utilisés pour les applications courantes
- Fibres de verre de type R : employées pour les composites hautes performances
- Fibres de verre de type D : utilisées pour la fabrication de circuits imprimés (propriétés diélectriques)

- **Les fibres de carbone**

Les fibres de carbone ont un arrangement atomique défini par la structure hexagonale du graphite. Les atomes de carbone sont ainsi disposés en réseaux hexagonaux situés sur les plans parallèles. Ces fibres présentent une faible densité et une résistance élevée à la traction et à la compression. Elles ont une bonne flexibilité et une bonne conductivité électrique et thermique. Mais leur résistance aux chocs est limitée et leur prix est plus élevé que celui des fibres de verre.

- **Structures des renforts**

Les renforts fibreux sont la structure du renfort la plus utilisée actuellement dans l'industrie des composites qui cherche une masse minimale, en assurant la résistance et la rigidité requises. Il y a principalement deux structures de renfort qui sont :

- **la forme linéique** : ce sont des fibres de diamètres de l'ordre de quelques micromètres. Elles sont assemblées en des fils ou en des mèches de différentes formes (figure 1-3/a).
- **les formes ou tissus surfaciques (2D)** : ce sont des formes surfaciques de types tissus, mats ou rubans, principalement développés dans les fibres de verre. Ce type de forme est à la base une structure bidirectionnelle (2D) qui est utilisée pour les pièces de forme (plaque ou coque).

Pour les mats : ce sont des nappes de filaments, de fibres discontinues, disposés sans orientation préférentielle (figure 1-3/c). Cette absence d'orientation rend les matériaux déformables, quasi-isotropes dans leur plan et peu coûteux. Mais ils ont des propriétés mécaniques moindres que celles des tissés ou des unidirectionnels.

Pour les tissus : ils sont réalisés sur des métiers à tisser par entrecroisement des mèches selon deux directions perpendiculaires : chaîne et trame (figure 1-3/b). Ils peuvent avoir différentes structures de tissage : la toile, le taffetas, le sergé et le satin (figure 1-4). Cette armure sert à contrôler la rigidité du tissu.

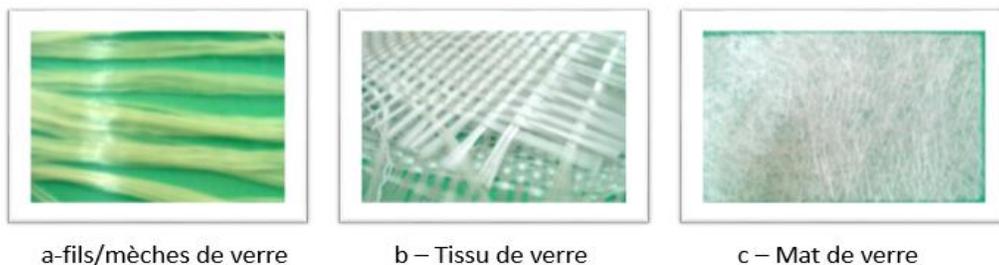


Fig 1- 3 : Formes réelles de renforts à base de fibres de verre [6]

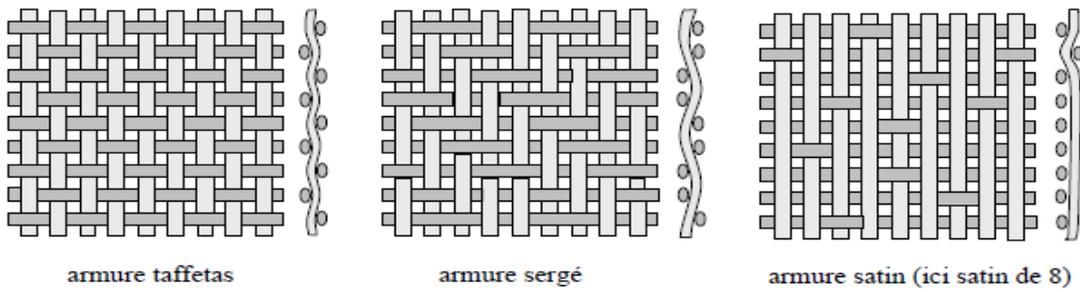


Fig 1- 4 : Les principaux types d'armures des tissus [6]

I.2.2- Techniques de mise en œuvre

Les procédés de fabrication des composites ont généralement une influence sur les caractéristiques finales du produit fini. Ces procédés sont développés pour répondre aux besoins industriels. Leur choix dépend essentiellement du nombre de production des produits et des propriétés mécaniques et géométriques demandées.

Parmi ces procédés, on peut citer : le moulage au contact et l'infusion. Ces deux techniques sont les plus utilisées pour la fabrication des bateaux et des pales d'éoliennes [8].

- **Moulage au contact** : il nécessite l'utilisation d'un moule pour l'obtention d'un stratifié. Ses étapes sont :
 - * application d'un agent démoulant (cire) pour faciliter le démoulage et obtenir une surface finale lisse.
 - * application d'une couche de gel coat qui sert à fournir une haute finition et une protection de la surface visible du composite.
 - * dépose d'une couche du renfort désiré, suivie par une couche de résine et ainsi de suite jusqu'à la fin des couches de renfort. Pour chaque couche déposée manuellement, on l'imprègne de résine par un pinceau et un rouleau débulleur jusqu'à obtention de l'épaisseur finale désirée.
 - * démoulage de la pièce après le durcissement de la résine (polymérisation)

Cette méthode est facile à mettre en œuvre, ce qui rend son coût relativement faible. Elle permet la fabrication des pièces de très grandes dimensions.

Cependant cette technique ne permet d'obtenir qu'une seule surface lisse (gel-coatée). On ne peut pas l'utiliser pour la production en grandes séries à cause du facteur humain qui limite la cadence de production. L'épaisseur finale du produit n'est pas uniforme. Ses caractéristiques mécaniques sont bonnes à moyennes, tout dépend de la résine employée, des conditions de travail et du soin des opérateurs comme le respect de la température, de l'humidité...

- **L'infusion** : elle permet de mettre sous vide dans un moule ou sur une plaque fermée par une bâche, des renforts secs qui sont imprégnés par la suite de résine qui est poussée par la pression

du pot de transfert. Cette technologie autorise la réalisation de pièces monolithiques (faible et forte épaisseur) et de pièces sandwichs.

Les avantages de l'infusion par rapport au moulage au contact sont :

- qualité plus élevée de la pièce finale (réduction de taux de porosité)
- consommation de résine moindre, d'où un taux de fibres supérieur, donc un meilleur rapport résistance/poids.
- diminution du taux de vapeur de styrène
- réalisation de pièces de grande taille en "one Shot"

Cependant, il y a le risque de fuites si l'étanchéité est imparfaite dans la pose des constituants (mécaniques et autres) et dans le protocole d'infusion (avec deux ou trois points d'injection). Aussi, ce procédé de fabrication de composite est plus cher que le moulage au contact à cause des matériels utilisés.

En conclusion, cette première partie a montré qu'il existe plusieurs types de composites employés dans l'industrie, tels que les composites thermodurcissables et les composites thermoplastiques. Ainsi, une étude du marché des composites est nécessaire afin de déterminer quel type de composite est le plus utilisé dans l'industrie et quel type de composite présente la quantité de déchets la plus élevée qui n'est pas recyclée. La partie suivante permet de déterminer ces composites en mettant en avant les difficultés qu'ils rencontrent lors de leur recyclage.

I.3-Contexte de l'étude

Actuellement, plusieurs secteurs industriels utilisent les composites pour la fabrication de leurs produits comme les bateaux, les pales d'éoliennes, etc. Ces composites sont principalement les composites thermodurcissables renforcés de fibres de verre [1]. En 2010, les matrices thermodurcissables, principalement les résines en polyester, sont les plus produites avec un pourcentage de 95% contre les matrices thermoplastiques (5%). Au niveau du renfort, les fibres de verre sont les plus produites comme la figure 1-5 indique.

En 2019, ces composites polyester/fibres de verre restent les composites les plus utilisés dans le monde (figure 1-6) mais avec un taux inférieur à celui de 2010.

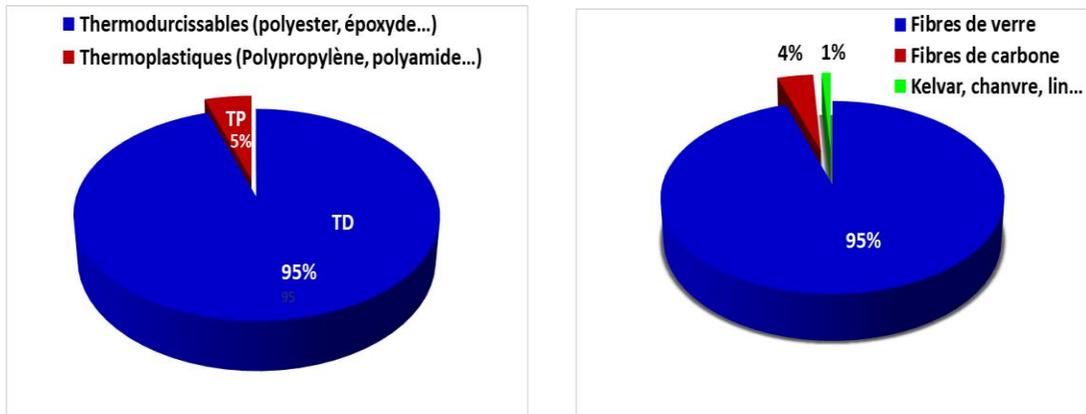


Fig 1- 5 : a) Pourcentage des matrices des composites et b) Pourcentage des renforts des composites en 2010 [9]

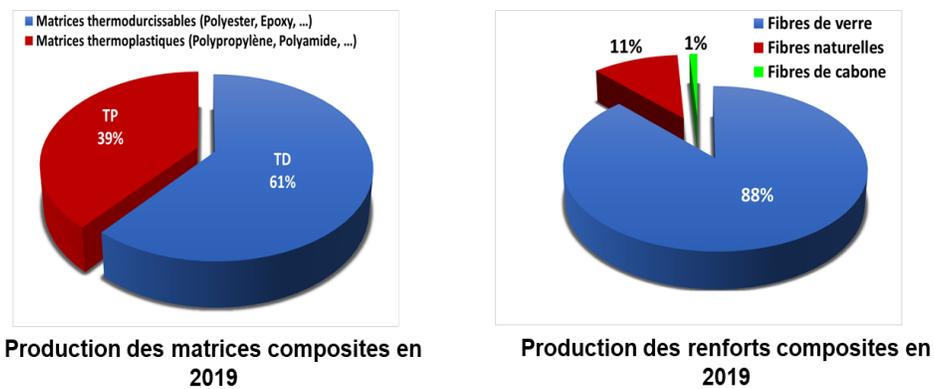


Fig 1- 6 : Nature de matrice et de renfort des composites les plus produits en 2019 [1]

I.3.1- Impératif du recyclage de composite

Selon Planétoscope [11], le taux de production des matériaux composites augmentant annuellement de 7,7%. Une augmentation de la quantité de déchets similaire est observée. Ces déchets se divisent en deux grandes familles (figure 1-7) : les déchets en fin de vie et les déchets de production.

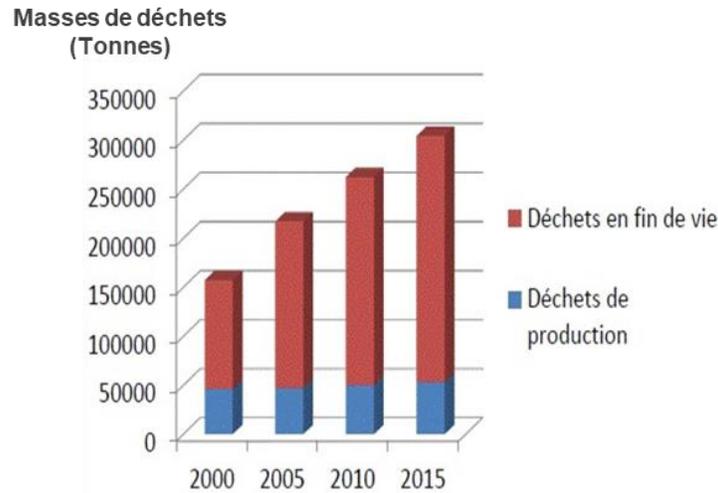


Fig 1- 7 : Masse totale des déchets produits en Europe sur la période 2000-2015 [10]

La figure 1-8 montre qu'en 2015, la quantité de déchets de composites en fin de vie est supérieure à celle de leurs chutes de production. Mais, à cause de la difficulté de collecter des informations sur le volume des déchets, sa quantification n'a pas fait l'objet d'une étude complète.

Toutefois, selon l'European Commission Eurostat (EEC) [12], il y a quelques estimations des volumes de déchets à traiter comme les rebuts de production et les produits en fin de vie (avec une perspective de croissance forte (multiplication par 4 d'ici à 2025) du fait de la fin de vie des bateaux de plaisance, du remplacement de pales des premières éoliennes et de la fin de vie des avions constitués pour partie de composites, sans oublier la croissance continue de la part des composites dans l'automobile.

En conclusion, les matériaux composites produisent une quantité de déchets qui augmente régulièrement. Une identification du type de composite présentant le plus grand volume de déchets actuellement non recyclés, est nécessaire.

Selon le marché mondial des composites, les composites polyesters en fibres de verre sont les composites les plus produits et les plus utilisés actuellement dans l'industrie.

En France, la masse des déchets des composites produite est de l'ordre de 30000 tonnes/an [10]. Ces déchets sont principalement de type composite polyester en fibre de verre, comme la figure 1-8 nous le montre. La présentation des méthodes de revalorisation actuellement disponibles (paragraphe I.3.3) montrera que des solutions technologiques existent mais ne sont pas économiquement viables. Donc, le challenge est de trouver une solution de recyclage facile, pratique, économique et rentable pour recycler ce type de déchets de composites.

Pour guider le recyclage, quelques législations existent pour conduire et contrôler l'arrangement économique, elles font l'objet du paragraphe suivant [16].

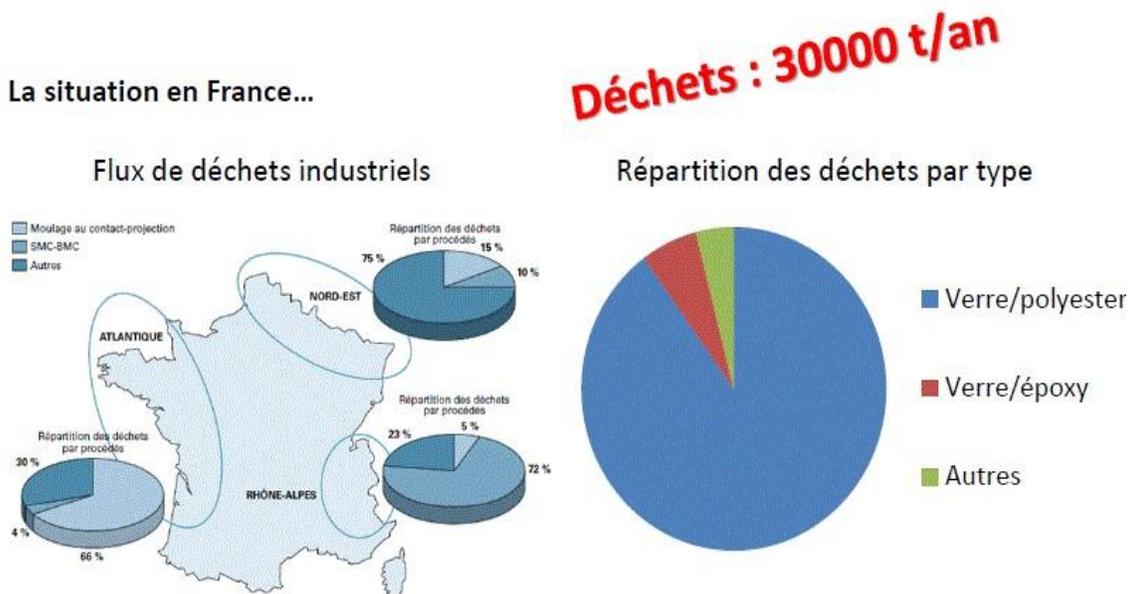


Fig 1- 8 : Répartition des déchets en France en 2015 [10]

I.3.2- Cadre général réglementaire concernant le recyclage

Les solutions industrielles adaptées pour traiter les rebuts de production et les produits en fin de vie doivent respecter le cadre réglementaire

Pour le traitement des déchets dans la Communauté Européenne, la directive 2008/98/CE du parlement européen a établi un cadre juridique. Elle a pour but de protéger l'environnement et la santé humaine par la prévention des effets nuisibles de la production et de la gestion des déchets. Elle propose une hiérarchie de gestion.

Cette hiérarchie a été transposée en droit français par l'Ordonnance n° 2010-1579 du 17 décembre 2010. L'Article L.541 -1 stipule :

- en priorités, prévenir et réduire la production et la nocivité des déchets, notamment en agissant sur la conception, la fabrication et la distribution des substances et des produits et en favorisant le réemploi ainsi que la diminution des incidences globales de l'utilisation des ressources et d'en améliorer l'efficacité lors de leur utilisation.
- mettre en œuvre une hiérarchie des modes de traitement des déchets consistant à privilégier dans l'ordre : 1- la préparation en vue de la réutilisation, 2- le recyclage, 3- toute autre valorisation, notamment énergétique, 4- l'élimination.

La figure 1-9 montre les étapes générales réglementaires du recyclage et la hiérarchie du traitement des déchets.

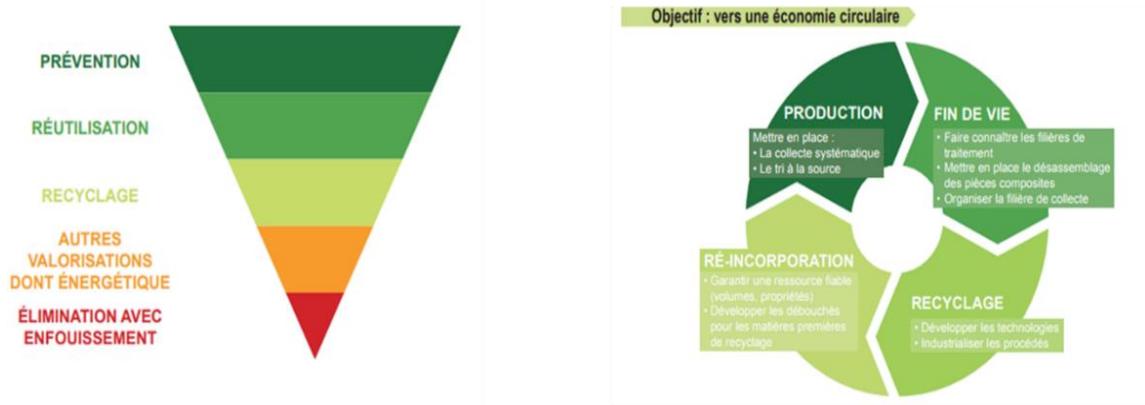


Fig 1- 9 : Hiérarchisation et enjeux du recyclage [13]

L’alternative de recyclage des composites polyesters renforcés de fibres de verre proposée au cours de nos travaux : le laminage avec une calandre chauffée, se situe entre la réutilisation et le recyclage des déchets de ces composites pour une nouvelle application. Notre nouvelle méthode respecte alors le cadre général réglementaire du recyclage.

Néanmoins, il existe d’autres solutions de recyclage qui respectent dans le cadre législatif, utilisées actuellement pour éliminer et valoriser les déchets des composites. Elles seront détaillées dans la partie suivante.

I.3.3- Méthodes de réutilisation et de recyclage des composites

L’élimination et la valorisation des déchets des composites polyesters renforcés de fibres de verre se font soit par **la mise en décharge** ou bien par **le recyclage**.

La mise en décharge n’est pas une solution pratique pour les déchets des composites. En effet, actuellement, il y a une tendance à l’interdiction de la mise en décharge des déchets non ultimes. Selon la loi 1975 [14], un déchet ultime est un déchet qui n’est plus susceptible d’être traité dans les conditions techniques et économiques. Les déchets de composites polyester ne sont pas légalement considérés comme des déchets ultimes. Cependant, l’absence de solutions industrielles suffisantes conduit à la mise en décharge de 90% des déchets de composite [10]. Donc, ces déchets demandent une vraie solution de traitement afin de réduire leur taux de mise en décharge.

Méthodes de recyclage : il existe différentes solutions techniques de recyclage des composites permettant la valorisation et le traitement des déchets de ces matériaux, en garantissant de valorisation matière et énergétique. La figure 1-10 montre les principales méthodes de recyclage de matériaux composites.

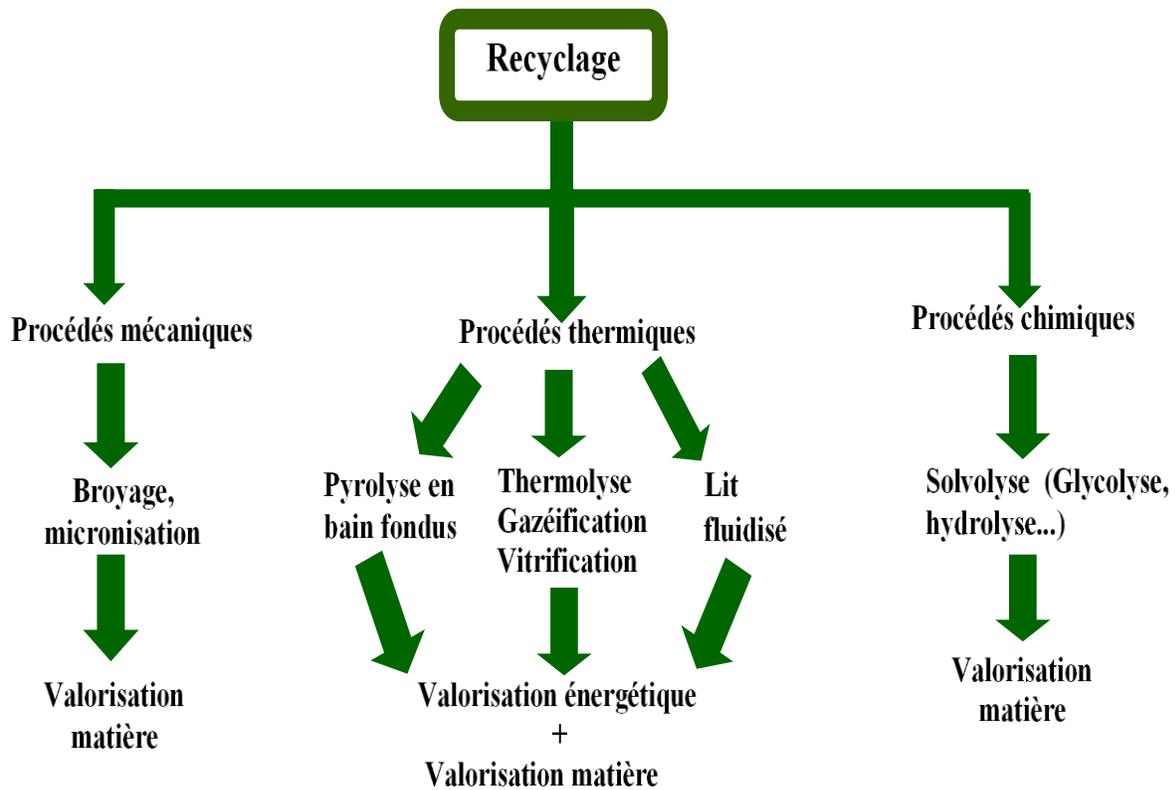


Fig 1- 10 : Méthodes de recyclage de composites

I.3.3.1- Le recyclage mécanique

Le recyclage mécanique des composites consiste à broyer les déchets composites. Ce broyage se fait principalement pour les composites thermodurcissables renforcés de fibres de verre. Il permet de réduire la taille de déchets et de les transformer en des nouveaux produits pour des nouvelles applications [8]. La figure 1-11 montre les différentes étapes du broyage :

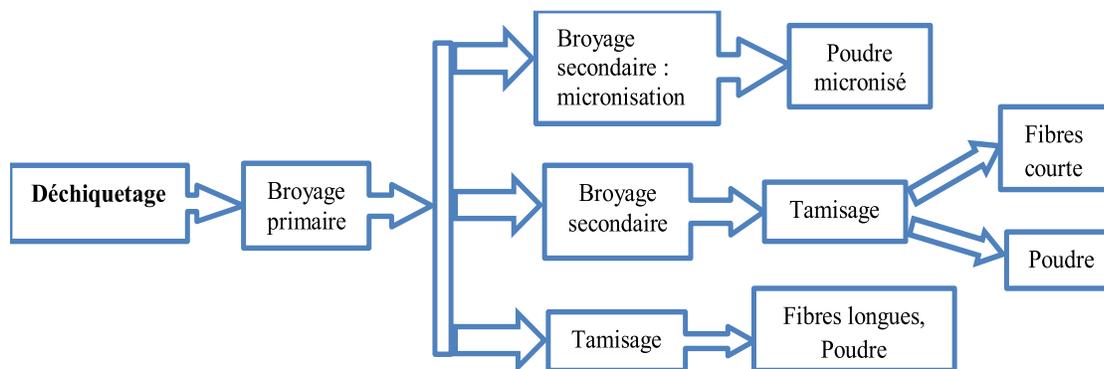


Fig 1- 11 : Etapes du broyage

Le broyage dégrade les caractéristiques mécaniques des composites qui ne peuvent pas être réutilisés pour l'application initiale.

La séparation des composants est difficile et les charges récupérées, par exemple dans le cas du broyage des composites renforcés de fibres de verre, ne peuvent actuellement pas être utilisées économiquement car les charges vierges comme le carbonate de calcium et la silice sont initialement disponibles à très faible prix [15]. De plus l'adhésion entre le broyat de composite et la nouvelle résine est médiocre, l'essentiel des fonctions chimiques du broyat utiles à la réticulation et à l'adhésion sur les fibres, ayant réagi lors de la première mise en œuvre, ne sont plus disponibles lors de l'étape de recyclage.

De plus, ce procédé est coûteux, de l'ordre de 450 euros/tonne à comparer au coût d'une incinération en cimenterie de 150 euros/tonnes [16].

Ainsi, le broyage n'est pas une solution envisageable pour le recyclage des composites polyester/fibres de verre. Ce procédé n'est également pas recommandé pour traiter les déchets de composites en fin de vie [15] qui représentent généralement un volume supérieur à celui des chutes de production (paragraphe I.3.1).

I.3.3.2- Recyclage thermique

C'est le procédé le plus utilisé pour le recyclage des composites [17]. Il permet de transformer les déchets en énergie et/ou en matériaux, en appliquant soit la combustion, soit la pyrolyse. Plusieurs techniques de thermolyse présentent une valorisation énergétique associée à une valorisation matière des fibres qui peuvent être utilisées pour une nouvelle application.

✓ L'incinération

L'incinération permet d'éliminer les déchets de ce type de composite par combustion avec excès d'air, à une température supérieure à 850°C. Une bonne combustion nécessite un broyage préalable du composite. La valorisation obtenue, uniquement énergétique, est médiocre.

✓ La thermolyse

Il existe plusieurs types de la thermolyse comme :

- **la thermolyse à lit fixe** : c'est un procédé de traitement thermique des déchets organiques à une température élevée et en absence d'oxygène. Les déchets sont introduits dans un four hermétique chauffé entre 450°C et 750°C [18].
A l'absence de l'air et sous l'effet de chaleur, les déchets se décomposent en deux phases : gaz et résidu solide. Les produits finaux ne contiennent ni dioxines, ni métaux lourds. La phase gaz sert souvent à maintenir le niveau thermique du four.
Les résidus solides obtenus à la fin sont valorisables sous forme matière.
- **la thermolyse en bains fondus** : c'est un procédé de thermolyse dont le bain sels fondus est le milieu réactionnel. Il permet d'améliorer le rendement énergétique du recyclage. Il peut obtenir des produits pétrochimiques de valeur ajoutée intéressante [18].

- **la thermolyse à lit fluidisé** : ce procédé de recyclage est applicable pour recycler les composites à base thermodurcissables renforcés par des fibres de verre [15]. Il permet de traiter ces composites quel que soit leur état : pré ou post-consommation.

Il se base sur la pyrolyse utilisant un lit de sable de silice par exemple, fluidisé par l'air chaud. Il se fait dans des conditions oxydantes. Il permet un chauffage rapide des matériaux et libère les fibres par pyrolyse de la résine. Ainsi, une petite quantité d'oxygène est nécessaire pour minimiser la formation de charbon, au risque de dégrader le renfort s'il s'agit de carbone.

On obtient à la fin de ce procédé du gaz et des fibres. Le gaz dégagé de dégradation de la fraction organique de la résine est mis dans une chambre de combustion secondaire à environ 1000°C pour produire un gaz de combustion propre (pour la récupération d'énergie) [15].

Généralement, cette technique ne permet pas la récupération de produits de la résine en dehors des gaz [15]. Ainsi, la thermolyse ne permet pas la récupération des constituants d'origine de la résine pour une réutilisation afin de fabriquer une nouvelle résine. D'autre part, les températures de traitement qui sont assez élevées (comprises entre 450°C et 750°C), affectent les fibres, en dégradant leurs propriétés. Car les fibres souffrent de la haute température. Dans le cas de fibres de verre, ce traitement les dégrade d'au moins 50% et il les rend même non réutilisables [15]. Finalement, la thermolyse n'est pas la meilleure solution pour valoriser les déchets de composites polyesters/fibres de verre.

✓ **La pyrolyse**

Cette technique peut se réaliser en absence ou en présence d'oxygène et plus récemment en présence de vapeur [15]. La séparation de la matrice du renfort se fait par la dégradation de la matrice produit d'huile, des gaz et des solides produits (fibres, éventuellement charges et omble).

Au cours de ces techniques, la résine est volatilisée en molécules de plus faible poids en produisant principalement des gaz comme le dioxyde de carbone, l'hydrogène et le méthane et aussi du charbon.

Les fibres sont finalement contaminées par ce charbon et nécessitent un post-traitement dans un four à 450°C, au moins, pour les brûler. Par conséquent, les fibres de verre souffrent de hautes températures de deux traitements successifs et leurs propriétés mécaniques chutent considérablement autant que la température minimale du procédé est de 450 °C. Elles deviennent inutilisables comme conséquence.

Donc, la pyrolyse n'est pas une solution pratique pour traiter les déchets de composites thermodurcissables renforcés de fibres de verre car elle dégrade les fibres de verre en les rendant non réutilisables à cause des hautes températures de ses deux traitements successifs. De même, c'est une technique coûteuse. Elle n'est pas une solution économique comparant à la mise de décharge qui reste toujours une option [15].

I.3.3.3- Recyclage thermochimique

Le recyclage thermochimique des composites se fait principalement par la technique de solvolyse. Elle permet de casser les liaisons dans les polymères grâce aux solvants pour former des monomères solubles dans le solvant. Ces complexes moléculaires sont réutilisables dans la fabrication des résines [15]. Les produits finaux peuvent aussi réutiliser comme matière première dans les industries chimique et pétrolière.

La solvolyse s'effectue à une température supérieure à 250°C, fonction du type de résine. Cette température pilote aussi la cinétique de réaction, d'autant plus rapide que la température est élevée.

Il y a plusieurs types de solvolyse dépendant du solvant utilisé comme l'hydrolyse où l'eau est le solvant.

L'inconvénient majeur de ce procédé est la dégradation importante des propriétés mécaniques de fibres de verre, de l'ordre de 50% à 250°C, ce qui les rend pratiquement inutilisables. De plus, les équipements utilisés sont très chers à cause des conditions sévères de cette technique comme la température et la pression. Par exemple, dans des conditions supercritiques où l'eau est le solvant, les réacteurs peuvent devenir coûteux. Ils doivent, en effet, résister à des températures et des pressions élevées, ainsi qu'à la corrosion due aux propriétés modifiées des solvants [15].

Un autre problème de la solvolyse est la pollution parce que les catalyseurs et les solvants utilisés peuvent être toxiques. Leur séparation est difficile, ce qui rend leur réutilisation difficile comme conséquence [15].

Cette méthode de recyclage est difficile à appliquer aux déchets de composites polyesters renforcés de fibres de verre. Car les réseaux réticulés de ces composites empêchent la pénétration et la diffusion du solvant à leurs cœurs. Ce qui complique la mise en œuvre de la solvolyse de ce type de composite [15].

Finalement, l'étude de différentes méthodes de recyclage quelles que soient les techniques mécaniques, thermiques ou thermochimiques, nous a montré qu'elles fonctionnent techniquement mais ne sont pas économiquement viables pour traiter les déchets de composites polyesters/fibres de verre. Ce qui nous a motivé pour chercher une autre technique de recyclage qui permet de valoriser ces déchets en conservant les propriétés mécaniques des fibres de verre, à bas coût. La description de cette méthode alternative de recyclage de composites polyesters/fibres de verre sera détaillée dans le paragraphe suivant.

I.4-Objectifs de la thèse

Vu l'inefficacité des différentes solutions de recyclage présentées précédemment, l'objectif principal de cette thèse est de proposer une solution alternative pour le recyclage des déchets de composites à matrices polyesters insaturées en fibres de verre. Cette méthode devrait éviter le broyage qui est une étape assez coûteuse à cause de l'usure des couteaux. Elle est généralement adaptée aux pièces de grandes tailles (coques de bateaux, pales d'éoliennes), viser une

revalorisation matière et être économique et environnementalement peu impactante. Une observation complémentaire a guidé le choix technique, l'observation de l'existence d'une transition vitreuse de la matrice aux environs de 100°C. Cette nouvelle méthode est une technique thermo-mécanique qui peut être utilisable pour le recyclage des déchets de composites thermodurcissables et de composites thermoplastiques. Elle s'agit du laminage avec une calandre chauffée. Ce procédé peut être appliqué aux déchets en fin de vie de grandes dimensions comme les coques des bateaux, ou aux chutes de production. Différents aspects seront étudiés comme la modification de la forme ou de l'épaisseur.

Une étude de comportement mécanique du composite est nécessaire avant de commencer son recyclage afin de comprendre sa réponse. En effet, ce composite est composé de résine polyester qui présente un comportement quasi-élastique à la température ambiante, viscoélastique au niveau de la transition vitreuse et de fibres de verre qui sont caractérisées par un comportement purement élastique. Ainsi, le comportement du matériau composite peut être un comportement purement élastique, viscoélastique, pseudoplastique (résine hydrolysée, à forte température), plastique ou visco-élastoplastique, tout dépend de la température, de la vitesse de déformation et de taux de déformation (dynamique ou statique).

La première étape de cette étude est la caractérisation mécanique à différentes températures pour identifier son comportement mécanique dynamique et statique. Des essais mécaniques comme la traction et la flexion trois points, statiques et dynamiques, la relaxation des contraintes à différentes températures, permettent une première approche de la détermination des propriétés mécaniques et le comportement thermomécanique de ce composite. Une loi mécanique peut alors être identifiée grâce à cette caractérisation. Elle permet de comprendre le comportement du composite au cours du laminage, déterminer les conditions du laminage et modéliser numériquement ce procédé.

La modification de la géométrie de la pièce demande plusieurs propriétés au matériau étudié :

- une déformation à la rupture suffisante
- une minimisation de l'effet mémoire soit par la présence de plasticité, soit par l'utilisation de températures différentes qui permettent une déformation et, après refroidissement, une rétention de la nouvelle forme. Les temps caractéristiques du procédé et du matériau sont à comparer.

Ainsi, le challenge est d'essayer de les laminer à une température alentour de leur température de transition vitreuse, T_g , avec une calandre chauffée, en déterminant les conditions optimales de leur laminage.

I.4.1- Laminage

I.4.1.1- Définition

Le laminage est un procédé de mise en forme. Il permet de réduire l'épaisseur de matériau, en le déformant entre deux cylindres tournants dans le sens opposé (figure 1-12). Cette déformation est obtenue par la compression et le cisaillement lors de son passage entre les cylindres. Dans

le cas d'un métal, ce procédé est appelé laminage et il est représenté par une loi de comportement élastoplastique. Dans le cas d'un élastomère, il est appelé calandrage et il est représenté par une loi pseudoplastique.

Du point de vue mécanique, ce procédé est une opération qui met en œuvre des forces, des puissances et des masses pour l'obtention de la géométrie adéquate pour le produit final. Les cylindres de laminage sont généralement fabriqués en fonte car ils offrent une meilleure résistance à la rupture en compression.

Il existe deux catégories de laminage : **laminage symétrique** et **laminage asymétrique**. En effet, dans le cas du laminage symétrique, les cylindres possèdent le même rayon, la même vitesse de rotation et les mêmes propriétés mécaniques alors que dans le cas du laminage asymétrique, ils présentent au moins un paramètre différent comme la vitesse de rotation, rayon, ...

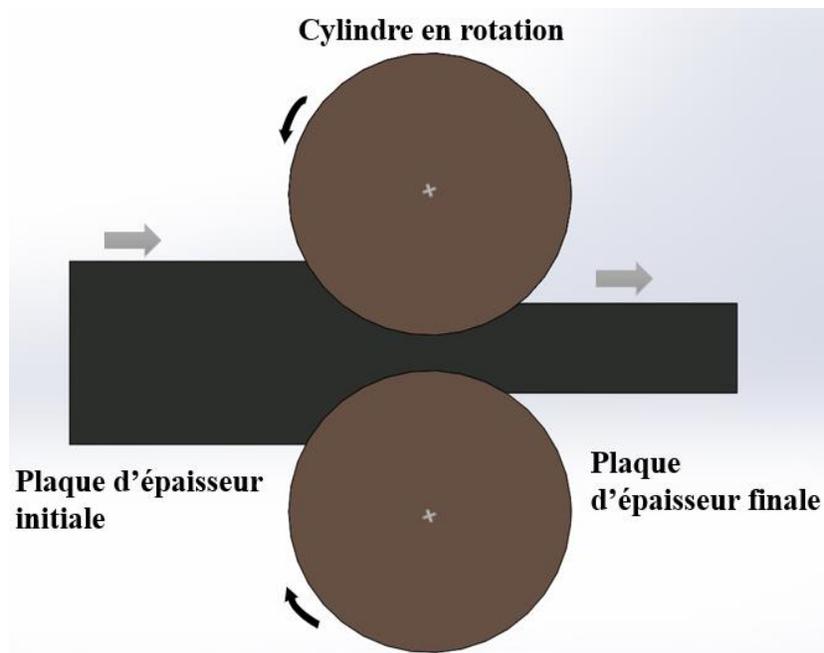


Fig 1- 12 : Schéma explicatif du laminage

Généralement, le laminage peut se réaliser à température ambiante ou à haute température. On parle alors du **laminage à froid** et du **laminage à chaud**.

Le laminage à froid permet, par écrouissage des métaux, d'accroître la limite élastique du matériau, sa résistance à la rupture et sa dureté. Mais, il dégrade sa ductilité. Il provoque un écrouissage local qui peut entraîner un dépassement des capacités de puissance du système de laminage à froid.

Au cours de ce dernier, il y a lieu d'effectuer un traitement thermique afin de restaurer la structure et éviter la rupture par endommagement. Ainsi, ce type de laminage permet d'obtenir des tolérances serrées et un bon état de surface.

Le laminage à chaud permet d'atteindre de fortes déformations du matériau en ajustant les propriétés métallurgiques du produit final. Ce type de laminage est adapté pour des produits épais et massifs car la plasticité des métaux est plus importante à hautes températures à cause de la mobilité des dislocations [19].

I.4.1.2- Propriétés du laminage à chaud

Avant le laminage, une phase de réchauffage est nécessaire pour augmenter la ductilité du matériau afin de faciliter sa mise en forme.

Dans le cas des aciers, le phénomène le plus observé est la recristallisation. La recristallisation est considérée comme le mécanisme le plus efficace pour la déformation du matériau [20]. En général, il y a la recristallisation dynamique qui est générée au cours de la déformation lorsque la température du matériau à laminer le permet et avant que son épaisseur ne soit inférieure à sa valeur de sortie de laminoir. Cette recristallisation est une modification métallurgique au cours de la déformation, due à l'écroutissage. Dans ce cas, les produits laminés sont moins durs que les produits laminés à froid avant le traitement thermique.

Généralement, le laminage à chaud améliore les caractéristiques mécaniques dans le sens de l'étirement (sens de laminage) [21]. Le composite à matrice polyester, amorphe, ne présente pas de recristallisation. Toutefois, les paramètres thermomécaniques influençant d'une façon significative le laminage à chaud, sont la température et le coefficient de frottement conditionnant la force d'entraînement du matériau entre les cylindres et l'effort d'écartement des cylindres. La maîtrise de ces paramètres permet d'éviter les défauts engendrés par le laminage. Ces défauts seront présentés dans la suite.

I.4.1.3- Défauts de laminage

Il existe plusieurs natures de défauts de laminage comme des :

- défauts géométriques : à cause de la rigidité finie des cylindres, ils se déforment élastiquement sous les efforts de laminage appliqués qui vont modifier la géométrie des produits, en générant des problèmes de profil et de planéité. Les transferts thermiques interviennent également dans la formation d'un bombé thermique des cylindres.
- défauts métallurgiques : ils dépendent principalement du matériau utilisé. Ils sont marqués par des porosités et des fissures montrant l'endommagement du matériau laminé.
- défauts de surface : parmi ces défauts, on trouve la corrosion et les défauts de rugosités.

Dans notre cas, le laminage du composite polyester renforcé de fibres de verre, les seuls défauts qui peuvent nous concerner, sont les défauts géométriques et la création de fissures.

I.4.2- Calandrage des élastomères et caractéristiques de la calandre

I.4.2.1- Calandrage des élastomères [22]

Les élastomères sont des polymères dont la température de transition vitreuse est inférieure à la température ambiante. Ils sont constitués de longues chaînes moléculaires qui sont réticulées dans la plupart de leurs utilisations. La longueur des chaînes permet d'obtenir un module élastique de l'ordre du MPa sur une large plage de température (typiquement sur un intervalle de 200 à 300°C au-dessus de la transition vitreuse). Leur mise en forme (élastomères naturels ou synthétiques) est généralement facile car ils possèdent un faible module d'élasticité à température ambiante.

Parmi les procédés de mise en forme, on trouve le calandrage qui conduit dans le cas des élastomères à obtenir des produits semi-finis qui seront vulcanisés après.

Dans le cas du caoutchouc, le calandrage consiste à déposer le caoutchouc sur un support ou dans un moule afin de fabriquer des feuilles de faible épaisseur (3 mm maximum). Ces feuilles sont utilisées après pour la fabrication des composites en les recouvrant par des textiles ou des fils métalliques.

Généralement, la première étape de fabrication des pièces en élastomères par calandrage est le mélangeage (ou malaxage) car les élastomères ne peuvent pas être utilisés dans leur état brut. Donc, avant leur mise en œuvre, des ingrédients y sont ajoutés afin de donner les propriétés désirées au produit final. Dans ce mélange, on trouve, l'élastomère, des charges, des plastifiants, des agents de protection, Ainsi, cette étape permet d'homogénéiser les divers ingrédients ajoutés à l'élastomère. Lors du mélangeage, et parfois dans une étape préalable à celui-ci, se produit une « plastification » de l'élastomère. En effet, la plastification des élastomères est obtenue via deux mécanismes de dégradation :

- **une dégradation mécanique à basse température** : la rupture des chaînes se produit sous l'action de contraintes sans que les macromolécules n'aient le temps de relaxer formant des plus petites molécules comme conséquence. Le taux de scission dépend des contraintes de cisaillement, d'élongation, de la nature du polymère et de la température. En effet, lorsque la température augmente, les chaînes de polymères sont plus mobiles et les temps de relaxation diminuent provoquant une diminution de la dégradation mécanique.
- **une thermo-oxydation à haute température** : dans ce cas, la thermo-oxydation est la rupture des chaînes par une réaction chimique d'oxydation.

Pour les matériaux composites, le calandrage est un procédé industriel employé principalement pour des composites de fibres discontinues (mats), généralement des fibres de carbone avec une matrice thermoplastique comme le polypropylène [23]. Il implique l'extrusion d'un mélange sec de granulés ou de poudre de polymère et de fibres coupées qui sont ensuite granulés et moulés par le moule d'injection ou de compression.

Néanmoins, ce procédé du traitement des composites reste limité car il est confronté à des nombreuses difficultés comme la limite de la fraction volumique de fibres dans le composite et des difficultés d'alimentation du mélange sec de fibres et de matrice. Mais, le problème le plus important de la mise en forme de ces matériaux est la rupture significative des fibres, due à des contraintes de cisaillement élevées conduisant à des propriétés mécaniques plus faibles. Pour cela, il existe peu de travaux qui étudient le calandrage des fibres dans une matrice polymère thermoplastique pour produire des composites, comme les travaux de [S. Lukubira & A. Ogale] [23], [J. Wang, Z. Du, T. Lian][24] et [A. Jiménez-Suárez, M. Campo, M. Sánchez, C. Romón, A. Ureña][25]. Tous ces travaux permettent d'identifier les caractéristiques du calandrage de composite. En effet, dans les travaux de [S. Lukubira & A. Ogale] [23], ils étaient intéressés par le calandrage des composites polypropylène-fibres de carbone (fibres courtes + granulats de polypropylène (PP)) pour produire des feuilles de ce composite, en le passant dans son état fondu entre deux cylindres. Ils ont trouvé que le calandrage multi passes distribue et disperse efficacement les fibres de carbone dans tout le laminoir, avec une orientation de fibres préférée dans le sens du calandrage.

Dans leurs travaux, J. Wang, Z. Du, T. Lian [24], ont réussi à appliquer le procédé d'extrusion-calandrage pour produire d'une façon continue les composites SPC. Ils ont trouvé que ce procédé a l'avantage d'éviter les inconvénients des autres méthodes telles que le compactage à chaud, l'imprégnation en solution et l'empilement de films. Mais, il possède quelques inconvénients comme : la longue durée de cycle, le fonctionnement peu pratique et le coût onéreux.

D'autre part, ils ont prouvé que la température possède un effet significatif sur les propriétés de traction et d'interface. La vitesse de rotation des rouleaux a également un effet non négligeable sur ces derniers. En effet, l'augmentation de la vitesse des rouleaux peut favoriser l'adhérence interfaciale conduisant à l'amélioration des propriétés de traction et d'interface.

A. Jiménez-Suárez, M. Campo, M. Sánchez, C. Romón, A. Ureña [25] ont utilisé le calandrage pour disperser les nanofibres de carbone dans la résine époxy non durcie à faible viscosité, afin d'éviter l'utilisation de solvants organiques nécessaires dans les méthodes chimiques. Ils ont travaillé avec trois rouleaux en contrôlant la distance entre eux car elle a un effet sur la dispersion finale du nano-renfort.

En conclusion, le calandrage des composites a plusieurs applications comme nous l'avons vu précédemment. Ses applications sont limitées par l'utilisation des fibres courtes et de matrice thermoplastique. Ainsi, il reste peu exploité pour d'autres formes et matériaux de composites thermoplastiques. Cependant, ce procédé n'a été jamais appliqué à des composites thermodurcissables car il a des difficultés de durcissement lors de leur mise en forme.

I.4.2.2- Caractéristiques de calandre [26]

Une calandre est une machine composée d'au moins deux cylindres. Il existe différents types de calendres tout dépend du nombre et de la disposition des cylindres. La figure 1-13 montre des exemples de la calandre.

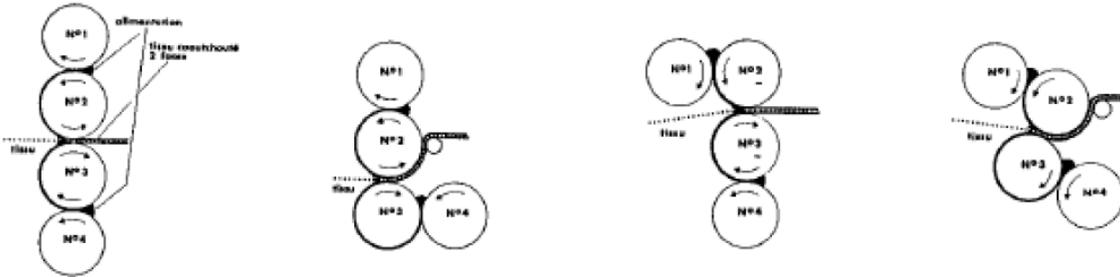


Fig 1- 13 : Différents types de calandre (de gauche à droite : en « I », en « L » ou « L inversé » et enfin en « Z »)[22]

Il existe plusieurs paramètres qui configurent la calandre comme :

- **la vitesse de calandrage et d'entraînement**

La vitesse de calandrage dépend du nombre de cylindres. Généralement, les cylindres sont entraînés par une boîte de vitesses qui assure la transmission du mouvement par cardan et par train d'engrenage. Il existe aussi des calendres dont chaque cylindre est entraîné par son propre moteur, qui est le cas.

- **le système de chauffage**

Les cylindres de la calandre peuvent être chauffés par de l'eau chaude sous pression, par une huile spéciale, par électricité, ... Dans ce cas, les cylindres de la calandre sont chauffés par des résistances électriques.

- **les cylindres**

Il faut adapter la longueur des cylindres à la largeur des plaques laminées. De même, les surfaces des cylindres doivent présenter une grande dureté et un excellent polissage. En effet, au cours du laminage, le phénomène de flexion apparaît au niveau des cylindres. Ce fléchissement des cylindres provoque par la suite, une surépaisseur au centre de plaque laminée. Ainsi, un bon état de surface et un matériau résistant des cylindres de la calandre permettent de garantir une bonne qualité de produit laminé avec une épaisseur uniforme.

En conclusion, nous pouvons constater que les paramètres de la calandre du laminage comme la vitesse de rotation, la rugosité et le matériau de surface des cylindres permettent de garantir la qualité du produit final. Ainsi, une maîtrise de ces paramètres est primordiale lors du laminage de composite polyester/fibres de verre afin d'assurer son traitement. Une caractérisation

thermochimique et thermomécanique du composite à différentes températures est alors nécessaire pour déterminer son comportement lors du processus du laminage avec une calandre chauffée. Aussi, une caractérisation tribologique de ce composite est demandée afin d'étudier son comportement de frottement sous différentes conditions et déterminer son coefficient de frottement contre le matériau de la calandre du laminage, à différentes températures. Ces différentes caractérisations nous permettent d'estimer les conditions optimales du laminage de ce type de composite. Elles seront détaillées dans la partie suivante.

I.5- Caractérisation thermochimique et thermomécanique

I.5.1- Caractérisation thermochimique

Généralement, la technique utilisée pour caractériser le comportement thermochimique des polymères est la mesure par DSC (Differential Scanning Calorimetry). C'est une technique utilisée pour étudier la réponse thermique des polymères lorsqu'ils sont chauffés.

Les déterminations de la température de transition vitreuse (T_g), de la température de cristallisation (T_c), de la température de fusion (T_f), de la capacité thermique spécifique C_p et du degré de polymérisation sont possibles (ou bien de la cinétique de transformation), en traitant les transitions présentes ayant une signature thermique.

I.5.2- Caractérisation thermomécanique

I.5.2.1- Comportement dynamique en fonction de la température

Le comportement mécanique de la résine, composant majoritaire du composite, est assez similaire à celui d'un élastomère chargé. En effet, après réticulation, la résine peut être vue comme un réseau de chaînes polyester réticulées par du styrène ou un réseau de chaînes styréniques liées par des ponts de polyester. La transition vitreuse du polystyrène est de l'ordre de 100°C, celle du polyester est plus élevée (non observée en DSC en dessous de 200°C). Le polyester peut aussi être vu comme une charge (particules rigides connectées au réseau de polymère) dans une matrice de polystyrène [27]. Il n'est en outre pas exclu, même si cela n'a pas été vérifié dans nos conditions de mise en œuvre, qu'une séparation de phase se produise au cours de la réticulation. Aux températures inférieures à leurs transitions vitreuses, le comportement des élastomères est comparable à celui des thermoplastiques, aux températures supérieures à la transition vitreuse, les thermoplastiques industriels atteignent une zone d'écoulement alors que les élastomères réticulés présentent un plateau où le module élastique est peu dépendant de la température, jusqu'à, la destruction thermique du matériau.

✓ Comportement dynamique des élastomères

En général, la déformation en mode sinusoïdal est composée de deux composantes (figure 1-14), telles qu'il y a une composante en phase par rapport à la contrainte appliquée, c'est la déformation élastique de module E' . L'autre composante est en quadrature retard E'' , c'est la déformation visqueuse. On a donc, $E^* = E' + i E''$ où E' : le module de conservation (relié à

l'énergie élastique emmagasinée) et E'' : le module de perte (relié à l'énergie dissipée par la viscosité). Soit $\tan(\delta) = \frac{E''}{E'}$, le facteur de perte qui permet de mesurer la perte d'énergie par frottement interne du matériau.

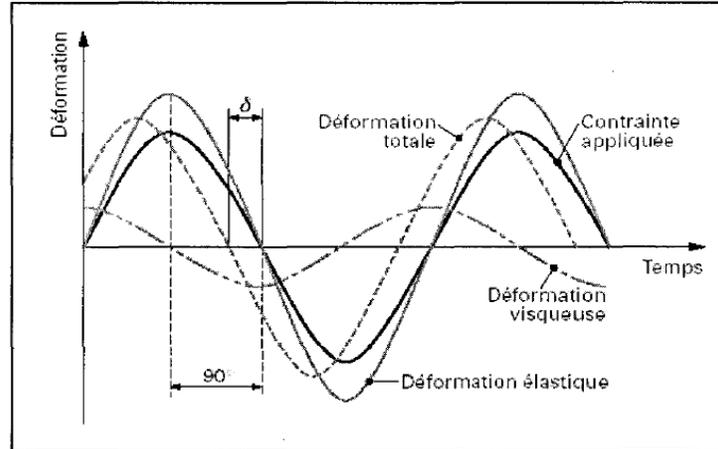


Fig 1- 14 : Composantes de la déformation en régime sinusoïdal d'un élastomère [28]

Généralement, les polymères sont caractérisés par un comportement dynamique linéaire en fonction de la température [29]. La figure 1-15 montre le comportement linéaire d'un élastomère chargé avec différents taux de silice en fonction de la température dans le domaine linéaire, c'est-à-dire lorsque le module est indépendant de la contrainte appliquée.

En interprétant cette figure, les élastomères montrent une diminution du module lorsque la température augmente, un pic du module de perte (E'') et du facteur de perte ($\tan(\delta) = \frac{E''}{E'}$), à une fréquence donnée. Ainsi, l'élastomère dissipe plus d'énergie, à la transition vitreuse, en général caractérisée par le maximum du $\tan \delta$.

L'évolution du module élastique présente trois zones :

- un plateau vitreux : le matériau présente un module plus important que celui de la matrice à cause de la présence d'une phase (charge) plus rigide que la matrice.
- une zone de transition vitreuse/caoutchoutique : elle est caractérisée par une chute du module élastique.
- une zone caoutchoutique : une augmentation du module élastique a lieu avec l'augmentation de la fraction volumique de charge Ce module décroît avec l'élévation de la température, traduisant l'implication des mécanismes thermiquement activés [29].

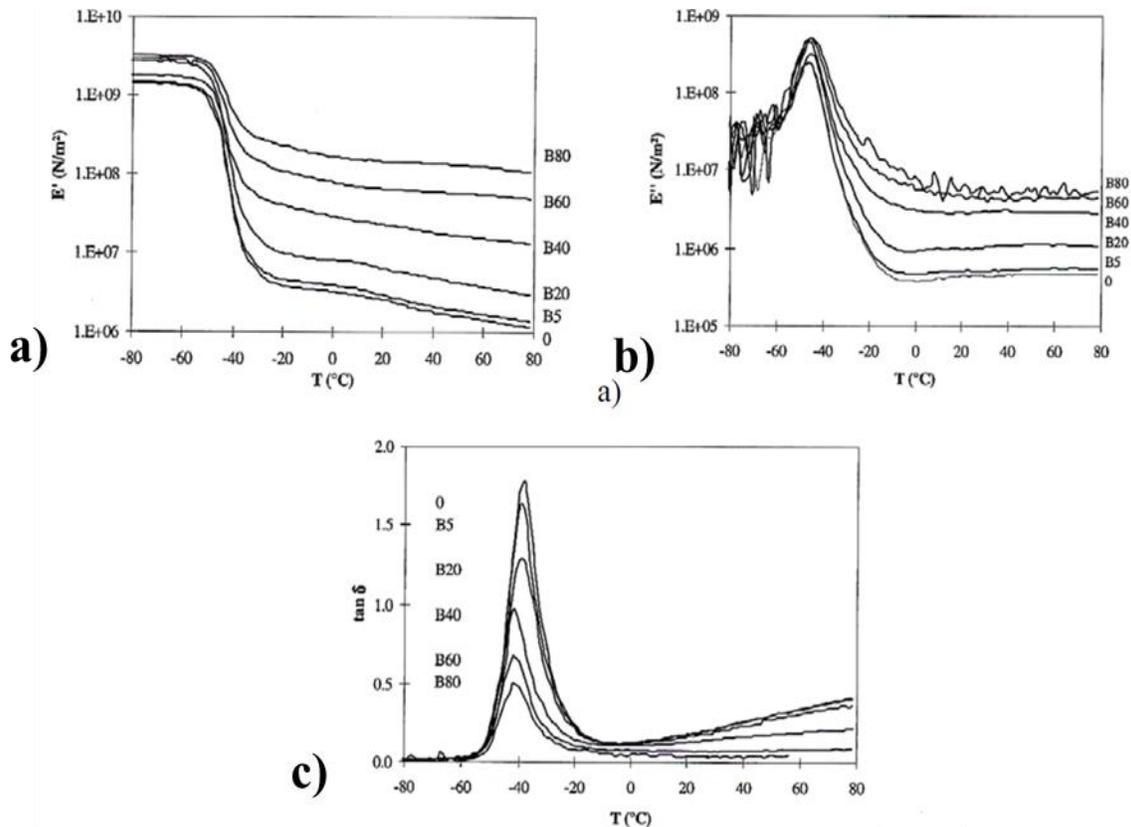


Fig 1- 15 : a) Evolution du module élastique E' , b) de E'' et c) de $\tan \delta$ en fonction de température [29]

✓ **Etude des propriétés d'élasticité à haute température en relation avec la microstructure :**

Généralement, lorsque la température augmente, le module d'Young diminue car l'agitation thermique provoque l'éloignement des atomes. Donc, l'augmentation (ou diminution) de la température se traduit par une décroissance (ou croissance) sensible de la rigidité élastique du matériau et donc de son module d'Young [30].

Pour les matériaux hétérogènes, la variation du module d'Young avec la température décrit souvent une boucle d'hystérésis (la propriété d'un système dont l'évolution ne suit pas le même chemin selon une augmentation ou diminution d'une cause extérieure). Des écarts à ce comportement sont remarqués lors des modifications de la microstructure ou des transformations physico-chimiques qui interviennent. Il existe plusieurs comportements du module d'Young en fonction de la température. Parmi ces comportements, on peut citer [31] :

- Cas d'un matériau stable

Un matériau qui ne subit pas de transformation, possède une diminution quasi linéaire et réversible du module d'Young en fonction de la température. La figure 1-16/A) illustre ce comportement.

- Cas particulier d'un verre sujet à recristallisation

La figure 1-16/B) montre le comportement d'un verre azoté à haute température. En effet, le module d'Young décroît progressivement. Il y a un changement de pente vers 960°C qui caractérise le passage de la transition vitreuse. Le changement de pente marqué permet de déterminer la température de transition vitreuse de ce verre. Au-delà de sa transition vitreuse, ce type de verre est susceptible de recristalliser. La recristallisation cause une rigidification des liaisons interatomiques.

Une augmentation de module est observée à la fin du palier isotherme à 1150°C.

Le comportement au refroidissement est ensuite similaire à celui d'un poly-cristal stable : le module d'Young augmente progressivement jusqu'à la température ambiante.

- Cas particulier de la zircone (non-stabilisée)

La figure 1-16/C) présente les variations du module d'Young d'un matériau de type zircone. Pour le comportement non stable, le module initial est inférieur au module mesuré après refroidissement. Ce décalage désigne l'état de décohésion initial des particules, qui est caractérisé par un module d'Young inférieur à celui de matériau. Donc, la diminution de l'endommagement lorsque la température augmente, est due à la fermeture de décohésions.

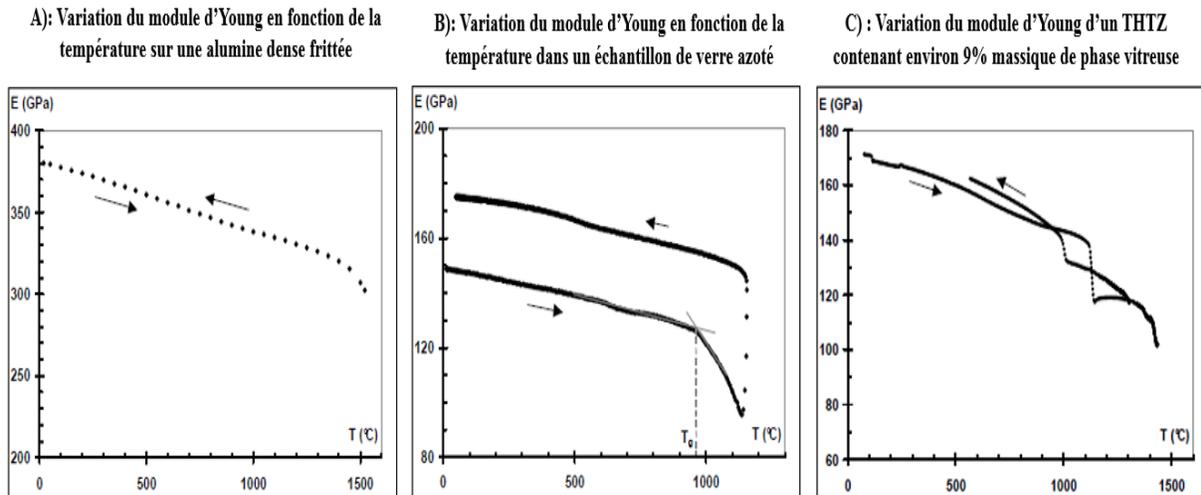


Fig 1- 16: Comportement de module d'Young en fonction de la température [31]

- Cas de matériaux endommagés [32]

La figure 1-17 montre l'évolution du module d'Young en fonction de la température. Cette courbe présente un cycle d'hystérésis. Les différents stades de cette courbe sont :

- stade I : le module d'Young diminue légèrement lorsque la température augmente en raison de l'affaiblissement de la liaison atomique.

- stade II : le module d'Young augmente lorsque la température augmente. L'expansion thermique de la partie « inclusion » est plus grande que celle de la matrice, de sorte que les dommages initiaux sont réduits lorsque la température augmente.
- stade III : le module d'Young diminue lorsque la température augmente. Au-delà d'une température donnée, des phases de faible viscosité sont formées conduisant à une chute des propriétés élastiques.
- stade IV : les phases de faible viscosité se solidifient lorsque la température diminue et la rigidité globale du matériau suit la même tendance.
- stade V : le module de Young augmente encore lorsque la température diminue. Les liaisons interatomiques sont rigidifiées.
- stade VI : les contraintes internes deviennent suffisantes pour endommager le matériau.

En début de refroidissement, la phase vitreuse, qui à haute température, a comblé les endommagements restants. Ainsi, le matériau se solidifie et conserve des bonnes propriétés d'élasticité.

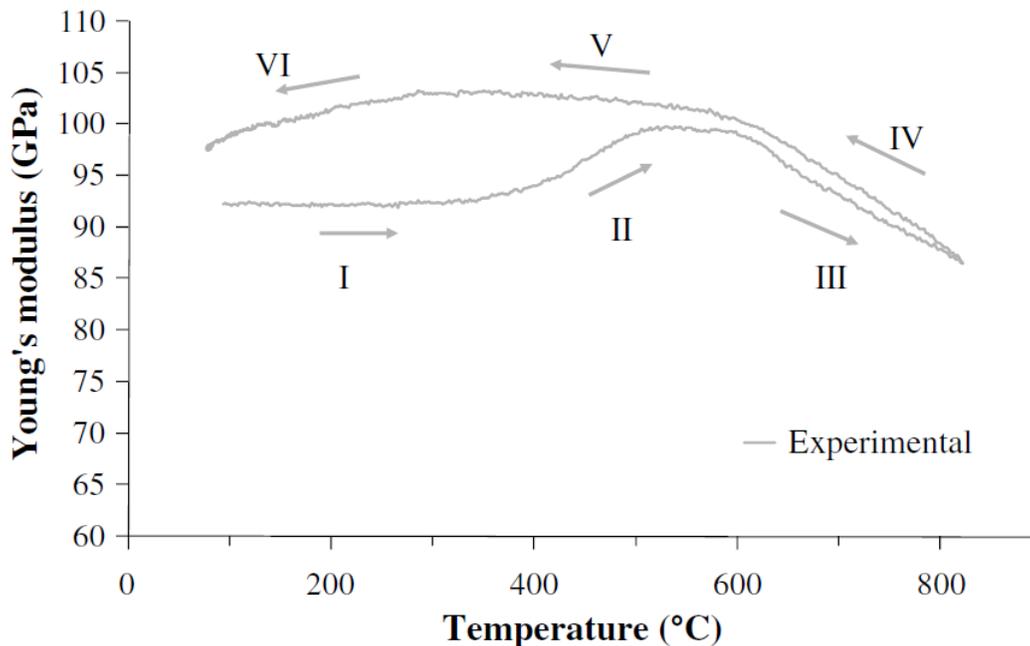


Fig 1- 17 : Variations du module d'Young pour un modèle multi-inclusions [32]

✓ Présentation d'effet Payne

En général, le comportement des élastomères chargés est caractérisé par une diminution du module élastique lorsque la déformation augmente : c'est le phénomène effet Payne [28], [29], [33], [34] (figure 1-18/A). Cette chute de module est accompagnée par une augmentation du module de perte G'' . Ce phénomène est dû à la présence des charges dans la matrice d'élastomère, qui présente à la fois le comportement mécanique du solide (caractérisé par un

module élastique d'origine entropique) et un comportement visqueux (qui est connu par un retard à la réponse et une perte d'énergie à chaque cycle de déformation). On parle donc de comportement viscoélastique.

Le module initial G_0' dépend du réseau des charges et des interactions entre les particules renforçantes. L'effet Payne est interprété comme la rupture d'un réseau de charge [29], en comparant une matrice non chargée avec une matrice chargée.

Pour une matrice non chargée, le module initial G_0' correspond au module dans le plateau caoutchoutique qui reste constant alors que pour une matrice chargée, il chute au cours de la déformation du cisaillement γ , mais il reste plus important que celui de la matrice non chargée. Cette observation marque la rigidité des charges, qui est plus importante que celle de matrice. Cependant, le facteur de perte $\tan \delta$ évolue avec la déformation traduisant la dissipation de l'énergie. La figure 2-18/B montre la variation du module de perte (G'') en fonction de la déformation pour un élastomère chargé.

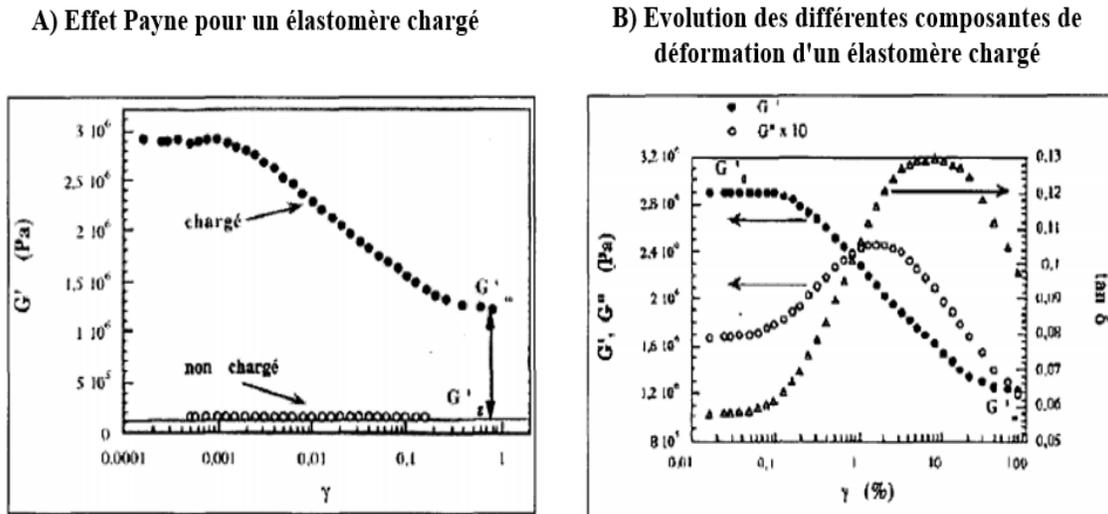


Fig 1- 18: Courbe typique de l'effet Payne pour un élastomère chargé [28]

I.5.2.2- Etude d'endommagement et de vieillissement de polymères

L'étude d'endommagement et de vieillissement est nécessaire pour ce travail. En effet, le traitement d'endommagement aide à comprendre le comportement du matériau suite à des sollicitations physiques ou chimiques.

En plus, l'analyse de comportement des déchets en composite en fin de vie qui seront représentés par des composites neufs vieillis, permet de déterminer le comportement de ces matériaux en identifiant les phénomènes lors du vieillissement.

✓ Généralités sur l'endommagement

• Définition d'endommagement :

L'endommagement est défini comme étant l'apparition d'un dommage dû à une usure ou à des sollicitations physiques ou chimiques. Il cause une dégradation des capacités physiques d'un matériau conduisant en général à sa rupture. En effet, le dommage caractérise le degré d'avancement de la dégradation qui précède une défaillance.

Donc, l'endommagement est l'ensemble des évolutions provoquant des détériorations microstructurales irréversibles.

Pour les matériaux isotropes, il dépend essentiellement du mode de chargement.

Pour les matériaux qui possèdent une anisotropie non négligeable comme les composites à haute performance, l'état des défauts dépend aussi de l'arrangement géométrique de leurs composants [35]. Pour les composites à fibres courtes, il existe généralement quatre types d'endommagement locaux susceptibles de se développer, qui sont [36] :

- la fissuration matricielle : l'interface charge-matrice ou les porosités présentes dans la matrice sont considérés comme l'origine de l'initiation des microfissures. Ces microfissures se développent et se propagent selon la direction perpendiculaire au chargement appliqué.
- La décohésion à l'interface fibre-matrice : c'est le mécanisme de rupture le plus remarqué. Il est associé à la qualité d'adhésion entre les surfaces.
- La rupture de fibre : on l'observe si l'interface est résistante et les fibres sont bien orientées selon la direction principale du chargement. Alors, des ruptures et des fragmentations des fibres peuvent être observées.
- Le mécanisme de rupture par pseudo-délamination : c'est un délaminage local entre les fibres, à cause de la microstructure pseudostratifiée. Ce phénomène peut avoir lieu avant la séparation totale en deux ou plusieurs parties distinctes du matériau. Ce type d'endommagement peut être consécutif à l'absorption d'énergie lors d'un accident.

A l'échelle microscopique, l'endommagement du composite est observé avec le phénomène de décohésion renfort/matrice. Il est caractérisé par des pertes d'adhérence entre la fibre et la matrice.

A l'échelle macroscopique, plusieurs fissures intra-laminaires apparaissent selon l'orientation des plis de renforts comme la rupture de fibres en fin de vie et le décollement entre les plis : c'est le phénomène de délaminage.

La figure 1-19 montre les différents endommagements qui peuvent apparaître au sein d'un composite :

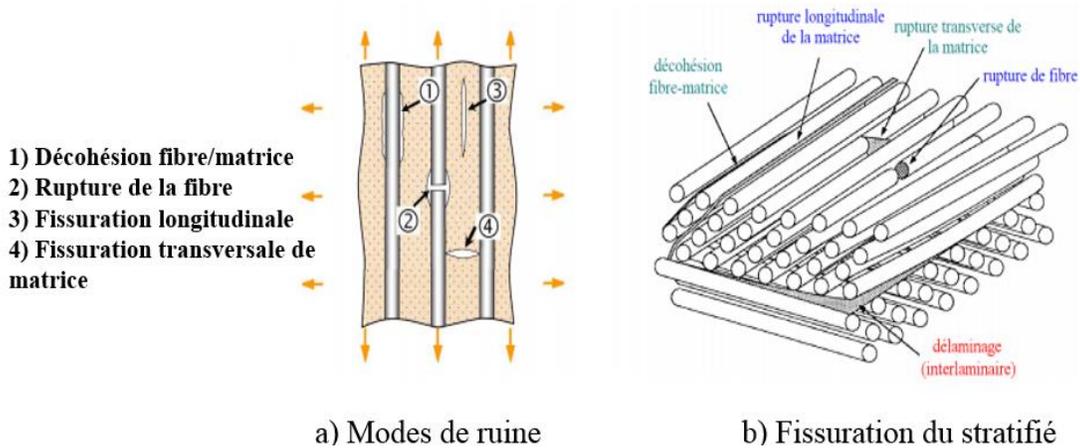


Fig 1- 19 : Endommagements dans un composite [37]

• **Types de chargement et endommagement**

En général, l’endommagement du matériau composite peut être obtenu par plusieurs types de chargement mécanique. Ainsi, une analyse des sollicitations mécaniques en modes de chargement est nécessaire pour prévenir le risque de défaillance brutale et anticiper la propagation des défauts existants.

On distingue plusieurs modes de chargement comme :

* **le chargement monotone**

Dans ce mode, le chargement se fait d’une façon continue, en imposant un déplacement ou une charge. Le mode de défaillance de ce mode est principalement la rupture.

* **le chargement cyclique**

Pour ce type de chargement, la charge (ou le déplacement) varie d’une manière cyclique au cours du temps. On atteint la rupture après un certain nombre de cycles dépendant des conditions de chargement. On parle alors de fatigue. La figure 1-20 montre le profil de ce chargement.

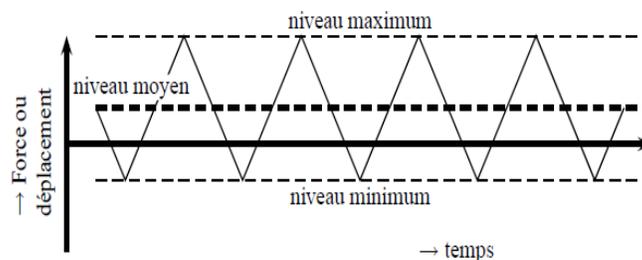


Fig 1- 20 : Chargement cyclique [38]

* **Chargements complexes**

C’est une combinaison des modes de chargement. En effet, une structure peut être le siège d’un chargement cyclique au cours du temps et à haute température. On parle ainsi d’interaction

fatigue-fluage. Si une structure est sollicitée en fatigue, elle peut atteindre sa rupture en charge limite s'il y a une fissure qui s'y propage lentement [38].

✓ Etude du comportement cyclique

Les propriétés mécaniques des composites dépendent de plusieurs paramètres comme la vitesse de déformation, la température, le mode de chargement... Il existe plusieurs comportements dépendant des sollicitations appliquées dont on peut citer la **traction cyclique / comportement sous sollicitations cycliques (fatigue)**. La figure 1-21 montre la courbe de traction cyclique uniaxiale de ce type de chargement. Ici, elle se caractérise par une partie élastique linéaire [OA] et une partie non linéaire plastique [AB].

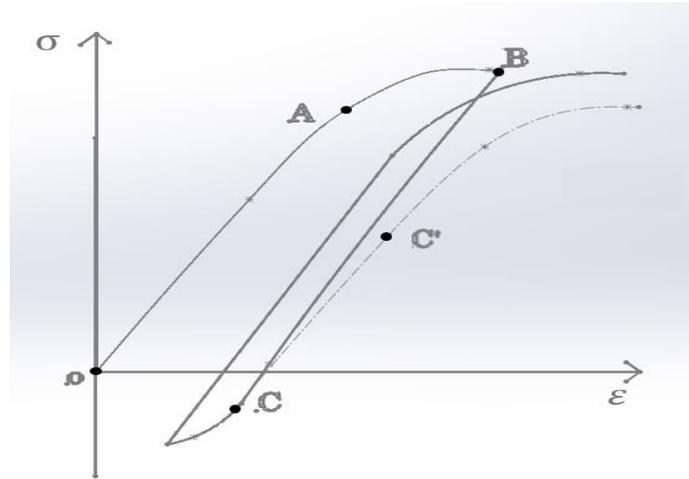


Fig 1- 21 : Courbe de traction cyclique

Au cours d'un déchargement, la courbe présente une première partie élastique [BC], puis à nouveau une zone non linéaire à partir du point C. La boucle de déchargement est appelée la boucle d'hystérèse. Elle désigne l'énergie dissipée en déformation plastique sous forme de chaleur.

Si on applique des sollicitations cycliques à une structure, la boucle d'hystérèse évolue. Elle tend à se stabiliser dans une forme définitive après l'accommodation des contraintes [39]. Il existe principalement quatre types d'évolutions dépendantes des déformations appliquées. La figure 1-22 résume ces quatre types d'évolution.

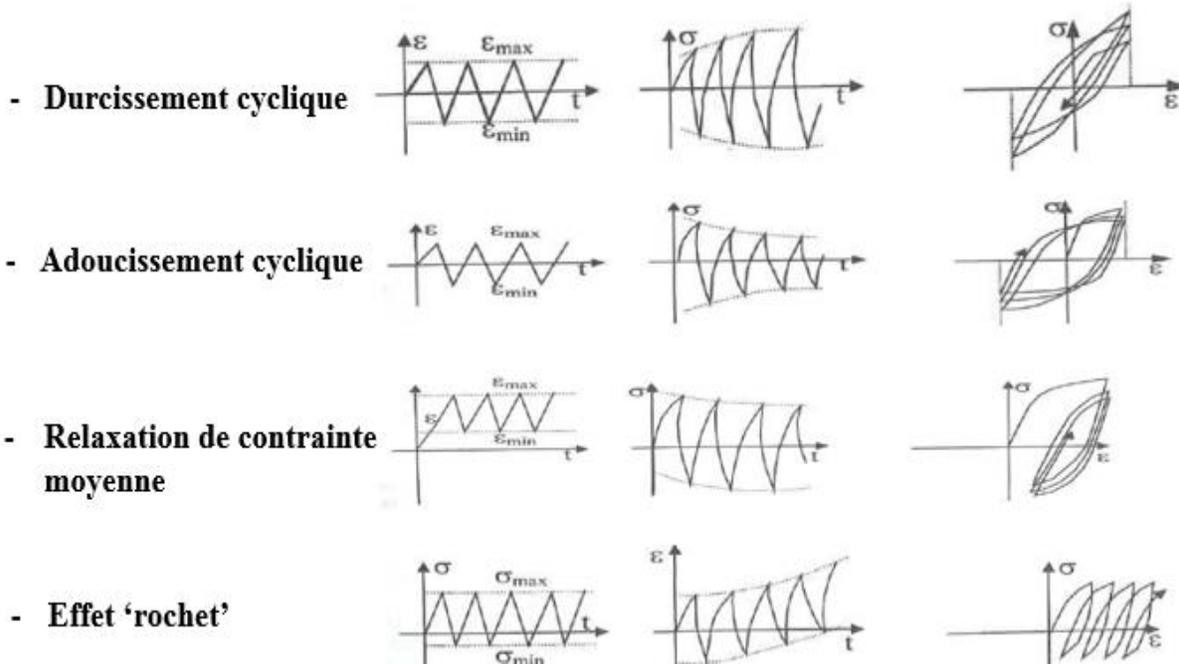


Fig 1- 22 : Courbe de traction cyclique [39]

✓ **Phénomènes observés lors du chargement cyclique**

- **Effet Mullins**

• **Description du phénomène**

Suite à un chargement cyclique à grandes déformations, les élastomères perdent leurs rigidités. Mullins est le premier qui a décrit précisément ce phénomène (Mullins et Tobin, 1957) [40], [41]. Il existe trois observations qui définissent l'effet Mullins [41], qui sont :

- * à une déformation constante et après plusieurs extensions, le matériau s'adoucit. On parle Ainsi de l'accommodation
- * le comportement à grandes déformations ne dépend pas de l'histoire du matériau à petites déformations.
- * le comportement se raidit rapidement lorsqu'on rapproche de l'extension maximale atteinte précédemment au cours du chargement.

L'effet Mullins est l'un des phénomènes les plus étudiés dans le cas d'élastomères. En effet, la description de l'effet Mullins est basée sur deux principales approches qui sont [42]:

- * la première approche est faite par Mullins et Tobin, 1954 et 1965. Ils proposent un modèle mécanique comportant deux phases de caoutchouc : un souple et un dur. Au cours du chargement, le caoutchouc dur se « transforme » en caoutchouc mou.

- * la deuxième approche repose sur la mécanique de l'endommagement continu. Elle fait correspondre implicitement les dommages à la rupture des chaînes de polymères faibles. Ainsi l'effet Mullins est considéré comme le dommage qui dépend de la déformation maximale atteinte durant l'historique des déformations [43].

En appliquant un chargement cyclique à un élastomère, son comportement mécanique se modifie après le premier cycle de chargement. Ce changement se traduit par une perte de rigidité : c'est l'effet Mullins. Réellement, au cours du 1^{er} cycle jusqu'au chargement imposé, le matériau reste non endommagé comme le montre la courbe 1 sur la figure 1-23. Le deuxième chargement (courbe 2) a la même allure que celle du premier cycle mais avec une chute de raideur et plus d'étirement. Pour « n » cycles, les charges et décharges ont toutes une allure identique mais avec une chute de rigidité, plus importante que celle du premier adoucissement jusqu'à un nouvel équilibre. En effet, l'adoucissement apparaît plus dans les élastomères chargés que dans les élastomères purs [28]. Mullins en 1948 [44] a montré que le degré d'adoucissement n'est pas identique dans toutes les directions. De plus, l'adoucissement dans la direction d'étirement est deux fois supérieur à l'adoucissement dans la direction perpendiculaire à l'extension [28].

Lors de la sollicitation, les zones pauvres en charges sont principalement déformées. Ce qui augmente localement la contrainte [28]. Mullins a constaté que si à partir du cycle stabilisé, la même éprouvette est étirée à un niveau d'élongation supérieur à celui du premier cycle, le matériau retrouve le comportement de la première traction (trajet 1 et 2 sur la figure 1-23) [43].

Au cours de tous ces cycles de la sollicitation, si le chargement maximal atteint n'a pas dépassé une valeur limite, le chargement se fait d'une façon réversible. En effet, Mullins en 1969 [44] a démontré que ces matériaux peuvent récupérer partiellement ou totalement leurs propriétés d'origine en plusieurs jours à température ambiante.

Par ailleurs, Bueche [45] a observé que les élastomères peuvent récupérer 50% de leurs raideurs s'ils ont été mis à 100°C pendant une heure. Ainsi on accélère le recouvrement de leurs comportements par la température.

L'endommagement continu dans le temps est négligeable par rapport à l'endommagement dû aux premiers cycles de chargement. Mullins a assimilé le renforcement dans cette gamme de déformation (>1) à une modification de l'élasticité par une amplification de la contrainte et de la déformation.

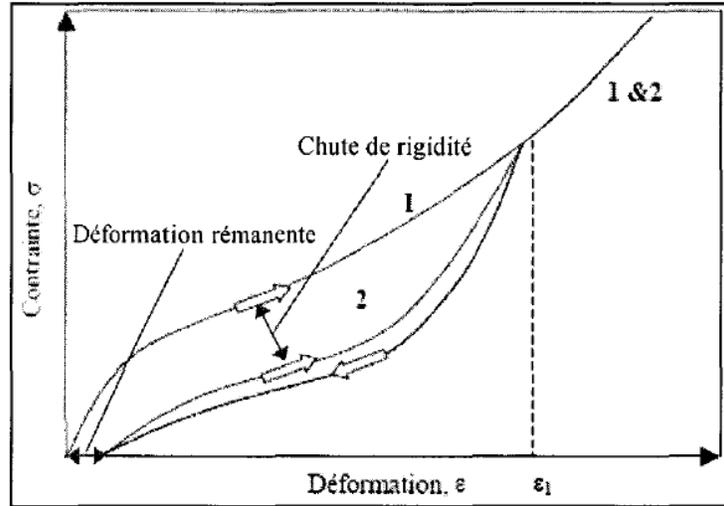


Fig 1- 23 : Effet Mullins [28]

- **Origine de l'effet Mullins**

En général, l'endommagement de structure au cours de chargements cycliques peut être à l'origine d'un dommage interne de la structure ou d'un glissement des chaînes de polymères. S. Cantournet, R. Desmorat et J. Besson [42] ont proposé un modèle pour modéliser l'effet Mullins pour le caoutchouc naturel et synthétique contenant des charges (figure 1-24). Ils ont expliqué l'adoucissement des contraintes cycliques par le frottement interne et le glissement entre les chaînes moléculaires et des charges et non par la microfissuration. Mais, l'adoucissement des contraintes peut provenir de l'endommagement des charges dans le matériau comme l'interprètent Mullins et Tobin en 1957 [41]. Ainsi, la cause d'adoucissement dépend du matériau et du son historique.

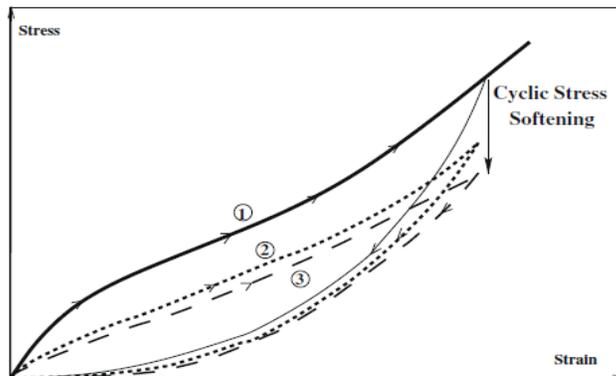


Fig 1- 24 : Comportement mécanique idéalisé de Mullins pour élastomère [42]

En s'intéressant à l'amplification de la déformation locale de matrice, on trouve plusieurs travaux qui traitent de ce phénomène comme les travaux de Bueche [45] et de Dannenberg [28]. Bueche [23] a montré que la rupture d'une chaîne polymère se produit lorsque la distance entre deux charges atteint l'extension limite de celle-ci. Donc, avec les différentes longueurs des

chaînes dans le réseau, la rupture de matrice se fait à tous les niveaux de déformation. Ce qui explique l'adoucissement de contrainte entre deux chargements consécutifs en déformation (figure 1-25 /A)), mais ne rend pas bien compte de la récupération.

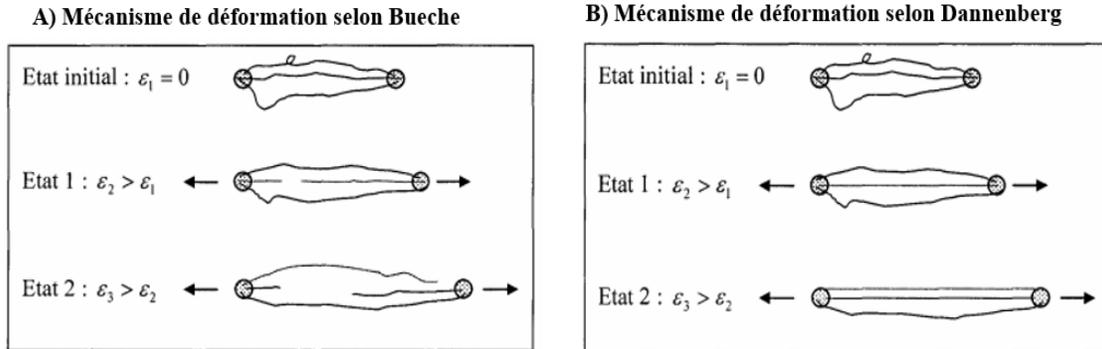


Fig 1- 25 : Mécanismes de déformation d'un élastomère non chargé selon Bueche (A) et Dannenberg (B) [28]

L'effet Mullins pour Dannenberg [45] est la rupture des liaisons entre les particules de charge et les chaînes. En effet, la réaction polymérisation conduit à la formation de chaînes de différentes longueurs entre les particules de charge.

Considérons deux particules de charge liées par des chaînes différentes comme la montre figure 1-26. Les chaînes A (ϵ_A), B (ϵ_B), et C (ϵ_C), telles que $\epsilon_C > \epsilon_B > \epsilon_A$, se rompent progressivement au fur et à mesure lorsqu'elles atteignent leurs extensions maximales. Donc, avec l'évolution de la déformation, une concentration de contrainte se fait au niveau des chaînes les plus courtes qui commencent à glisser sur les surfaces des autres chaînes avant de se rompre.

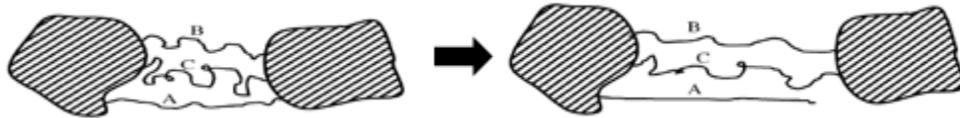


Fig 1- 26 : Jonctions de la chaîne de particules de charge [44]

Dannenberg [28] prend en compte les interactions entre la charge et la matrice. Il explique l'adoucissement des contraintes par le glissement des segments des chaînes moléculaires sur la surface de charge sous l'action de la déformation appliquée. Donc, ce glissement permet à la totalité du réseau d'accommoder la déformation appliquée jusqu'à la rupture. Il démontre que la redistribution des contraintes sur les chaînes voisines provoque un alignement des molécules et une résistance supplémentaire (figure 1-25/B)).

Du point de vue énergétique, ce comportement emmagasine l'énergie qui sera restituée par la suite au cours du glissement des chaînes.

En se basant sur ces différentes études, on constate que l'adoucissement des contraintes est dû principalement au réarrangement du réseau moléculaire impliquant le déplacement des jonctions du réseau [44]. La conséquence principale de ce réarrangement est l'augmentation apparente de la longueur moyenne des chaînes de polymères.

- **Influence de l'effet Mullins sur le comportement mécanique**

Les propriétés du matériau à la rupture se modifient à cause de la présence d'effet Mullins. En réalité, au cours des grandes déformations, de fortes concentrations de contrainte autour des plus gros agglomérats de renfort, ont été observées. Cette concentration de contrainte déclenche une décohésion à l'interface entre la charge et la matrice, mise en évidence expérimentalement en traction [29].

Dans l'étude de Farris [29] qui tient compte dans son interprétation de la courbe contrainte-déformation, la décohésion et la formation de vide, il a trouvé que la contrainte dépend de l'état de l'interface (degré d'interaction) entre la charge et la matrice, et des propriétés de la matrice comme son degré de réticulation. Il a observé que si l'adhérence entre la matrice et la charge est très forte, une cavité peut se former au sein de la matrice au voisinage de l'interface.

Finalement, on peut conclure que l'interface entre les deux phases, a une grande influence sur les propriétés à la rupture. La contrainte à la rupture dépend de l'utilisation de promoteur d'adhésion comme les agents de couplage qui améliorent le transfert de contrainte et qui accélèrent la réticulation du composite. Cet agent est un facteur important pour déterminer la déformation à la rupture. Si les interactions à l'interface sont faibles, elles limitent le transfert des contraintes et risquent de créer des décohésions des phases du matériau.

- **Prévisions de l'effet Mullins**

Plusieurs travaux ont étudié et développé des approches qui permettent de simuler le chargement et le déchargement avec l'effet Mullins et de prédire le comportement de matériau avec ce phénomène, en se rapprochant du cas réel.

Parmi ces travaux, on peut citer R.K-Luo [46]. Il a utilisé l'approche de l'énergie de résilience qui simule l'historique des chargements-déchargements cycliques,

L'approche proposée fournit une prédiction fiable qui peut être utilisée pour la conception des produits et les applications industrielles. Il a utilisé un indicateur de Mullins en termes de forces de charge maximales pour la déformation résiduelle accumulée au cours des cycles de chargement-déchargement afin d'évaluer les dommages dus à l'effet Mullins.

En conclusion, pour prendre en compte l'effet Mullins dans la caractérisation du matériau pour des besoins généraux de conception industrielle, il suffit d'effectuer trois cycles d'adoucissement avant d'effectuer la mesure.

- **Caractérisation du comportement cyclique des élastomères**

Dans des conditions de charge cyclique, les élastomères révèlent leur nature viscoélastique. Deux phénomènes visqueux différents peuvent être identifiés. Le premier phénomène est le comportement hystérique. En effet, après l'accommodation à l'effet Mullins, les courbes de chargement et de déchargement ne suivent pas le même chemin, comme le montre la figure 1-27/A).

Lors des essais de chargement cyclique, il y a une différence entre les efforts mesurés au cours du chargement et ceux mesurés durant le déchargement. C'est le phénomène d'hystérèse. Il s'agit d'une dissipation d'énergie sous forme de chaleur. La quantité d'énergie dissipée est l'aire entre les courbes. Ce phénomène peut être d'origine visqueuse [42] (figure 1-27/B).

Le deuxième phénomène est la relaxation à long terme (figure 1-27/B). Elle est présente dans tous les systèmes non équilibrés. Ce phénomène prend un temps pour le retour à l'équilibre ou pour atteindre un nouvel état d'équilibre suite à une perturbation.

Pour les élastomères réticulés non chargés, la relaxation est le résultat soit de l'orientation et du déplacement de courts segments de chaînes macromoléculaires ou du regroupement et de la réorganisation des chaînes macromoléculaires avec des temps de réarrangement du réseau macromoléculaire, soit à des réactions chimiques (post-réticulation, ...).

Les deux premières causes correspondent à une relaxation physique alors que la dernière correspond à une relaxation chimique. Si les élastomères sont vulcanisés et chargés en plus des relaxations physiques et chimiques (de la matrice), il existe une autre relaxation qui correspond à la décohésion matrice/charge [33].

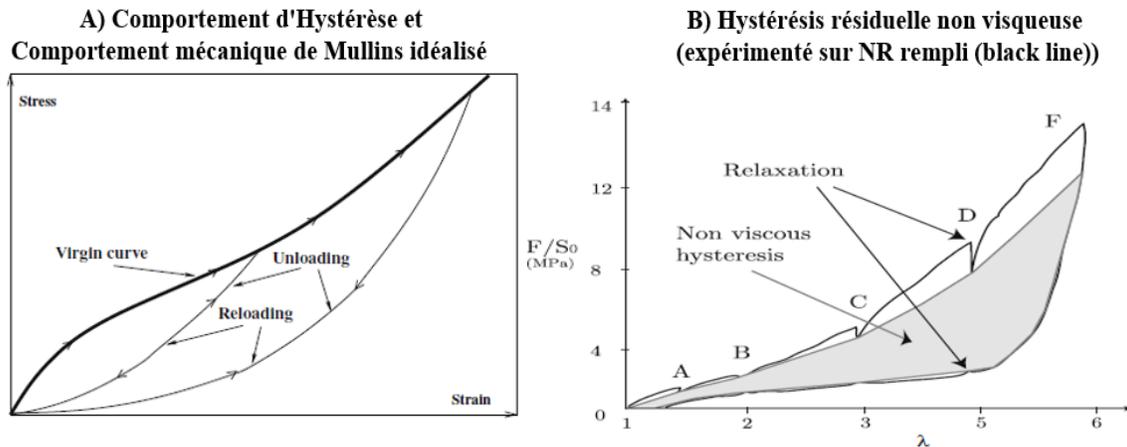


Fig 1- 27: Comportement des élastomères suite à un chargement cyclique [42]

✓ Etude du vieillissement

– Définition du vieillissement

Le vieillissement est une évolution lente des propriétés du matériau due à sa propre instabilité ou à son environnement. Cette évolution est une dégradation soit de l'état physique (contraintes internes, ...) soit de l'état chimique (pénétration de petites molécules) du matériau. Ainsi on peut définir la durée de vie du matériau pour désigner le temps au cours duquel une propriété atteint un seuil critique en dessous duquel le matériau ne sera plus utilisable. Les principaux types de vieillissement étudiés sont : le vieillissement physique et le vieillissement chimique.

– **Vieillessement physique : mécanique**

Le vieillissement physique est la conséquence d'une réorganisation des chaînes macromoléculaires vers une configuration plus stable. En général, un polymère n'est pas dans un état d'équilibre thermodynamique lorsque sa température est en dessous de sa température de transition vitreuse [33].

Ce type de vieillissement se fait sans transfert de matière. Il se fait particulièrement par l'étude de l'effet des contraintes mécaniques et du phénomène de relaxation des contraintes.

Il existe plusieurs méthodes mécaniques pour réaliser le vieillissement physique comme la traction cyclique (qui sera utilisée dans cette étude) et le procédé de fatigue du matériau (expliquée dans paragraphe II.5). Ainsi, la traction cyclique sera faite à haute température dans ce cas, en faisant varier le type de chargement imposé pour savoir la réponse du composite suite à différentes actions mécaniques cycliques indiquées dans le paragraphe II.5.2.

– **Vieillessement chimique**

Il peut être associé à un transfert de masse par une absorption/désorption de matière par le matériau (pénétration de solvants, migration d'adjuvants, eau ...). Pour ce type de vieillissement, un changement irréversible de la composition matériau se présente, suite à des réactions chimiques comme la post-réticulation ou la coupure de chaîne (hydrolyse, solvolysse). La post-réticulation implique une augmentation de la densité de réticulation qui va engendrer une variation importante des propriétés mécaniques (élastiques et à la rupture) [33]. En plus, un changement important des propriétés d'aspects et mécaniques telles que le craquelage ou la perte des propriétés élastiques et à la rupture, peuvent accompagner cette modification du matériau. Pour le vieillissement chimique, le procédé de l'hydrolyse à différentes températures est l'une des techniques les plus employées pour vieillir les matériaux chimiquement. c'est une technique de solvolysse [47] permettant le traitement chimique en utilisant un solvant, qui est l'eau.

Au cours de l'hydrolyse, l'absorption des molécules d'eau par un matériau polymère intervient dans ses zones qui présentent des défauts structuraux comme les bulles d'air ou dans son réseau. La présence de molécules d'eau dans le matériau va entraîner des phénomènes physiques et chimiques marquant les modifications de ses propriétés comme la plastification. En effet, le phénomène de plastification est le résultat de l'insertion des molécules d'eau dans le réseau tridimensionnel par le biais des liaisons secondaires (inter-groupes) entre les chaînes macromoléculaires voisines (figure 1-28). Les liaisons brisées sont ainsi de type van der Waals ou hydrogène laissant place à des liaisons hydrogène entre les molécules d'eau et les groupes hydrophiles [48].

La plastification du réseau par les molécules d'eau engendre une augmentation de la mobilité des chaînes ou des segments de chaînes macromoléculaires. Cette forte mobilité affecte directement les propriétés physico-chimiques et mécaniques du polymère comme la diminution des modules d'élasticité, de cisaillement et la contrainte à rupture, mais, en revanche, une augmentation de la déformation à rupture.

Il y a également le phénomène du gonflement qui est causé par l'absorption d'eau dans la structure moléculaire. Ce gonflement est faible lorsque le volume libre dans le matériau est saturé après il devient fort lorsque la plastification entre en jeu en générant des contraintes internes.

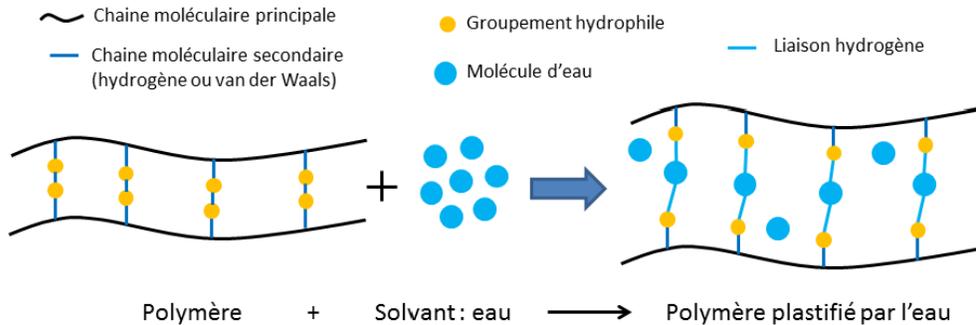


Fig 1- 28 : Schéma de la plastification d'un polymère par l'eau [48]

Dans le cas d'une résine polyester insaturée, l'hydrolyse intervient sur les groupements ester ($R-(C=O)-OR'$) du matériau, qui sont très sensibles à la présence de l'eau. L'hydrolyse de ces fonctions produit des acides carboxyliques ($R-(C=O)-OH$) et des alcools ($R'-OH$) (figure 1-29).

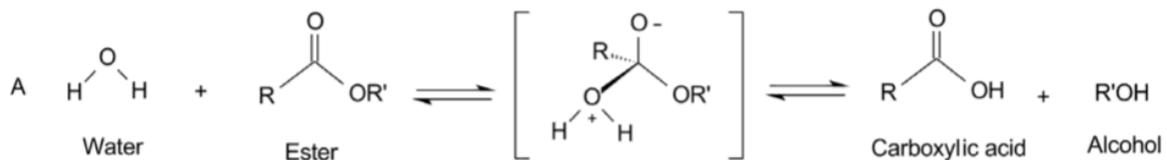


Fig 1- 29 : Réaction d'hydrolyse des fonctions esters [48]

En conclusion, pour étudier le comportement thermochimique du composite, nous allons le caractériser en utilisant la technique de DSC, en identifiant ses propriétés chimiques. L'étude de son comportement mécanique en statique sera faite, en utilisant la traction et la flexion 3 points statiques à différentes températures afin d'identifier son comportement en statique et ses propriétés mécaniques en fonction de la température.

Une étude de son comportement mécanique en dynamique sera réalisée pour déterminer sa loi de comportement et ses paramètres en fonction de la température et identifier les phénomènes présents (comme effet Payne et l'hystérésis), en utilisant la flexion 3 points à des petites déformations.

L'étude d'endommagement sera également réalisée en utilisant la traction cyclique à des grandes déformations en dépassant la T_g du composite. Cette étude nous aide à déterminer si le phénomène d'effet Mullins existe pour ce composite.

Finally, the study of aging will be done, using the hydrolysis technique in order to determine the mechanical behavior of composite waste at the end of life and its mechanical properties.

I.6- Caractérisation tribologique de composite : étude bibliographique

I.6.1- Généralités de la tribologie de composite

Tribology is the science that deals with phenomena susceptible of occurring between two material bodies in contact, stationary or with relative movements. It is used to study the interactions between solid surfaces in relative motion [49]. It groups the sciences of friction such as contact of surfaces, wear, friction, lubrication ... One of the objectives of the study of tribology is to reduce the wear of materials and to increase the life and reliability of mechanical systems, by mastering friction [50]. This latter occurs when two solids are brought into contact under the action of a normal force \vec{F} and a tangential force \vec{T} which appears and opposes a relative displacement of the two solids (figure 1- 30).

In general, the friction force \vec{F} at a sliding velocity \vec{V} , is mainly due to two forces : $\vec{F}_{\text{déformation}}$ and $\vec{F}_{\text{adhésion}}$ such as :

$$\vec{F} = \vec{F}_{\text{déformation}} + \vec{F}_{\text{adhésion}} \quad (\text{éq 1})$$

$\vec{F}_{\text{déformation}}$ occurs during the elastic deformation of solids in contact, causing a resistance to displacement. This force depends on the geometry of the surfaces in contact (roughness) during the sliding and on their mechanical properties.

$\vec{F}_{\text{adhésion}}$ is linked to the interactions of molecules of short range in the two surfaces. It occurs during the creation and the rupture of molecular bonds [51].

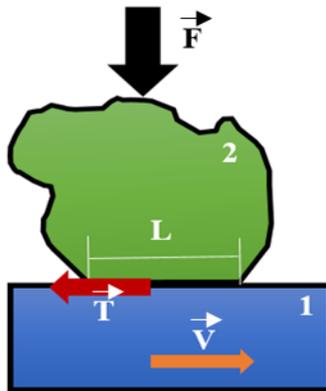


Fig 1- 30 : Schéma simplifié de deux solides en frottement

Dans un contact glissant, le frottement génère une perte d'énergie mécanique parfois considérable, qui est transformée en chaleur.

On définit généralement un facteur de frottement μ tel que :

$$\mu = \left| \frac{T}{F} \right|. \quad (\text{éq 2})$$

Etant donné que $F = F_{\text{déformation}} + F_{\text{adhésion}}$, donc le coefficient de frottement μ s'écrit sous la forme :

$$\mu = \mu_{\text{déformation}} + \mu_{\text{adhésif}} \quad (\text{éq 3})$$

Pour des nombreux polymères, le frottement adhésif est dominant sous faibles charges alors qu'à des fortes charges, la contribution de la déformation au frottement devient plus importante [52].

Le frottement dépend aussi de la vitesse de glissement V et on distingue deux situations :

- $V \neq 0$, on parle du frottement dynamique, μ_d tel que $|T| = \mu |F|$ (éq 4)

- $V = 0$, on parle du frottement statique, μ_s tel que $|T| < \mu |F|$ (éq 5)

En général, il existe trois lois empiriques concernant le facteur de frottement dynamique [49] qui sont :

- Amontons (1699) : μ est indépendant de F
- Amontons (1699) : μ est indépendant de l'aire apparente de contact A
- Coulomb (1785) : μ est indépendant de la vitesse de glissement

En réalité, les mécanismes qui contrôlent le frottement sont complexes et ils mettent souvent en défaut ces trois lois empiriques [49].

Lors du frottement dynamique, une puissance P est dissipée, telle que :

$$P = TV = \mu FV \quad (\text{éq 6})$$

Donc, le frottement dynamique fait intervenir des phénomènes dissipatifs [49]. Il n'est pas dû alors à des déformations élastiques ou des phénomènes réversibles.

Pour de nombreux matériaux, la force de frottement dynamique peut être expliquée par des forces adhésives T_a et des forces de déformations plastiques T_d .

Pour le frottement statique, il est basé sur les mêmes mécanismes que le frottement dynamique. En effet, les forces adhésives ont tendance à augmenter avec le temps de contact en raison de mécanismes à plus long terme comme la diffusion solide [49]. Ceci conduit à une augmentation de la contribution adhésive au frottement.

Le coefficient de frottement est généralement mesurable à l'aide d'un tribomètre de type pion-disque, présenté sur la figure 1-31. Il est caractérisé par un mouvement circulaire. Le coefficient de frottement est obtenu à partir du couple de rotation.

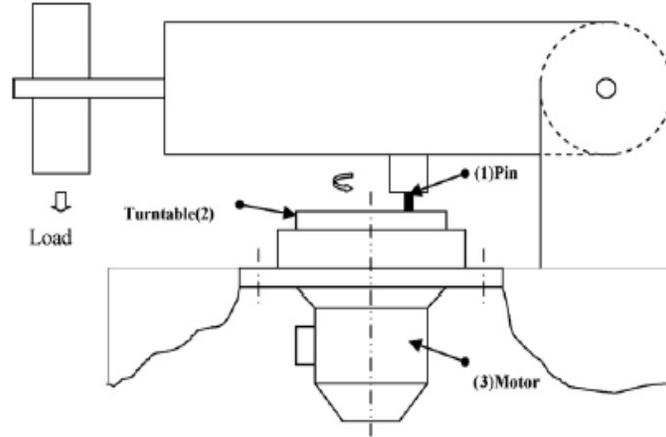


Fig 1- 31 : Schéma du tribomètre de type pion-disque [53]

Le frottement conduit généralement à l'usure des corps en contact. Cette usure est caractérisée par une perte de matière, un mouvement de matière ou une transformation de la matière en surface du solide sous l'effet d'une interaction avec un autre milieu.

Les principales formes de l'usure (figure 1-32) sont[50] :

- ✓ **usure adhésive** : au cours de ce mécanisme, des jonctions ou des micro-soudures se forment entre les surfaces en frottement. Si les jonctions sont faibles, le cisaillement se limite à l'interface et l'usure n'aura pas lieu (nulle). Si ces jonctions sont fortes, le cisaillement se produit ainsi à l'intérieur du matériau le plus mou.
- ✓ **usure abrasive** : ce type d'usure apparaît lorsqu'un matériau dur est au contact avec un autre qui est mou. Les stries d'usures sont parallèles à la direction de glissement.
- ✓ **usure par fatigue** : elle se produit lorsqu'un matériau est soumis à des sollicitations cycliques. Les fissures se propagent dans le matériau à cause des contraintes développées dans ses couches superficielles. Lorsque ces fissures atteignent une taille critique, elles donnent naissance à des particules d'usure. On parle alors d'usure par délaminage.
- ✓ **usure tribo-chimique** : ce type d'usure aide à la croissance d'un film de produits de réaction résultant des interactions chimiques entre les surfaces en frottement et l'environnement. Parmi les formes connues de ce type d'usure, on trouve l'usure par tribo-oxydation pendant laquelle l'échauffement produit par le frottement accélère la croissance d'un film d'oxyde jusqu'à atteindre une certaine épaisseur critique. Ces films se détachent du substrat et vont soit participer à l'usure ou évacuer du chemin de frottement.

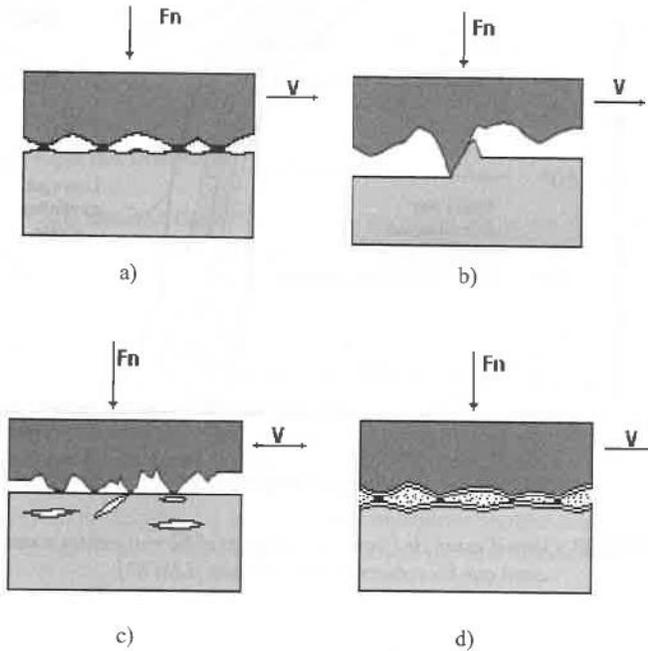


Fig 1- 32 : Formes d'usure: a) usure adhésive; b) usure abrasive; c) usure par fatigue; d) usure tribochimique [50]

Ces différentes formes d'usure conduisent à la détérioration du matériau. Elle est caractérisée par le détachement des particules le long de l'interface, en construisant le troisième corps [54]. Dans le cas de frottement métal/polymère, une transition dans la vitesse d'usure peut avoir lieu avec l'augmentation de charge. Généralement, cette transition est liée à l'échauffement induit par la dissipation d'énergie par frottement permettant au polymère d'atteindre sa transition vitreuse. Ainsi, l'usure de polymère est marquée par la formation de films de transfert formés de particules de son usure. Ces particules qui adhèrent plus au moins à la surface métallique peuvent augmenter le frottement [55]. Ainsi, la présence du troisième corps augmente le frottement.

I.6.2- Paramètres influençant la tribologie

Le coefficient de frottement de la majorité des matériaux dépend de plusieurs paramètres [56] comme : la nature des matériaux en contact, la rugosité des surfaces en contact, la température, l'humidité relative, la force normale, la vitesse de glissement, Et plus particulièrement pour le composite, l'orientation des fibres joue un rôle important dans le comportement tribologique [57]. En effet, l'anisotropie de frottement est liée à l'orientation des fibres par rapport à la direction de glissement [58].

✓ Influence de la composition du composite

Généralement, le comportement tribologique d'un composite dépend fortement de sa composition. En effet, l'incorporation de son renfort améliore sa résistance à l'usure. Par exemple, dans le cas d'un composite renforcé des fibres de carbone, il a été démontré que le

coefficient de frottement diminue avec l'augmentation du taux de fibres grâce à la formation d'une zone interfaciale immobilisée autour de fibres de carbone [59], [60]. Ce qui entraîne la dissipation d'une partie importante des contraintes de freinage. Donc, les performances tribologiques des polymères peuvent être considérablement modifiées par l'incorporation des renforts fibreux ou des charges [56]. Mais ce n'est pas toujours vrai. En effet, dans le cas d'un composite polyester renforcé des fibres de verre courtes, le taux d'usure et le coefficient de frottement sont minimum avec une proportion de fibres de verre de 10% en poids. Ils augmentent tous les deux lorsque cette proportion est réduite ou augmentée [61]. En plus, le taux d'usure du composite de polyester renforcé des fibres de verre est généralement inférieur à celui du composite polyester non renforcé [61].

✓ **Température**

La température a un effet important sur le comportement de frottement des matériaux composites [57], [60], [62]–[64].

En général, le comportement tribologique de polymères et de composites à matrice polymère peut être associé à leurs propriétés viscoélastiques qui sont liées à la température [53]. Par exemple, à une température élevée (200°C), l'usure du PEEK diminue de manière significative [62] car au-dessus de sa température de transition vitreuse T_g , le PEEK est viscoplastique. Ce qui favorisa le développement de films d'écoulement et de transfert de plastique [62].

Il a été remarqué que le coefficient de frottement de ce composite augmente avec la température à cause de l'augmentation de l'adhésion. En effet, la surface de contact réelle lors de la déformation à 200°C, est plus grande que celle à basse température et la force de cohésion dans le PEEK est supérieure à la force d'adhérence entre le PEEK et la contre face en acier [62].

Dans le cas d'un composite PES renforcé fibres de verre [64], son coefficient de frottement sur l'acier est peu dépendant de la température dans une large plage de température allant de 50°C à 200°C. Ceci est expliqué par l'effet d'adoucissement thermique et d'écoulement plastique lors du glissement du composite. La figure 1-33 montre l'évolution du coefficient de frottement de ce matériau en fonction de la température.

Ainsi, nous pouvons conclure que l'effet de la température sur le coefficient de frottement pour les matériaux composites dépend principalement de leurs compositions.

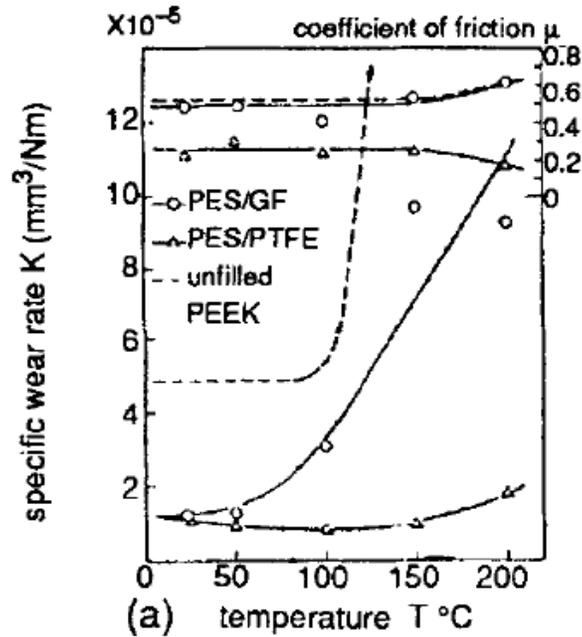


Fig 1- 33 : Variations typiques du coefficient de frottement et de la profondeur d'usure à différentes températures de PES composite renforcé de fibres de verre [64]

✓ **Force normale**

Le coefficient de frottement dépend considérablement de la force normale [5, 13]. Pour la majorité des études faites sur le frottement des composites comme le polyétherimide renforcé des fibres de verre contre un acier, les composites de polyamide, de polyéthylène, de polyester, ..., il était trouvé que le coefficient de frottement augmente avec la force normale imposée et évolue linéairement avec elle [53].

Pour le frottement de polymères et de composites contre l'acier, les coefficients de frottement sont peu influencés par la charge appliquée et la durée du frottement par contre les taux d'usure de ces matériaux sont grandement influencés par la charge normale appliquée [56].

Des travaux ont montré que le coefficient de frottement de composite contre des métaux augmente avec la diminution de la force normale (figure 1-34) [16]. D'autres travaux prouvent que le coefficient de frottement augmente avec l'augmentation de la force normale [59] (figure 1-35). Donc, l'effet de la force normale dépend du type de composite et de son comportement. En général, l'augmentation du coefficient de frottement avec l'augmentation de la charge normale est attribuée au détachement et à l'enlèvement des matériaux usés et au contact accru avec des fibres du tissu de renfort. Plus la charge normale est élevée, plus le temps pour atteindre un frottement constant est réduit. Cela est dû au fait que la rugosité de la surface et d'autres paramètres atteignent un niveau stable en une période plus courte lorsque la charge normale est plus élevée [65].

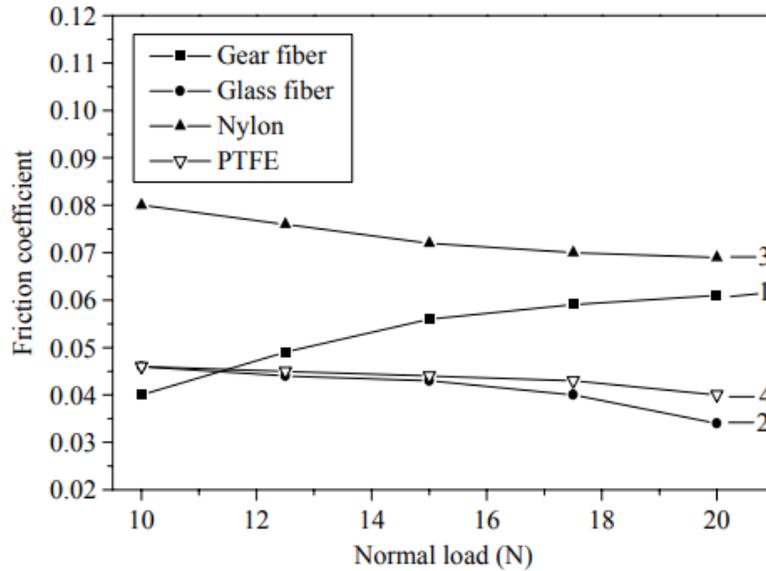


Fig 1- 34 : Coefficient de frottement en fonction de la charge normale, pour une vitesse de glissement: 1 m/s et une humidité relative de 70% [65]

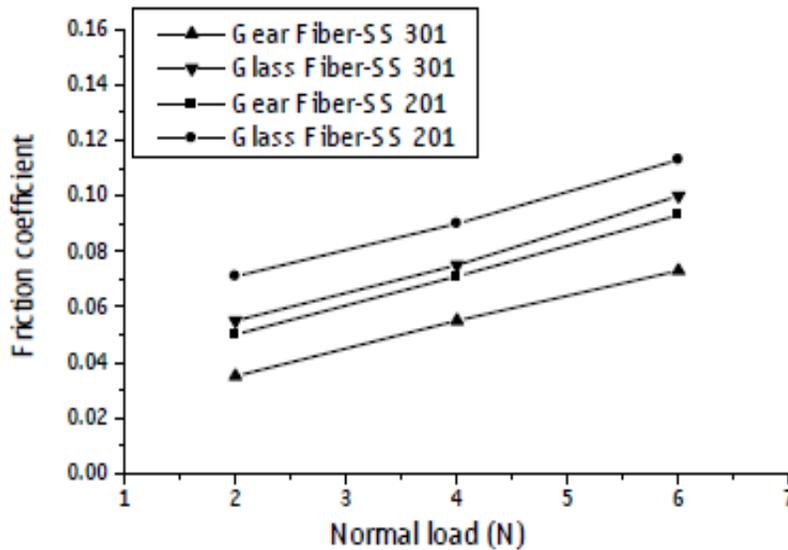


Fig 1- 35 : Comparaison du coefficient de frottement sur acier inoxydable de différents composites en fonction de la charges normales (vitesse de glissement: 0,4 m/s) [65]

✓ **Vitesse de glissement**

La vitesse de glissement possède un effet notable sur le comportement du coefficient de frottement [5, 13]. Il a été rapporté que l'influence de la vitesse de glissement sur l'usure du polymère et de son composite est plus prononcée en comparaison avec l'influence de la charge appliquée[56].

En général, le coefficient de frottement augmente avec l'augmentation de la vitesse de glissement [56]. Mais cette conclusion n'est pas toujours vraie [17]. Réellement, il existe un point seuil de la vitesse où le coefficient de frottement diminue avec, comme la figure 1-36 montre. En effet, on observe dans un premier temps que le coefficient de frottement diminue avec l'augmentation de la vitesse de glissement. Mais à une valeur seuil de celle-ci, le coefficient de frottement augmente légèrement avec l'augmentation de la vitesse de glissement [66].

La diminution du coefficient de frottement en fonction de la vitesse de glissement peut être due à l'augmentation de la température dans la zone de frottement. Cette augmentation est liée à une puissance dissipée plus importante à fortes vitesses. Un changement de température peut modifier le comportement mécanique des matériaux [66]. En conséquence, un film se forme entre les interfaces de glissement. Il en résulte une diminution du coefficient de frottement à une valeur minimale à cette vitesse.

Par contre, l'augmentation du coefficient de frottement en fonction de la vitesse de glissement est attribuée à la rupture des fibres de renforcement exposées et à la modification des caractéristiques de la surface [66].

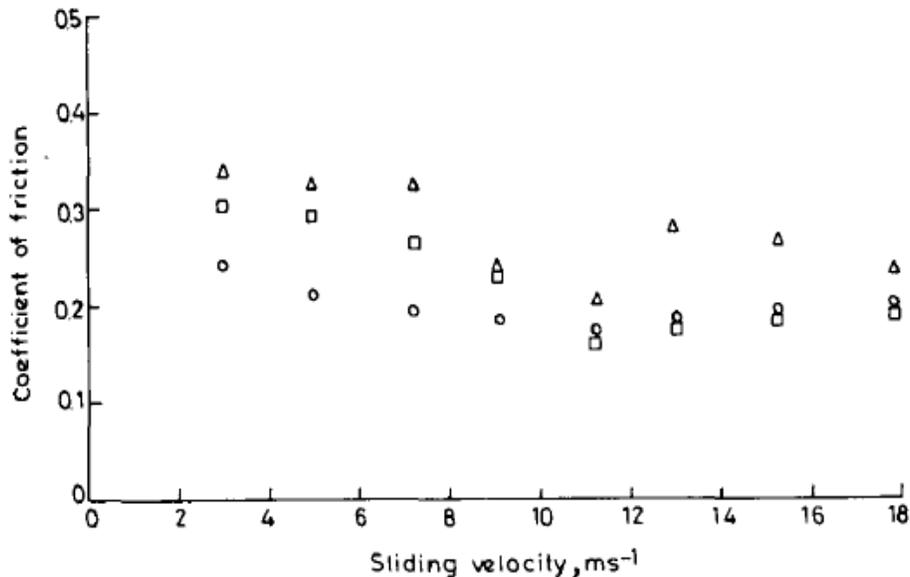


Fig 1- 36 : Variation du coefficient de frottement avec la vitesse de glissement pour les composites en verre/phénolique pour (○) 30%, (□) 36%, (Δ) 20% en poids de résine [66]

Parfois la vitesse de glissement n'a pas d'effet significatif sur le coefficient de frottement, par exemple dans le cas des composites polyester renforcés des fibres de verre courtes [61]. Dans ce cas, l'augmentation des vitesses de glissement génère une augmentation du taux d'usure.

✓ Rugosité

La rugosité joue un rôle primordial dans le comportement de frottement de composites [2, 4, 6, 7, 10, 13]. Il existe toujours une rugosité optimale pour minimiser le frottement. En effet, plus la rugosité de la surface de contact est faible plus la surface réelle de contact est grande. Ce qui donne une valeur plus grande au composant adhésif du frottement.

Par contre, si les surfaces de contact sont rugueuses, la composante de déformation plastique sera plus importante. Donc, entre ces deux cas extrêmes, il y a une valeur optimale de rugosité qui donne un coefficient de frottement faible [50]. La figure 1-37 montre l'allure de l'évolution de la force de frottement en fonction de la rugosité [2].

Donc, le coefficient de frottement diminue en fonction de la rugosité indiquant l'adhésion, jusqu'à une valeur optimale. Puis, il augmente avec l'augmentation de la rugosité pour entrer dans la zone de déformation plastique.

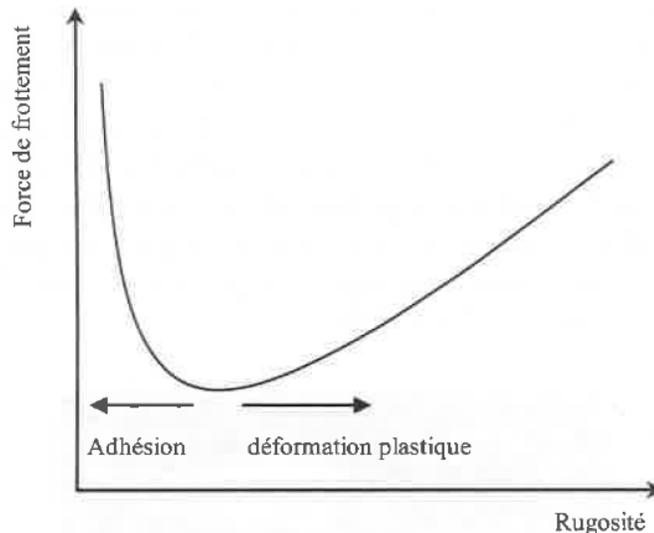


Fig 1- 37 : Influence de la rugosité sur le coefficient de frottement [50]

Des études rapportées sur le frottement de composite contre des surfaces en acier lisses et rugueuses, ont trouvé que le coefficient de frottement et le taux d'usure de ces matériaux sont influencés d'une manière significative par l'état de la surface [56]. En effet, ce coefficient diminue initialement lors de l'augmentation de la rugosité de surface pour les surfaces lisses. Ceci a été attribué à la réduction de la surface de contact réelle, tandis que l'augmentation ultérieure du frottement avec une rugosité de surface croissante est attribuée à l'enchevêtrement des aspérités de rugosité [67].

Généralement, dans le cas de présence de lubrification, une réduction de la rugosité de surface conduit à une réduction du coefficient de frottement, qui est principalement due à une diminution de la profondeur de pénétration de la surface de l'acier dans les polymères. Ainsi, la partie déformante du frottement est considérablement réduite et la partie adhésive du frottement

est également négligeable, en raison des conditions lubrifiées utilisées lors des tests tribologiques [52].

Dans le cas contraire (absence de lubrification), une réduction de la rugosité de surface entraîne une augmentation significative du coefficient de frottement. Par contre, dans des conditions de glissement prédominantes dans l'adhérence (surfaces en acier lisses, faibles valeurs de pression de contact et pas de lubrification), l'adhésif joue un rôle dominant dans le frottement global.

Ainsi, plus la surface de l'acier est rugueuse, plus la composante déformative du frottement est déterminante alors que plus la surface de l'acier est lisse, plus la composante adhésive du frottement est déterminante [52]. La figure. 1-38 décrit cette évolution du coefficient de frottement avec ses différentes composantes en fonction de la rugosité de surface de contact [4].

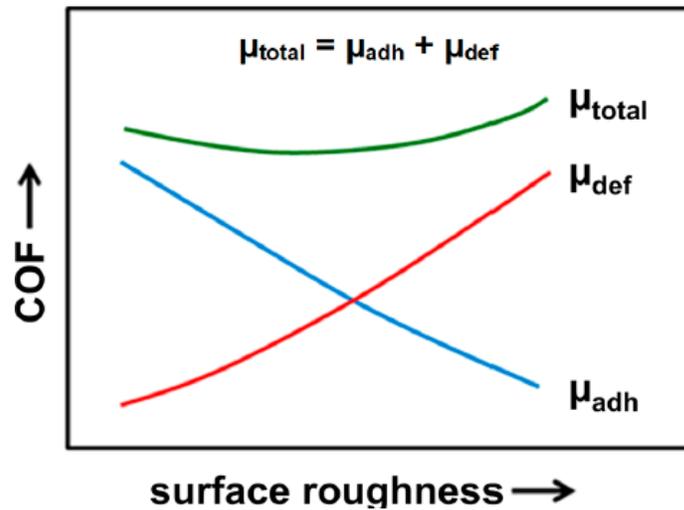


Fig 1- 38 : Influence de la rugosité de surface sur les composants adhésif et déformant de coefficient de frottement [52]

La littérature rapporte que le comportement en frottement des composites polyester renforcés des fibres de verre, dépend principalement de la force normale, de la vitesse de glissement, des orientations des fibres, de la distance de frottement et de la durée du frottement [63]. En plus, les effets de la force normale, de la vitesse de glissement et de l'orientation de fibres sont plus importants que l'effet de la durée de frottement [63].

Pour cette étude, cinq paramètres vont être regardés pour déterminer leurs influences sur le comportement en frottement du composite utilisé. Ces paramètres sont la température, l'épaisseur du composite LU1, la rugosité des surfaces de contact, la vitesse de glissement et la force normale.

Finalement, l'étude du comportement tribologique du composite polyester renforcé des fibres de verre aide à déterminer les paramètres du laminage qui permettent la modélisation thermomécanique de ce procédé, en étudiant les paramètres influençant son comportement de frottement. Cette modélisation consiste à prédire les contraintes du laminage de composite et

l'évolution de la température lors de son passage entre les cylindres de la calandre. Le paragraphe suivant va introduire les principales méthodes mécaniques et thermiques utilisées pour modéliser le laminage.

I.7- Modélisation thermomécanique du laminage : méthodes de résolution

Il existe plusieurs méthodes de calcul permettant la modélisation du laminage. Le choix de la méthode dépend de la nature ou du type de laminage (laminage à chaud, laminage à froid, laminage symétrique, laminage asymétrique), du comportement du produit à laminier et des résultats recherchés.

I.7.1- Modélisation mécanique

Les principales méthodes de la modélisation mécanique du laminage utilisées généralement dans le cas des métaux, sont présentées ci-après.

✓ Méthode de l'énergie de déformation [19]

Cette méthode est basée sur deux hypothèses : la vitesse de déformation $\dot{\epsilon}$ et la contrainte d'écoulement σ_0 , qui sont supposées uniformes.

Pour tout volume déformé plastiquement V , la puissance de déformation plastique s'écrit sous la forme :

$$\dot{W}_i = \sigma_0 \cdot \dot{\epsilon} \cdot V \quad (\text{éq 7})$$

La méthode de l'énergie de déformation permet de fournir très rapidement un ordre de grandeur des efforts moteurs et de l'énergie mise en jeu dans le procédé.

Cependant cette méthode ne décrit pas la nature de contacts métal-outil et néglige le travail de frottement. De plus, la géométrie n'est que sommairement décrite donc l'uniformité des vitesses de déformations n'est souvent pas vérifiée.

Dans ce cas, le laminage du composite polyester renforcé des fibres de verre induit potentiellement une hétérogénéité de déformation nécessitant de prendre en compte les travaux du frottement et de la dissipation de l'énergie. Ainsi, cette méthode n'est pas applicable pour modéliser mécaniquement le laminage du composite LU1.

✓ Méthode des lignes d'écoulement [19]

Cette méthode est basée sur des données expérimentales du champ de vitesses, ou encore d'un champ de vitesse supposé a priori. Donc, la détermination des vitesses de déformation et des contraintes dans un écoulement se fait à partir des données expérimentales.

Cette méthode n'est valable que pour les écoulements stationnaires de corps rigides plastiques et viscoplastiques. Aussi, c'est une méthode compliquée et elle permet seulement d'encadrer les forces du laminage.

Cette méthode est à éliminer dans ce cas, vu les conditions opérationnelles de notre travail et les conditions qu'elle impose.

✓ **Méthode des bornes supérieures (MBS)**

La méthode des bornes supérieures est adaptée en particulier pour les produits plats [68]. C'est un outil permettant la modélisation des procédés de mise en forme.

Elle est classée comme une méthode d'encadrement. En effet, elle permet de donner une valeur approchée des principales grandeurs mécaniques du laminage comme l'effort de laminage, les couples de laminage,

Cette méthode utilise la forme intégrée du principe des puissances virtuelles. L'introduction du théorème du travail maximal permet d'écrire le bilan énergétique, en estimant une valeur approchée de la force et du couple de laminage.

Il existe plusieurs travaux qui développent cette approche, par exemple ceux de H. Haghghat, P. Saadati [69] et d'H.Le Dang [70].

Généralement, cette méthode est utilisée dans le cas de laminage à froid où les champs (de vitesse et de contraintes) sont uniformes [70]. Cependant dans le cas où le laminage est un laminage à chaud et que les champs ne sont plus uniformes, cette méthode ne donne pas de bons résultats.

✓ **Méthode des tranches**

Cette méthode est essentiellement une technique de calcul des contraintes [71]. Elle permet de calculer une valeur approchée des efforts moteurs et de distribution de pression au contact des outils, en tenant compte des frottements.

Le principe de la méthode des tranches, décrit dans la figure 1-39, est de diviser la pièce à laminier en des tranches verticales infiniment minces et d'utiliser l'équation d'équilibre des forces appliquées.

Une expression des contraintes principales est dégagée, en combinant le critère de la plasticité et l'équation d'équilibre précédente.

Les conditions aux limites permettent alors de trouver les contraintes.

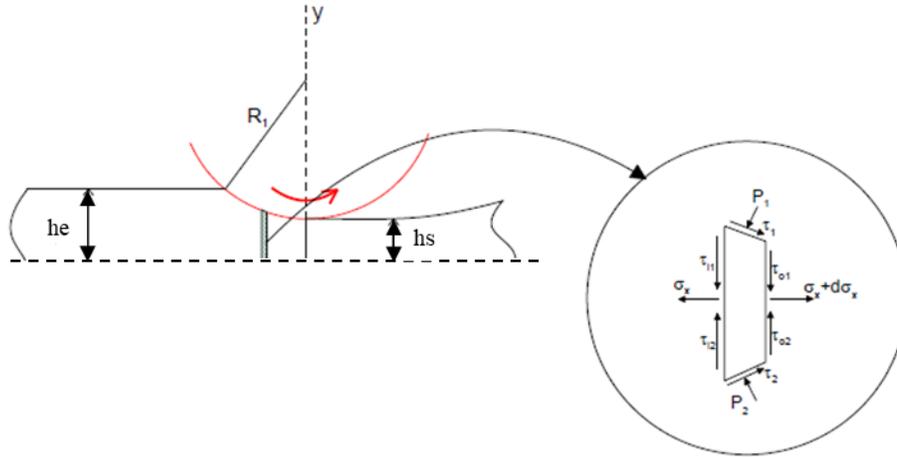


Fig 1- 39 : Schéma de méthode des tranches [19]

La figure 1-40 montre les différents paramètres de la méthode des tranches. En général, V_e est inférieure à la vitesse du cylindre V_c à l'entrée de l'emprise. Avec $V_c = \omega R$.

Du point de vue mécanique, il y a un changement du signe de τ . En effet, au bord de l'entrée de l'emprise, le matériau avance moins vite que les cylindres. Le frottement va l'entraîner vers l'aval.

A la sortie, le matériau ira plus vite. Il est donc freiné par celui-ci (frottement résistant). D'où la notion du point neutre C, où la vitesse de la pièce est égale à la vitesse tangentielle du cylindre et τ change de signe. Soit h_c : l'épaisseur à ce point.

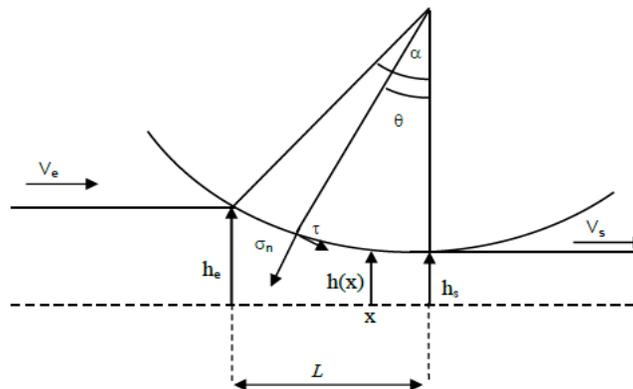


Fig 1- 40 : Méthode des tranches [70]

Dans la zone de contact bande/cylindre où l'abscisse x appartient à $[-L, 0]$, un changement de variable de x avec l'angle $\theta \in [-\alpha, 0]$ donne : $x=R.\sin(\theta)$ (éq 8)

La méthode des tranches utilise les hypothèses suivantes [70] :

- ✓ la déformation est plane (2D)

- ✓ le comportement est rigide plastique de Von Mises
- ✓ les composantes de cisaillement sont négligeables, en particulier la composante σ_{xy} . Les axes Ox, Oy et Oz sont les directions principales du tenseur des contraintes qui s'écrit sous la forme :

$$[\sigma] = \begin{bmatrix} \sigma_{xx} & 0 & 0 \\ 0 & \sigma_{yy} & 0 \\ 0 & 0 & \sigma_{zz} \end{bmatrix}$$

Le comportement rigide plastique permet d'écrire : $\sigma_{zz} = \frac{1}{2}(\sigma_{xx} + \sigma_{yy})$ (éq 9)

Selon le critère de Von Mises [70] et pour $\sigma_{xx} > \sigma_{yy}$, on a :

$$\sigma_{xx} - \sigma_{yy} = \frac{2}{\sqrt{3}} \sigma_0 \quad (\text{éq 10})$$

Dans une tranche, les déformations et les contraintes sont homogènes. Donc, σ_{xx} et σ_{yy} ne dépendent pas de y.

Les équations finales obtenues après l'utilisation de la loi de coulomb, sont [70] :

Avant le point neutre :

$$\frac{d \sigma_{xx}}{d\theta} = \left[-\frac{2 \sigma_0}{\sqrt{3}} \sin\theta + \frac{\mu}{\cos\theta - \mu \sin\theta} \left(\sigma_{xx}(\theta) - \frac{2}{\sqrt{3}} \sigma_0 \right) \right] \frac{R}{h_s + R(1 - \cos\theta)} \quad (\text{éq 11})$$

Après le point neutre :

$$\frac{d \sigma_{xx}}{d\theta} = \left[-\frac{2 \sigma_0}{\sqrt{3}} \sin\theta - \frac{\mu}{\cos\theta + \mu \sin\theta} \left(\sigma_{xx}(\theta) - \frac{2}{\sqrt{3}} \sigma_0 \right) \right] \frac{R}{h_s + R(1 - \cos\theta)} \quad (\text{éq 12})$$

L'intégration de l'équation (11) à partir de l'entrée et des conditions aux limites en entrée, $\theta = -\alpha$, $\sigma_{xx}(-\alpha) = \sigma_e$ donne la contrainte jusqu'au point C.

L'intégration de l'équation (12), à partir de la sortie donne la contrainte après le point C.

✓ Méthode des éléments finis (FEM)

Actuellement, cette méthode est considérée comme la méthode reine pour tout problème qui n'est pas résolu par la méthode des tranches [68]. Elle n'exige aucune des hypothèses restrictives imposées aux autres. On l'utilise dans la plupart des problèmes où les effets 3D significatifs existent comme l'élargissement en laminage à chaud et la déformation des cylindres. Aussi, on l'utilise quand on s'intéresse aux gradients verticaux ou transverses comme les gradients de la température, de la déformation, des contraintes résiduelles, ...

Cette méthode permet de traiter des géométries complexes. Parmi ses paramètres importants, on cite le maillage de la structure à modéliser. En effet, le maillage influe sur les résultats finaux et leur précision.

L'inconvénient de cette méthode est que le temps de calcul peut être important.

✓ Conclusion

Les méthodes des tranches et des éléments finis permettent de traiter toutes les lois de comportements (anisotropie comprise), tous les couplages (thermique, métallurgie, mécanique produit/outil). Elles sont toutes les deux applicables dans le cas du laminage à chaud [72]. Ainsi, dans la modélisation mécanique du laminage du composite polyester renforcé des fibres de verre, nous allons utiliser seulement ces deux méthodes car les autres méthodes ne sont pas applicables dans nos conditions.

I.7.2- Modélisation thermique

La modélisation des effets thermiques lors du laminage pose plusieurs problèmes. En effet, pour la phase de réchauffage dans le four préalable au passage dans le laminoir, il faut obtenir l'homogénéité de la température du produit à laminer.

Le produit final sera soumis à des cycles thermiques agissant sur sa microstructure (pour les métaux) et son comportement. Donc la thermique est à considérer comme un problème couplé produit-outil (laminoirs).

La 1^{ère} étape de la modélisation thermique du laminage est ainsi de définir l'équation de la chaleur et de l'appliquer à notre système, en la discrétisant. Par la suite, la 2^{ème} étape est la résolution du système d'équations discrétisées obtenu.

✓ Equation de chaleur

L'équation de conservation de l'énergie ou équation de la chaleur est considérée généralement comme la base des modélisations thermiques. Elle s'écrit sous la forme :

$$\rho C_p \frac{\partial T}{\partial t} + \rho C_p \vec{v} \cdot \overrightarrow{\text{grad}T} = \text{div}(\lambda \overrightarrow{\text{grad}T}) + \dot{w}_{\text{vol}} \quad (\text{éq 13})$$

Il faut tenir en compte du terme convectif $\vec{v} \cdot \overrightarrow{\text{grad}T}$ dans les calculs eulériens qui peuvent s'avérer intéressants pour le laminage où la matière s'écoule à travers les rouleaux dont le centre reste à une position fixe [19]. On ajoute aussi le terme : $\sigma_0 \dot{\epsilon}$, qui désigne la puissance plastique transformée en chaleur.

✓ Les sources de chaleur surfacique :

Les sources de chaleur localisées à l'interface outil-matière peuvent être considérées comme des flux de chaleur imposés de type Fourier [20]. Elles sont décrites par :

$$-\lambda \cdot \overrightarrow{\text{grad}(T)} \cdot \vec{n} = \Phi^d \quad (\text{éq 14})$$

Où \mathbf{d} peut représenter plusieurs phénomènes [19].

Le flux surfacique représente une partie de l'énergie de frottement. C'est la chaleur libérée par frottement entre les cylindres et la barre diffuse dans la matière et dans l'outil.

Le coefficient de partage \mathbf{p} est défini à partir de l'effusivité ε comme suit :

$$\varepsilon = \sqrt{\rho C_p \lambda} \quad (\text{éq 15})$$

Soit, le coefficient de partage \mathbf{p} entre les deux matériaux en contact :

$$\mathbf{p} = \frac{\varepsilon_{\text{barre}}}{\varepsilon_{\text{barre}} + \varepsilon_{\text{cylindre}}} \quad (\text{éq 16})$$

✓ Chaleur dissipée par la déformation plastique

La formule de l'énergie plastique transformée en chaleur est :

$$\dot{W}_{\text{vol}} = \Gamma_d \sigma_0 \cdot \dot{\varepsilon} \quad (\text{éq 17})$$

Où Γ_d peut être assimilé au coefficient de Taylor-Quinney. Il est en général voisin de 0.9, pour les polymères [19].

L'application de cette source de chaleur nécessite le couplage d'un modèle thermique et d'un modèle mécanique pour obtenir à la fois les champs de vitesses de déformation et des contraintes.

✓ Effets du milieu environnant

Ces effets présentent les conditions aux limites introduisant les interactions entre la barre et le milieu extérieur.

Les surfaces en contact avec l'air ambiant possèdent des conditions aux limites de type Fourier, modélisées par un coefficient d'échange (convection forcée et rayonnement) \mathbf{h} :

$$-\lambda \overrightarrow{\text{grad}}(\mathbf{T}) \cdot \vec{\mathbf{n}} = \mathbf{h}(\mathbf{T} - \mathbf{T}_\infty) \quad (\text{éq 18})$$

Les échanges thermiques par rayonnement ont comme expression :

$$-\lambda \nabla T \cdot \mathbf{n} = e \cdot \sigma (T^4 - T_\infty^4) \quad (\text{éq 19})$$

Où σ : la constante de Stefan ($\sigma = 5.67 \cdot 10^{-8} \text{ W} \cdot \text{K}^{-4} \cdot \text{m}^{-2}$) et e : l'émissivité de la barre. Dans ce cas, on va négliger les échanges par rayonnement pour simplifier le calcul.

✓ Méthode des différences finies

Cette méthode permet de prendre en compte le cas du champ de vitesse subi par le matériau dans le terme de dérivée particulaire de la température.

L'équation de la chaleur s'écrit comme suit :

$$\rho C \overrightarrow{\mathbf{v}} \text{grad}(\mathbf{T}) = \lambda \Delta(\mathbf{T}) + \Gamma_d \sigma_0 \dot{\varepsilon} \quad (\text{éq 20})$$

Soit en deux dimensions :

$$\rho C \begin{pmatrix} v_{i,j}^x \\ v_{i,j}^y \end{pmatrix} \begin{pmatrix} \frac{\partial T}{\partial x / i,j} \\ \frac{\partial T}{\partial y / i,j} \end{pmatrix} = \lambda \Delta(T) + \Gamma_d \sigma_0 \dot{\varepsilon} \quad (\text{éq 21})$$

Les étapes de la méthode des différences finies sont :

(1) le maillage du domaine : on construit l'ensemble des points du domaine de définition sur lequel la méthode des différences finies est appliquée.

(2) la construction du maillage : pour construire le maillage, on utilise les développements en séries de Taylor autour de x , de la fonction :

$$T(x + h) = T(x) + h \cdot T'(x) + \dots + \frac{h^n}{n!} T^{(n)}(x) \quad (\text{éq 22})$$

Soit $T_{i,j} = T(x_i, y_j)$

A partir de développement précédent à l'ordre 2, pour $x=x_i$ et $y=y_j$, on obtient :

$$\begin{cases} \left\{ \frac{\partial T}{\partial x} \right\}_{i,j} = \frac{T_{i+1,j} - T_{i-1,j}}{2 \cdot \Delta x} \\ \left\{ \frac{\partial T}{\partial y} \right\}_{i,j} = \frac{T_{i,j+1} - T_{i,j-1}}{2 \cdot \Delta y} \end{cases} \quad (\text{éq 23})$$

Par sommation des développements en séries de Taylor des fonctions $T(x + h_1)$ et $T(x - h_2)$ à l'ordre 2, on obtient :

$$\begin{cases} \left\{ \frac{\partial^2 T}{\partial x^2} \right\}_{i,j} = \frac{T_{i+1,j} - 2T_{i,j} + T_{i-1,j}}{\Delta x^2} \\ \left\{ \frac{\partial^2 T}{\partial y^2} \right\}_{i,j} = \frac{T_{i,j+1} - 2T_{i,j} + T_{i,j-1}}{\Delta y^2} \end{cases} \quad (\text{éq 24})$$

(3) la définition des conditions aux limites : en général, on impose sur le contour (en tout point), des conditions aux limites de type Dirichlet ou Neumann ou bien encore Fourier. En effet, la condition aux limites de Dirichlet est utilisée lorsqu'on a une température imposée sur les frontières/limites du domaine. Une condition aux limites de Neumann est utilisée lorsqu'on a un flux imposé sur les frontières/limites du domaine. Enfin, la condition de Fourier est utilisée lorsqu'on a une condition d'échange (rayonnement et/ou convection).

(4) la résolution du système

En résumant, la méthode des différences finies permet de garantir une grande simplicité d'écriture et un faible coût de calcul. Mais elle est limitée par la géométrie des domaines de calcul et elle pose des difficultés pour la prise en compte des conditions aux limites.

I.8- Considérations opérationnelles

La calandre n'a été opérationnelle que 4 mois avant la fin de la thèse, ce qui n'a pas permis d'effectuer d'essais sur celle-ci de façon itérative, permettant de cibler les mesures et la détermination des lois de comportement. Le projet a donc été mené en caractérisant les propriétés du composite et le coefficient de frottement, paramètres relevés comme importants dans la littérature, avant d'effectuer quelques essais sur la calandre.

Le matériau et les caractéristiques de la calandre sont imposés dès le début du projet. Vu le manque du temps, nous avons travaillé avec une seule calandre et nous n'avons pas l'occasion de modifier ses caractéristiques et donc de dimensionner pour optimiser le laminage du composite.

I.9- Conclusion

Dans cette partie bibliographique, une étude de matériaux composites à matrices thermoscurcissables renforcés des fibres de verre à l'échelle industrielle nous a permis de déterminer leur importance par rapport aux autres matériaux, due à leurs performances concurrentielles.

L'étude du marché mondial des composites a montré que ce type de matériau joue un rôle très important dans différents secteurs industriels. Mais malgré cette importance, ce type de composite (polyester/fibres de verre) rencontre plusieurs problèmes au niveau de son recyclage. En effet, les méthodes de recyclage actuelles dégradent les propriétés mécaniques de fibres de verre jusqu'à les rendre inutilisables. De même, ce sont des méthodes coûteuses. Donc, une nouvelle méthode de recyclage de déchets de composites polyesters renforcés de fibres de verre, est proposée dans ces travaux de thèse. Il s'agit du laminage avec une calandre chauffée.

L'étude du laminage et des caractéristiques de la calandre montre que la maîtrise de la température, du taux de déformation et de la rugosité permettent de garantir la qualité du produit final. Ainsi, pour appliquer le laminage au composite polyester/fibres de verre, on a besoin d'étudier son comportement thermomécanique et tribologique, en traitant l'aspect métrologique du composite après son laminage. La figure 1-41 explique la relation et l'interaction entre l'aspect mécanique, thermique et métrologique du laminage consistant à définir la méthodologie de ce travail.

Ces différentes caractérisations du composite aident à déterminer les paramètres du laminage mentionnés précédemment. Ces paramètres permettent de modéliser thermo-mécaniquement le laminage du composite. Donc, l'étape suivante de ce travail est la caractérisation thermomécanique de composite polyester renforcé de fibres de verre.

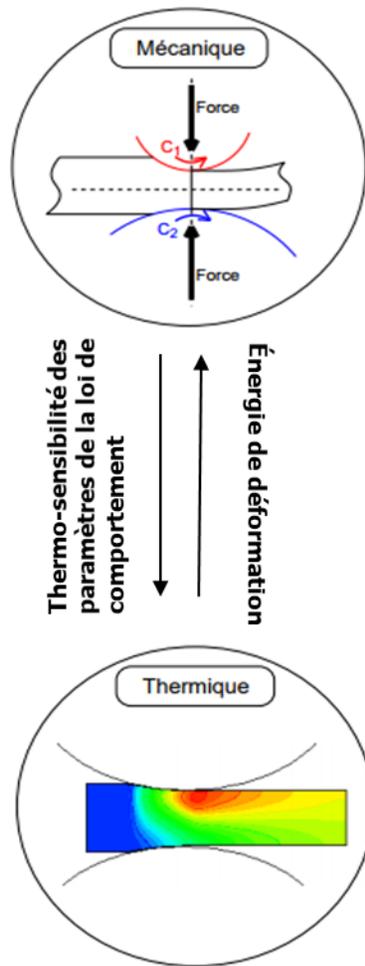


Fig 1- 41 : Principales interactions, métallurgiques, thermiques et mécaniques lors du laminage à chaud [19]

Chapitre II : Caractérisation thermomécanique du comportement des composites polyester/fibres de verre

II.1- Introduction	81
II.2- Procédés et matériaux utilisés	81
II.2.1 - Procédé d'élaboration du composite étudié.....	81
II.2.2 - Composition du composite étudié	82
II.3- Caractérisation thermochimique de composites	84
II.3.1 - Essais et protocoles utilisés pour le DSC	84
II.3.2 - Résultats.....	85
II.4- Caractérisation thermo-mécanique du composite LU1	86
II.4.1 - Etude mécanique statique de la résine polyester et du composite LU1	87
II.4.1.1 - Essais de traction statique de la résine polyester	88
II.4.1.2 - Essais de traction statique du composite LU1	92
II.4.1.3 - Essai de flexion statique du composite LU1	98
II.4.2 - Etude Dynamique de du composite LU1	100
II.4.2.1 - Dispositif et essais expérimentaux	100
II.4.2.2 - Résultats et discussions	100
Conclusion.....	104
II.5- Etude d'endommagement et de vieillissement de composite.....	104
II.5.1- Etude d'endommagement	105
II.5.2- Caractérisation d'endommagement et du vieillissement et ses protocoles	105
II.5.2.1- Vieillissement thermo-mécanique de résine : traction cyclique à haute température	105
II.5.2.2- Vieillissement thermo-mécanique du composite : traction cyclique à haute température	107
II.5.2.3- Vieillissement thermochimique : hydrolyse à différentes températures.....	112
II.6- Conclusion.....	120
Conclusion.....	170

II.1- Introduction

Nous avons vu au chapitre précédent que la grande majorité des composites actuellement commercialisés sont à base de résines polyesters renforcées par des fibres de verres. L'objectif principal de ce travail de thèse étant de proposer une nouvelle voie de recyclage pour les pièces de grandes dimensions, nous avons choisi de nous focaliser sur les déchets issus du nautisme qui répondent en termes de taille à notre objectif et en termes de nature par rapport à la problématique générale du recyclage. Les composites modèles que nous avons choisi d'étudier seront donc représentatifs de cette activité. Dans ce chapitre, la première étape consiste à présenter le composite utilisé et sa méthode de fabrication. La deuxième étape sert à caractériser le comportement thermochimique et thermomécanique (en statique et en dynamique) du composite élaboré, avant son recyclage et de sa matrice. Pour cela nous utiliserons des tests de traction et de flexion statique et dynamique et un calorimètre différentiel à balayage (DSC). Pour l'étude de vieillissement mécanique et thermochimique du composite, la traction cyclique et la technique l'hydrolyse en milieu aqueux sous pression normale, seront employées

II.2- Procédés et matériaux utilisés

II.2.1 - Procédé d'élaboration du composite étudié

Les procédés utilisés industriellement pour la fabrication de pièces composites de grandes dimensions sont le moulage au contact [8], [73] et l'infusion [74].

- Moulage au contact :

C'est la première technique qui a été employée pour la mise en forme de composites. Son principe est basé sur deux grandes étapes qui sont la dépose des renforts et de la matrice dans un moule en couches successives suivie de la transformation physico-chimique de la matrice aboutissant à la pièce finalisée. C'est une technique manuelle qui est adaptée pour des petites séries. Pour cette étude, nous avons utilisé le procédé du moulage au contact car les pièces sont à formes simples et à nombre limité. Les principales étapes de ce procédé, présentées sur la figure 2-1, sont [75] :

- nettoyage et cirage par un agent démoulant (cire) du moule. En effet, la cire sert à faciliter le démoulage et à donner un effet de glaçage parfait à la surface finale.
- disposition d'une couche de résine, ensuite une couche de renfort, puis une couche de résine et ainsi de suite, d'une façon alternative. Souvent, cette étape est précédée de la pose d'un gel-coat pour assurer un bon état de surface de la pièce finale. Nous avons fait le choix dans ces travaux de ne pas considérer cette configuration pour notre première approche.

Après la transformation de la résine par polymérisation, quelques heures à la température ambiante ou quelques dizaines de minutes à haute température (effet « catalyseur » de la température sur la réaction chimique), la pièce est démoulée.

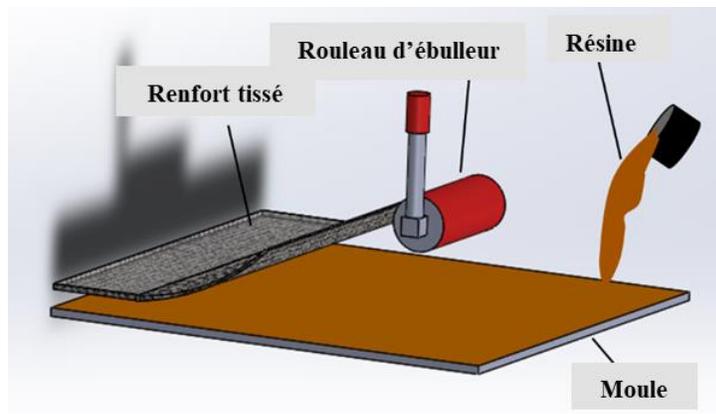


Fig 2- 1 : Schéma simplifié du procédé de moulage au contact

Les avantages de ce procédé sont principalement sa facilité de mise en œuvre, son coût faible par rapport aux autres techniques (infusion, ...) et la possibilité de fabriquer des pièces de très grandes dimensions et de poids légers comme des coques de bateaux, des réservoirs, des carrosseries de voiture de sport, ...

Cependant, le moulage au contact ne permet d'obtenir qu'une seule face lisse. En outre, le facteur humain limite la cadence de production et la reproductibilité d'élaboration car le moulage au contact est un procédé manuel. De plus, l'épaisseur finale des parois n'est pas parfaitement maîtrisée.

✓ **Infusion**

L'infusion est un procédé de mise en forme de composites permettant de mettre sous vide des renforts secs dans un moule ou sur une plaque fermée par une bâche. Ensuite, ces renforts sont imprégnés de résine en utilisant la dépression créée dans le moule. Parfois, le pot de transfert de la résine peut être légèrement mis en pression pour assister l'imprégnation. Cette technologie autorise la réalisation de pièces monolithiques (faible et forte épaisseur) et des sandwichs. Ses avantages sont [75] : la qualité de la pièce finale (réduction de taux de porosité), une consommation de résine moindre comparée au moulage au contact, d'où un taux de fibres supérieur, donc un meilleur rapport résistance/poids et la réalisation de pièces de grande taille en une seule fois.

Dans ce cas d'étude, nous allons adapter le procédé du moulage au contact pour fabriquer le composite car l'objectif est le recyclage de déchets en composite de grandes dimensions comme les coques des bateaux et les pales d'éolienne qui sont fabriqués par le moulage au contact [8], [73].

II.2.2 - Composition du composite étudié

Trois composites étaient initialement prévus pour cette étude, une référence dont la composition est proche de celles utilisées dans le domaine naval [8], [76], dénommée LU1, et fabriquée par le moulage au contact. Deux autres variantes identiques en termes de renforts, réalisés au moulage au contact, LU2 avec la même résine que LU1, et IN fabriquée avec l'infusion avec une résine d'infusion. Le tableau 2-1 résume leurs compositions.

Les variantes LU2 et IN ont la même composition afin de traiter l'influence du procédé de mise en forme sur le comportement du composite obtenu. Pour avoir l'effet de la composition (mat + tissu) associée au moulage au contact, nous allons étudier les comportements du LU1 comparativement à celui du LU2.

Les résines utilisées pour le moulage au contact et l'infusion sont différentes. Les tableaux 2- 2 et 2- 3 montrent leurs caractéristiques mécaniques. Pour les fibres de verre, mats et tissus de type taffetas (ou toiles) qui ont une armure simple de type "damier" tissée à 90°, leurs caractéristiques sont données dans le tableau 2-4.

Les pourcentages massiques visés pour ces composites sont de 65% pour la résine et de 35% pour les fibres de verre. Soit un pourcentage en volume pour les fibres de verre égale à 17% et 83% pour la résine polyester insaturée.

Ces différents composites ont été caractérisés thermo-mécaniquement au début de cette étude. N'ayant eu le temps de tester sur la calandre que le matériau LU1, par soucis de clarté, nous choisissons de présenter dans ce chapitre uniquement l'étude complète sur le composite LU1. Le lecteur pourra se référer à la référence [3] s'il veut avoir connaissance des résultats obtenus pour les matériaux LU2 et IN. Cette présentation se limitera donc pour la suite au seul composite LU1.

L'ordre de la disposition de ses plis est : la mise du mat de faible grammage au plus grand puis la mise du tissu en dernier lieu.

Les échantillons de LU1 ne présentent exactement pas les mêmes fractions volumiques de résine et de fibres de verre et les mêmes propriétés d'interface fibres/matrice car on a fabriqué une grande plaque et par la suite, on l'a découpé en des échantillons présentant les éprouvettes de ces essais, selon une de direction de tissu taffetas utilisé.

Tableau 2- 1 : Composition des composites réalisés

Procédé	Moulage au contact		Infusion
Variante	LU1	LU2	IN
Composition	<ul style="list-style-type: none"> - 1 couche de mat 100g.m⁻² - 2 couches de mats 300g.m⁻² - 2 couches de mats 450g.m⁻² - 1 couche tissu taffetas 300g.m⁻² 	<ul style="list-style-type: none"> - 6 couches de tissu taffetas 300g.m⁻² 	<ul style="list-style-type: none"> - 6 couches de tissu taffetas 300 g.m⁻²

Tableau 2- 2 : Propriétés mécaniques de la résine polyester de moulage au contact [77], [78]

Densité	Module d'Young	Résistance en flexion	Résistance en traction	Déformation à la rupture	Retrait volumique	Viscosité à 5rpm
1,1 g.cm ⁻³	3,4 GPa	102 MPa	80 MPa	4%	7%	1750 mPa.s

Tableau 2- 3 : Propriétés mécaniques de la résine polyester d'infusion [77]

Densité	Résistance en flexion	Résistance en traction	Résistance en compression	Viscosité
1,12 g.cm ⁻³	90 MPa	70 MPa	4%	300 – 400 mPa.s

Tableau 2- 4 : Propriétés mécaniques des fibres de verre E [79]

Densité	Module d'Young	Résistance en traction	Déformation à la rupture
2,5 g.cm ⁻³	70 GPa	2000-3500 MPa	2.5%

II.3- Caractérisation thermochimique de composites

II.3.1 - Essais et protocoles utilisés pour le DSC

Dans le cas d'un composite thermodurcissable, la réticulation de sa matrice, qui est la résine polyester insaturée, n'est jamais complète à la température ambiante [80]. Nous aurons donc un flux de chaleur résiduel imputable à la transformation de la matrice.

Pour étudier la réticulation de la résine polyester insaturée, différents protocoles ont été mis en point pour s'assurer d'une réticulation quasi complète. Ces protocoles sont présentés sur la figure 2-2. La résine utilisée sera placée ainsi dans le four DSC et les températures décrites sur la figure 2-2 seront imposées par le four.

Le cycle 1 mesure le signal d'une résine non transformée afin d'évaluer l'enthalpie totale de transformation ΔH_{totale} de la résine brute.

Pour les cycles 2 à 5, on laisse la résine réticulée à une température durant un temps donné. Puis, après le refroidissement à 30°C, une étape de mesure est effectuée, en chauffant jusqu'à 200°C.

Après avoir terminé chaque protocole, le taux de réticulation noté α est calculé en fonction de l'enthalpie totale de transformation ΔH_{totale} à partir de l'équation (1) et (2) :

Etant donné que :

$$\Delta H_{\text{résiduelle}} = (|\Delta H_{\text{avant polymérisation}} - \Delta H_{\text{cycle}}|) \quad (\text{éq 25})$$

$$\text{Donc, le taux de réticulation } \alpha \text{ est : } \alpha = \left(1 - \frac{|\Delta H_{\text{résiduelle}}|}{\Delta H_{\text{totale}}}\right) \quad (\text{éq 26})$$

Pour chaque protocole, 5 échantillons sont testés.

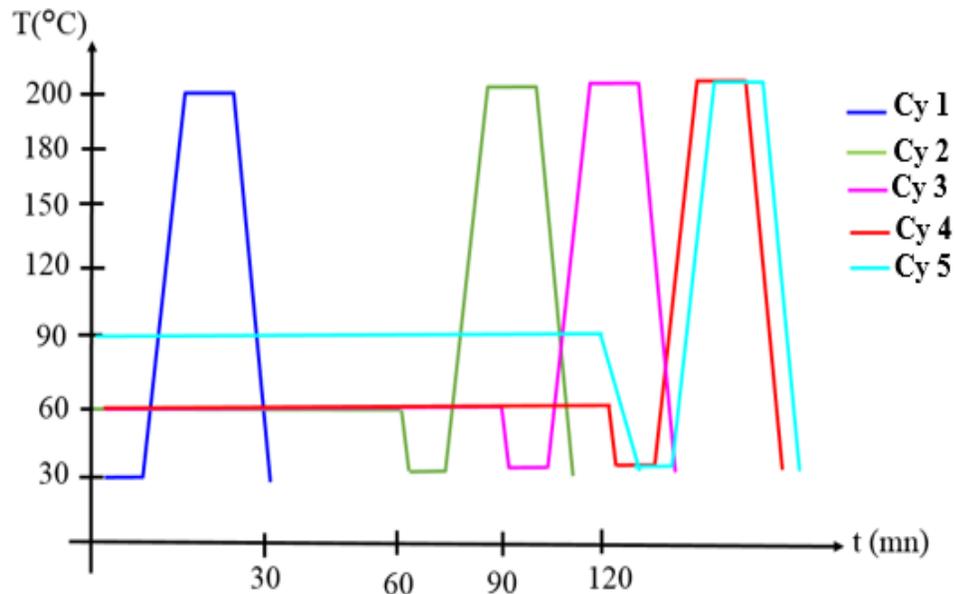


Fig 2- 2 : Cycles thermiques appliqués en DSC

Pour déterminer la capacité calorifique, le taux de réticulation et la T_g du composite LU1 et de sa matrice, pour la résine polyester insaturée, le protocole suivant a été utilisé :

- maintien de température à 30°C pendant 5 min
- montée de température de 30°C à 200°C avec une vitesse de 2°C.min⁻¹
- maintien de température à 200°C pendant 5 min
- refroidissement de 200°C à 30°C avec une vitesse de 20°C.min⁻¹

II.3.2 - Résultats

Après avoir appliqué les protocoles décrits précédemment s, à la résine polyester insaturée, le tableau 2-5 présente les taux de réticulation, α , de la résine.

L'enthalpie totale de transformation ΔH_{totale} est évaluée à partir du cycle (Cy 1) imposé à de la résine non réticulée en calculant l'aire sous la courbe exothermique. Ensuite, le taux de réticulation des échantillons soumis à différents traitements thermiques, α , est calculé en fonction de l'enthalpie de transition totale ΔH_{totale} et de l'enthalpie résiduelle $\Delta H_{\text{résiduelle}}$ (équation (1)). Il est calculable grâce à l'équation (2)).

Le tableau 2-5 montre que le taux de réticulation α de la résine après le cycle 5 est proche de 0,993~1. Donc, nous pouvons conclure que, du point de vue des énergies thermiques mesurées lors de la réaction de réticulation, la résine polyester insaturée peut être quasi-réticulée si on la met à 90°C pendant deux heures.

Tableau 2- 5 : Energie libérée et taux de transformation de la résine polyester insaturée

	Avant polymérisation (Cy 1)	Après polymérisation at T _{amb}			
		Cy 2	Cy 3	Cy 4	Cy 5
$ \Delta H $ (J/g)	257	6,8	5,6	5,4	1,6
α		0,973	0,978	0,989	0,993

Le tableau 2-6 résume la capacité thermique mesurée pour la résine polyester insaturée et du composite LU1 entre 30°C et 150°C et leurs températures de transition (T_g).

Note : ΔH_{totale} est égale à ΔH du 1^{er} cycle, avant polymérisation.

Tableau 2- 6 : Propriétés thermiques de différentes résines et composites

	Résine polyester	Composite LU1
C_p (J.kg ⁻¹ . K ⁻¹)	1500 ^{±250}	1200 ^{±250}
T _g (°C)	123	127

II.4- Caractérisation thermo-mécanique du composite LU1

La caractérisation mécanique du composite LU1 a été réalisée à différentes températures, de l'ambiante à 150°C, grâce à plusieurs techniques mécaniques. Ces techniques sont principalement des techniques mécaniques statiques et dynamiques comme la traction et la flexion 3 points, des techniques thermodynamiques comme DMA (Analyse Mécanique Dynamique) en flexion 3 points et des techniques de vieillissement thermo-chimique comme l'hydrolyse et mécanique comme la traction cyclique. Toutes les mesures de déformations et contraintes sont des mesures transversales car la caractérisation se fait jusqu'à la rupture d'une part. D'autre part, l'extensomètre ne tient pas au-delà de 50°C.

II.4.1 - Etude mécanique statique de la résine polyester et du composite LU1

La détermination du comportement mécanique en statique du composite LU1 est la première étape de cette étude. Elle est nécessaire pour définir les conditions thermomécaniques du recyclage et les paramètres de la modélisation numérique, en précisant la loi de comportement correspondante. Elles serviront aussi à évaluer l'évolution des propriétés du matériau induites par le traitement qui lui est imposé.

Le composite LU1 est un composite anisotrope car son renfort est constitué de cinq couches de mats et une couche de tissu en taffetas. Généralement, les mats qui sont orientés aléatoirement, présentent un comportement à peu près isotrope [81].

Pour le tissu taffetas, son comportement est plutôt anisotrope car il présente deux directions principales (chaîne et trame) (voir chapitre I) [81]. Pour modéliser le comportement mécanique d'une couche de tissu, on peut la considérer comme l'assemblage de deux couches unidirectionnelles. La hauteur relative de ces deux couches correspond à la proportion de fibre dans chacune des deux directions [82]. Aussi, la fraction volumique de fibre peut être considérée comme uniforme.

Ainsi, pour estimer les propriétés mécaniques des tels matériaux, des relations micromécaniques et des méthodes d'homogénéisation peuvent être utilisées [8], [82]. La relation micromécanique issue de la modélisation d'un composite unidirectionnel qui est statistiquement isotrope transverse, est :

$$E_2 = \frac{2}{\frac{1}{2K_1} + \frac{1}{2G_{23}} + 2\frac{\nu_{12}^2}{E_1}}$$

- Tels que :
- E_1 : module de Young longitudinal
 - ν_{12} : coefficient de Poisson longitudinal
 - E_2 : module d'Young transverse
 - G_{12} : module de cisaillement longitudinal
 - G_{23} : module de cisaillement transverse
 - K_1 : module de compressibilité

Pour déterminer les constantes d'élasticité, la loi des mélanges est souvent utilisée. En effet, c'est une approche élémentaire permettant d'obtenir d'une façon simple les constantes d'élasticité d'un composite unidirectionnel. Les relations données pour ce composite de la loi des mélanges sont :

$$E_1 = E_f V_f + (1 - V_f) E_m$$

$$\nu_1 = \nu_f \nu_f + (1 - V_f) \nu_m$$

En général, les calculs fonctionnent bien pour la rigidité en traction et en flexion mais ils deviennent complexes pour les contraintes de rupture et des sollicitations de cisaillement et de compression [8].

D'autre part, si on considère un matériau linéaire élastique isotrope transverse, il est défini par 5 constantes élastiques indépendantes pour l'isotropie et 9 constantes élastiques indépendantes pour l'orthotrope [83]. La caractérisation complète pour déterminer ces constantes élastiques demande dans toutes ces conditions, quatre sollicitations indépendantes dont certaines sont difficiles à mettre en œuvre, par exemple la traction perpendiculaire au plan du composite. De plus, le composite subira une sollicitation de type cisaillement dans l'entrefer, de type flexion pour la mise en forme (laminage) et traction en amont ou aval de la calandre.

Pour cela, on se limitera à des essais mécaniques de traction et flexion, statiques et dynamiques, qui sont faciles dans la mise en œuvre, pour caractériser le comportement mécanique du composite à différentes températures. En outre, il est attendu que l'effet de la température soit dominant sur les effets d'anisotropies.

La loi des mélanges sera utilisée également pour évaluer qualitativement le comportement du composite.

II.4.1.1 - Essais de traction statique de la résine polyester

✓ Dispositif expérimental

Les essais de traction monotone de ce matériau ont été réalisés sur une machine de traction INSTRON ® 5566A à une vitesse de déplacement de 5 mm.mn^{-1} (Norme NF EN ISO 527).

Différentes températures d'essais, allant de l'ambiante, T_{amb} , jusqu'à 130°C , ont été utilisées à l'aide d'une enceinte thermiquement contrôlée mise en place sur la machine de traction.

Les éprouvettes ont une épaisseur moyenne, $e_{\text{moy}}=2,5 \text{ mm}$, une largeur (l) de 10mm et une longueur (L) de 70mm.

Pour ce test, 5 éprouvettes sont utilisées à chaque niveau de température.

✓ Résultats et discussions

La figure 2-3 montre des courbes représentatives de la traction de la résine polyester à différentes températures. A la température ambiante, T_{amb} , on remarque que la résine possède un comportement linéaire (figure 2-3/A). En augmentant la température à 90°C , son comportement passe à un comportement non linéaire avec une chute de 83% de la contrainte maximale à la rupture mais un gain de 196% de la déformation maximale à la rupture.

A $T > 90^{\circ}\text{C}$, une chute de la contrainte et de la déformation maximales à la rupture est notée (figure 2-3/B).

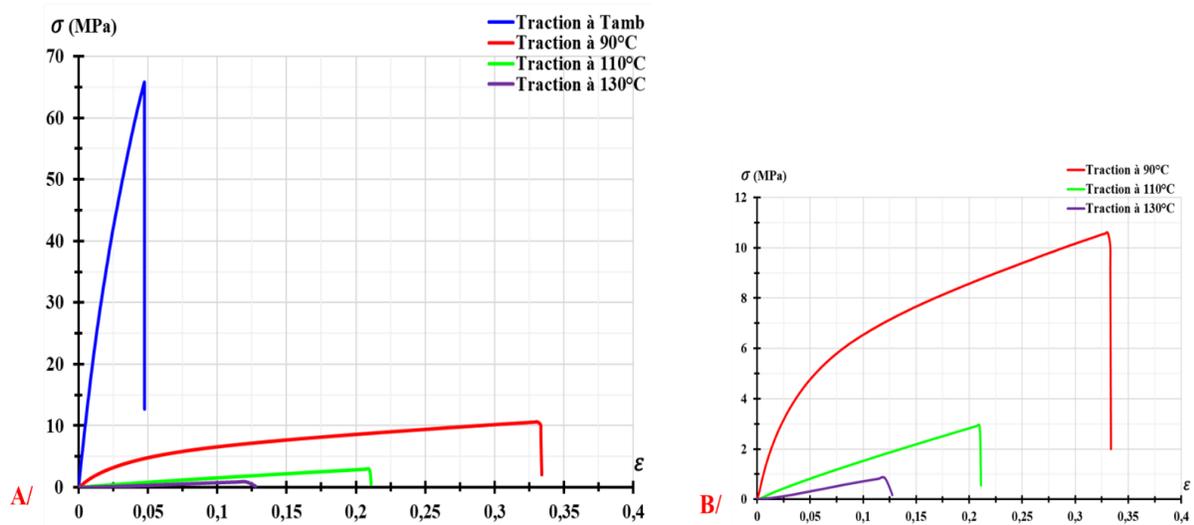


Fig 2- 3 : Courbes représentatives de la traction statique de la résine à différentes températures

Pour confirmer ces observations, la figure 2-4 donne les taux de déformation à la rupture de tous les échantillons de la résine testés à différentes températures. On observe que le taux de déformation à la rupture de la résine polyester augmente jusqu'à sa température de transition vitreuse, T_g qui est égale à 100°C . A partir de cette température, ce taux de déformation diminue avec l'augmentation de la température. En effet à la T_g , la résine est le siège de plusieurs évolutions comme la relaxation α associée à la transition vitreuse où la chaîne polymère amorphe acquiert assez de mobilité [84]. Cela justifie le passage de la déformation à la rupture de cette résine par un maximum.

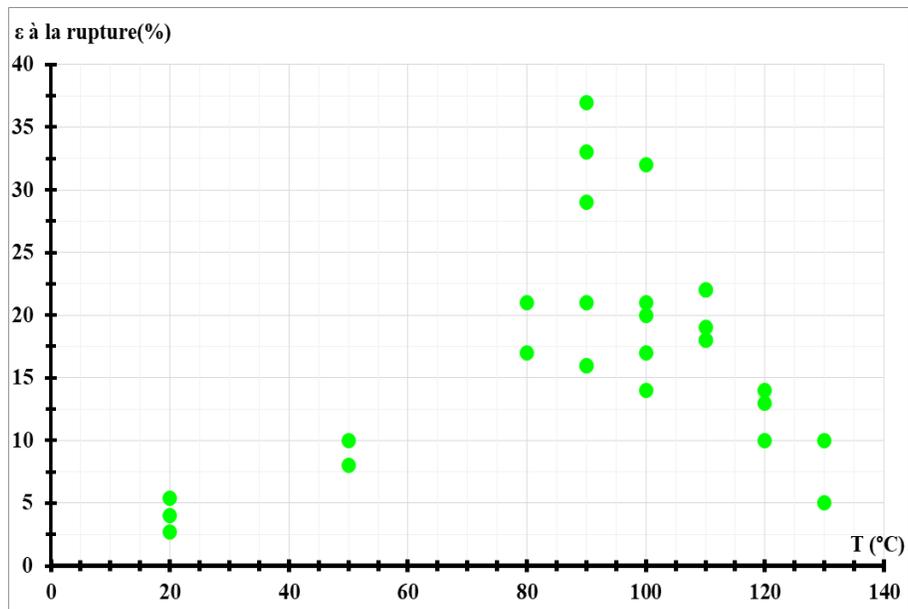


Fig 2- 4 : Evolution de la déformation à la rupture en traction de la résine en fonction de la température à 5mm.mn^{-1}

La variation du module d'Young (figure 2-5) et de la contrainte maximale à la rupture de résine (figure 2-6) en fonction de la température montre que ces deux grandeurs diminuent considérablement avec l'augmentation de la température en passant par sa T_g . En effet, la réponse mécanique de la résine dépend fortement de la température [85].

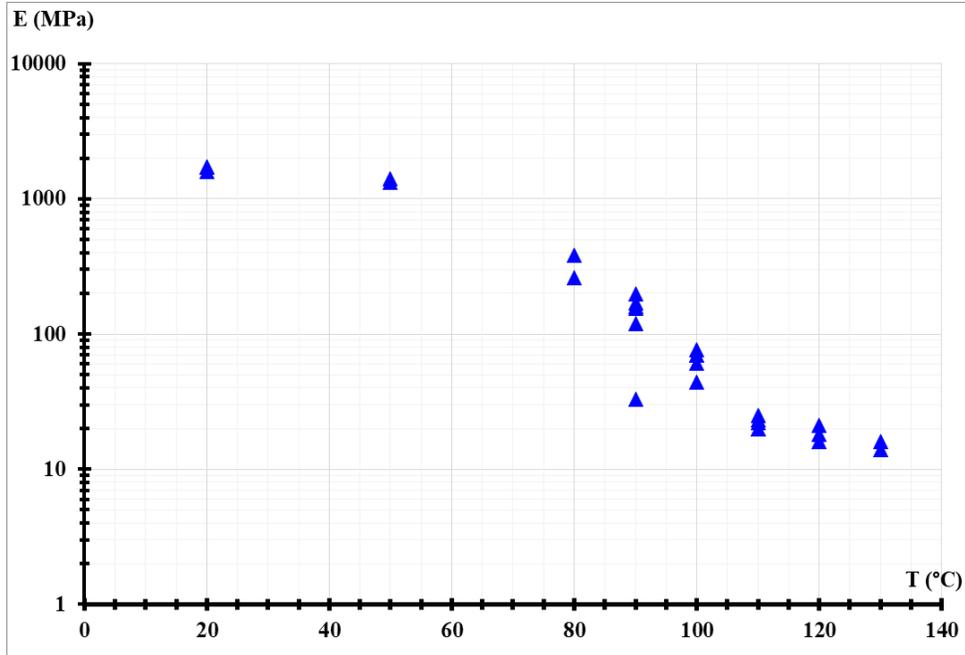


Fig 2- 5 : Evolution du module d'Young de la résine en fonction de température à 5mm.mn⁻¹

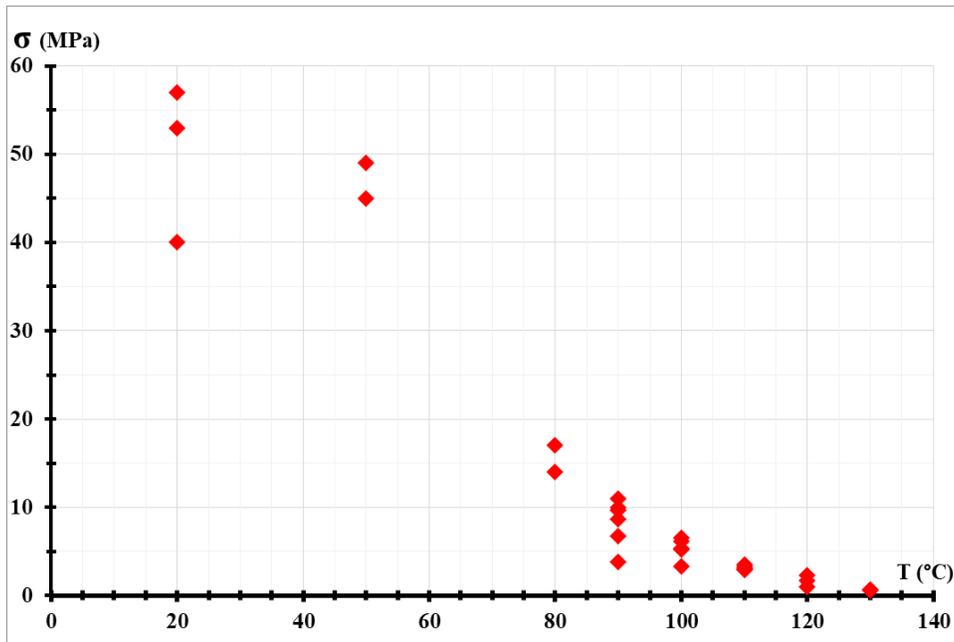


Fig 2- 6 : Evolution de la contrainte à la rupture en traction de la résine en fonction de la température à 5mm.mn⁻¹

Cette description du comportement de la résine peut être complétée par des mesures de relaxation et de rémanence. Une éprouvette de traction est ainsi soumise à 90°C, à une déformation imposée pendant 1200 s, suivie de 1200 s pendant lesquelles la contrainte est maintenue égale à 0. La force de traction est mesurée dans la première partie de l'expérience, l'allongement pendant la deuxième. Ces données sont converties en contraintes (figure 5-7) et déformations (figure 5-8).

Les évolutions de la contrainte et de la déformation en fonction du temps ne peuvent être décrites par un simple modèle à une seule constante de temps. Il est toutefois remarquable de constater qu'à température constante, la contrainte de relaxation semble tendre vers une asymptote, marquant ainsi un comportement élastique aux temps longs, mais que cette élasticité résiduelle ne semble pas à même (à l'échelle de la vingtaine de minutes) de ramener l'éprouvette à sa longueur initiale. D'après ces courbes, à 90°C, il faut maintenir une déformation pendant au moins une minute pour atteindre un « pseudo- plateau » de contrainte, après relâchement des efforts, une déformation résiduelle de l'ordre de 2,5% est atteinte après 10 minutes. Ces valeurs ne sont pas des absolus mais sont susceptibles d'être modifiées par la présence des fibres, le niveau de déformation imposé et la température. Le comportement temporel doit être comparé aux temps caractéristiques du procédé.

D'après ces essais de traction de la résine à 90°C, on peut constater que son comportement mécanique est un comportement viscoélastique, qui se maintiendra à des températures supérieures à celles de la transition vitreuse. L'importance relative de l'élasticité et de la viscosité dépend de la température (voir chapitre 1, le comportement dynamique).

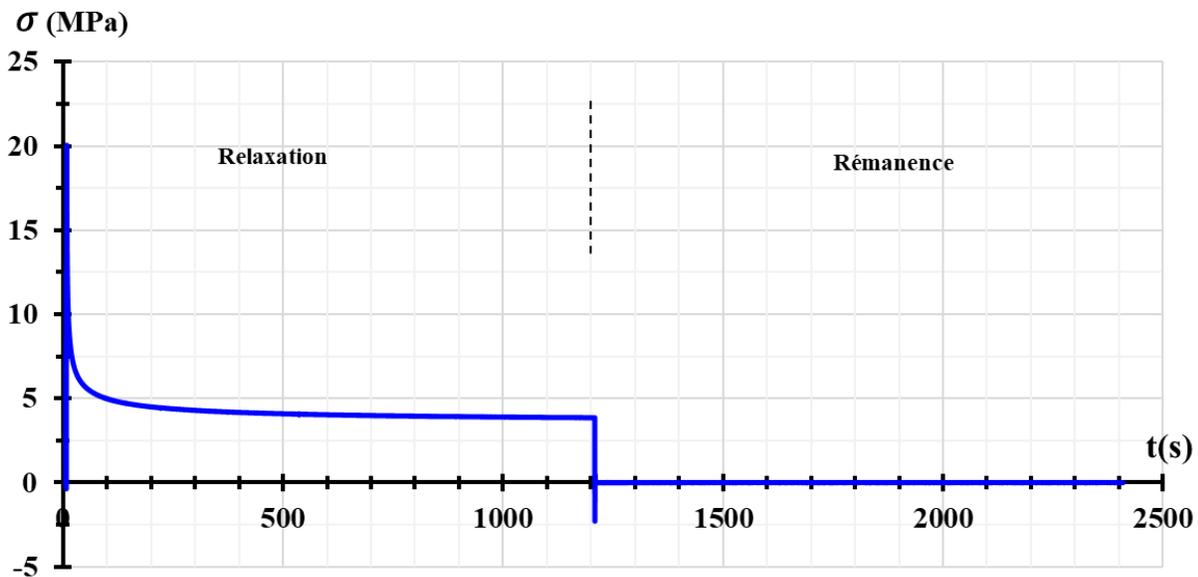


Fig 2- 7 : Courbe de relaxation et de rémanence de contrainte de la résine à 90°C

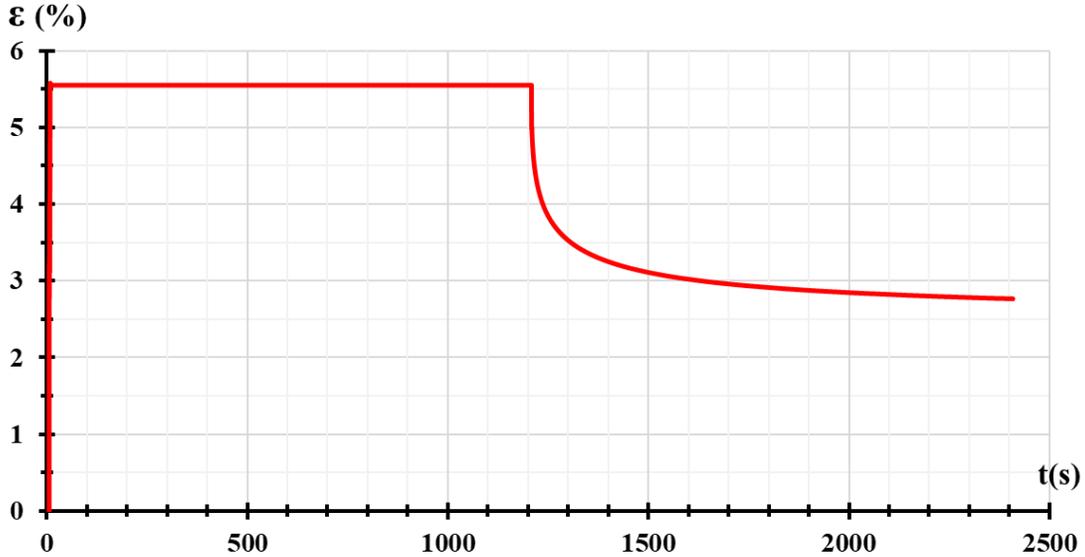


Fig 2- 8 : Résultats de relaxation et de rémanence de la résine en déformation à 90°C

II.4.1.2 - Essais de traction statique du composite LU1

✓ Dispositif expérimental

Les différents essais de traction monotone ont été réalisés sur une machine de traction INSTRON ® 5566A dans des conditions de sollicitation quasi-statiques à une vitesse de déplacement de 5 mm.mn⁻¹ (Norme NF EN ISO 527).

Différentes températures d'essais, allant de l'ambiante, T_{amb} , jusqu'à 150°C, ont été utilisées à l'aide d'une enceinte thermiquement contrôlée mise en place sur la machine de traction.

Les éprouvettes ont une épaisseur moyenne, $e_{moy}=3,4$ mm, une largeur (l) de 15mm et une longueur (L) de 150mm.

Pour ce test, dans un souci de répétabilité, 5 à 10 éprouvettes sont utilisées à chaque niveau de température.

✓ Résultats et discussions

La figure 2-9 montre les courbes de traction de cinq échantillons de la variante LU1 à T_{amb} . Elles sont composées de 3 parties :

- ◆ Partie (1) : la courbe dans cette zone est non linéaire. Cela peut être dû à un alignement progressif des microstructures du matériau avec l'axe de traction et à une réorganisation des chaînes amorphes [29].
- ◆ Partie (2) : c'est la zone de la rupture du matériau. Cette rupture est brutale.

Initialement, l'écart entre les différents échantillons est quasiment nul. Ce qui montre qu'ils présentent le même module d'Young (pente à zéro). Après, on remarque des différences entre les

éprouvettes qui peuvent être imputées à la méthode de fabrication (éprouvettes de trop faibles dimensions en regard de l'homogénéité des mats de verre).

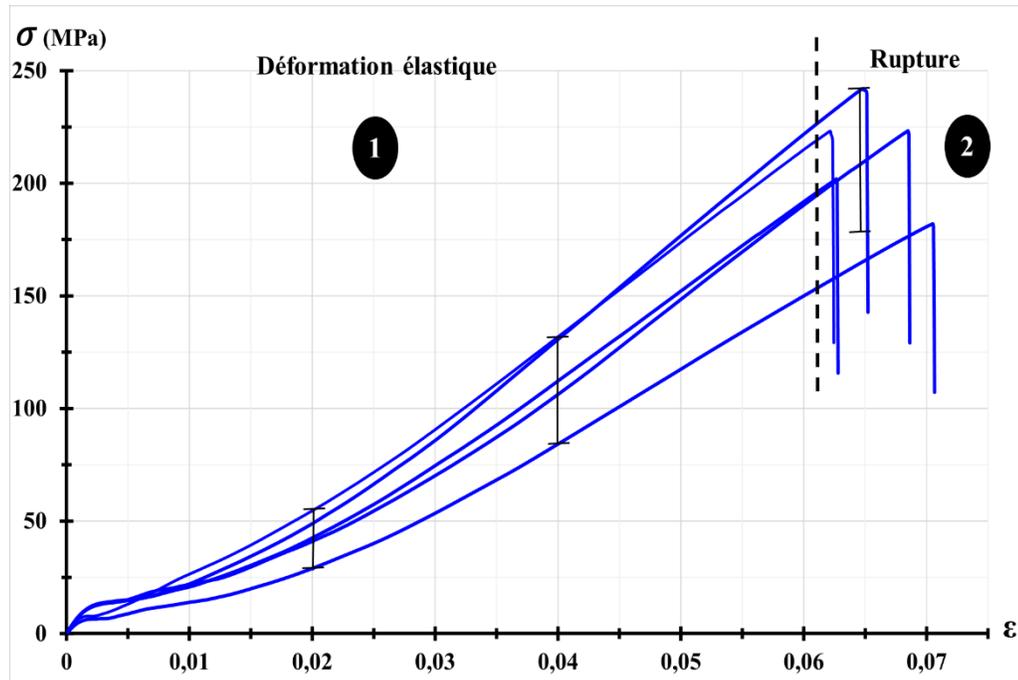


Fig 2- 9 : Courbes représentatives de la traction statique du LU1 à T_{amb}

Des essais de traction statique ont été faits également à 120°C et à 150°C afin de déterminer l'effet de la température sur le comportement mécanique du composite LU1.

La figure 2-10 montre une comparaison des courbes moyennes de cinq courbes de traction de ce composite à T_{amb} , 120°C et à 150°C. Etant donné que le taux de déformation à la rupture de ce composite à T_{amb} est égal à 3,8% c'est-à-dire 2,6% moins la valeur présentée dans la figure 2-9 et 2-10. Cela est dû à la rigidité de la machine de traction qui devient négligeable lorsque la température de l'essai passe 90°C.

A 120°C (la figure 2-10), le comportement du composite LU1 change avec une forte diminution du module d'Young et l'apparition d'une zone de déformation. De plus, le composite a perdu 73% de sa résistance à la traction et a gagné 130% de la déformation maximale à la rupture par rapport à celui obtenu à T_{amb} . Cependant, la rupture reste assez brutale

A 150°C, le comportement du matériau devient plus ductile que celui à 120°C (figure 2-10). La contrainte maximale à la traction a encore diminué. Une baisse de 80% de la contrainte maximale à la traction de LU1 comparant à celle à T_{amb} . Mais, un gain de 145% de la déformation à la rupture a été remarqué par rapport à celui obtenu à T_{amb} . Ainsi, une zone de déformation plus importante que celle à 120°C est observée. La rupture obtenue est une rupture plus progressive.

La figure 2-11 focalise sur les hautes températures et présente la superposition de courbes de traction de ce composite à 120°C et à 150°C. Elle montre distinctement l'influence de la

température sur le comportement du composite LU1 qui passe de son état transitoire vitreux/caoutchoutique à l'état caoutchoutique entre 120°C et à 150°C. On y observe très clairement l'abaissement de la contrainte maximale ainsi que l'augmentation de la zone de déformation.

L'augmentation de la déformation avec la température est due à la matrice du composite LU1. En effet, la résine, qui contribue à la raideur d'ensemble, devient plus souple à haute température (paragraphe II.4.1).

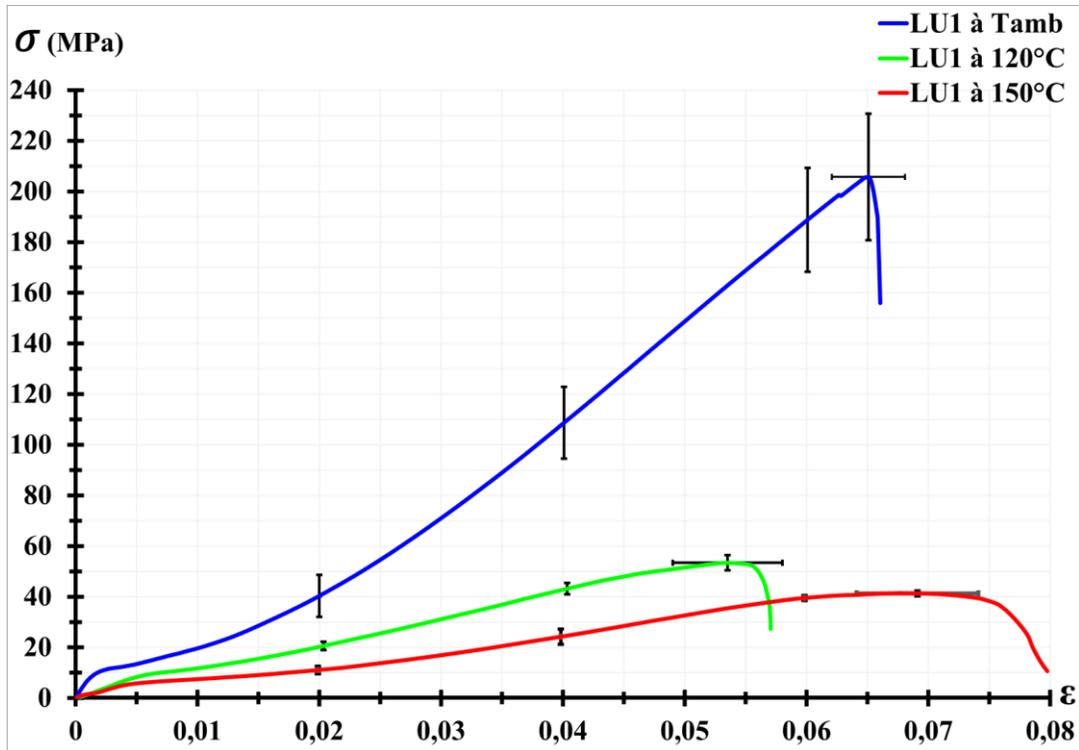


Fig 2- 10 : Courbes moyennes de la traction statique du LU1 à différentes températures

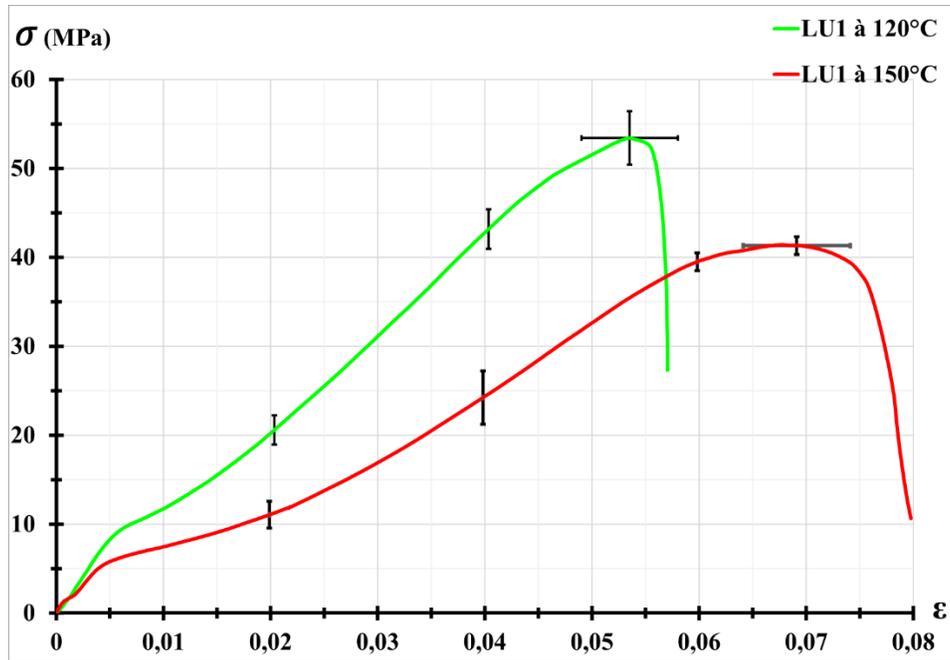


Fig 2- 11 : Comparaison de courbes moyennes de traction du LU1 à 120°C et à 150°C

L'évolution de la contrainte maximale à la rupture et le module d'Young du composite en fonction de la température est montrée dans la figure 2-12. On remarque que le module d'Young de LU1 diminue avec l'augmentation de la température. Une chute du module d'Young de 85% a été remarquée, en passant de T_{amb} à 150°C. A T_{amb} , la valeur du module d'Young obtenue est conforme à la littérature. En effet, elle appartient à l'intervalle donné par les travaux de P. J. Roe & M. P. Ansell [86]. Donc, on peut constater que la température dégrade les propriétés mécaniques du composite. Le tableau 2-7 présente les propriétés mécaniques en traction du LU1 à différentes températures.

Le module d'Young du composite LU1 calculé en utilisant la loi des mélanges en fonction de la température dépend de l'orientation des fibres. Trois hypothèses existent (le calcul est détaillé dans l'annexe 2-1).

La première hypothèse : on considère que les fibres de verre sont continues et toutes orientées dans la direction de traction, le module d'Young du LU1, en supposant que le module d'Young de la résine polyester à 150°C est égal à 10 MPa, est : à T_{amb} , $E=13$ GPa et à 150°C, $E=12$ GPa. Ainsi, le module d'Young du composite calculé est très différent de celui obtenu expérimentalement (un écart de 48%).

La deuxième hypothèse : si on seules les fibres du tissu sont prises en compte. Alors la nouvelle fraction volumique du renfort devient $V_f=0,14\%$ ce qui donne le module d'Young du LU1 suivant : à T_{amb} , $E=2,2$ GPa et à 150°C, $E=0,94$ GPa. En comparant ces résultats à l'expérimental, on remarque que à T_{amb} , le module calculé est faible par rapport à celui obtenu en expérimental (écart de 41%) alors qu'à 150°C, on a quasiment le même module d'Young du LU1.

La troisième hypothèse : on considère arbitrairement que les fibres du mat multiplient l'effet du tissu par 6. Donc, la fraction volumique des fibres devient $V_f=13\%$. Cela donne le module d'Young

du LU1 suivant : à T_{amb} , $E=10,2$ GPa et à $150^{\circ}C$, $E=9,1$ GPa. Avec cette hypothèse, le module calculé est conforme à l'expérimentation à l'ambiante, mais pas à $150^{\circ}C$.

Les résultats de ces différentes hypothèses sont résumés dans le tableau 2-7. Ainsi, ce modèle pourrait être modifié, à température donnée, en tenant compte de la fraction volumique plus faible des fibres qui ne contribuent pas à la raideur en traction. Toutefois, cela ne corrigera pas l'effet de la température sur le module du composite. Une tentative d'explication pourrait se trouver aux points de contacts des différentes mèches du composite dont la rotation relative pourrait être facilitée par le ramollissement de la résine ainsi que par le redressement des fibres initialement courbées, le comportement du renfort se rapprochant de celui d'un mat sans résine. La question de la façon d'obtenir la loi de comportement du composite par homogénéisation à partir des lois des composants se pose alors et sort du cadre de ce travail.

Tableau 2- 7 : Propriétés mécaniques du LU1 à différentes températures

T(°C)	Module (MPa)				σ_m (MPa)
	Expérimental	Hypothèse 1	Hypothèse 2	Hypothèse 3	Expérimental
20 °C	7700 \pm 130	13000	2300	10231	205 \pm 24
120 °C	1700 \pm 250	12000	1000	9117	54 \pm 3
150 °C	1100 \pm 110	12000	1000	9108	41 \pm 4

En conclusion, en se basant sur le calcul de la loi des mélanges, on peut constater que à T_{amb} , la rigidité du LU1 en traction est pilotée par les mats alors qu'à $150^{\circ}C$, le tissu est celui qui pilote le comportement mécanique en traction du LU1. Le modèle de loi des mélanges simple est insuffisant pour décrire les résultats expérimentaux. Une explication qualitative pourrait être obtenue en considérant que la résine présente aux intersections des fibres ne peut, à chaud, empêcher une modification de l'angle entre les fibres et provoque ainsi une diminution de la raideur plus forte que ne le prévoit le modèle.

Ces différents essais nous aident ainsi à choisir une première gamme de température du laminage. En effet, ce choix de température est nécessaire afin de garantir le laminage à chaud du LU1 sans l'endommager en conservant le maximum de ses propriétés mécaniques. La limite de cette première gamme est $120^{\circ}C$ car au-delà de cette température, le composite LU1 perd 80% de sa résistance à la traction. Aussi, la déformation à la rupture de la matrice du LU1 passe par un maximum entre $90^{\circ}C$ et $100^{\circ}C$. Ces deux conditions nous ont permis de fixer la première plage du laminage du LU1.

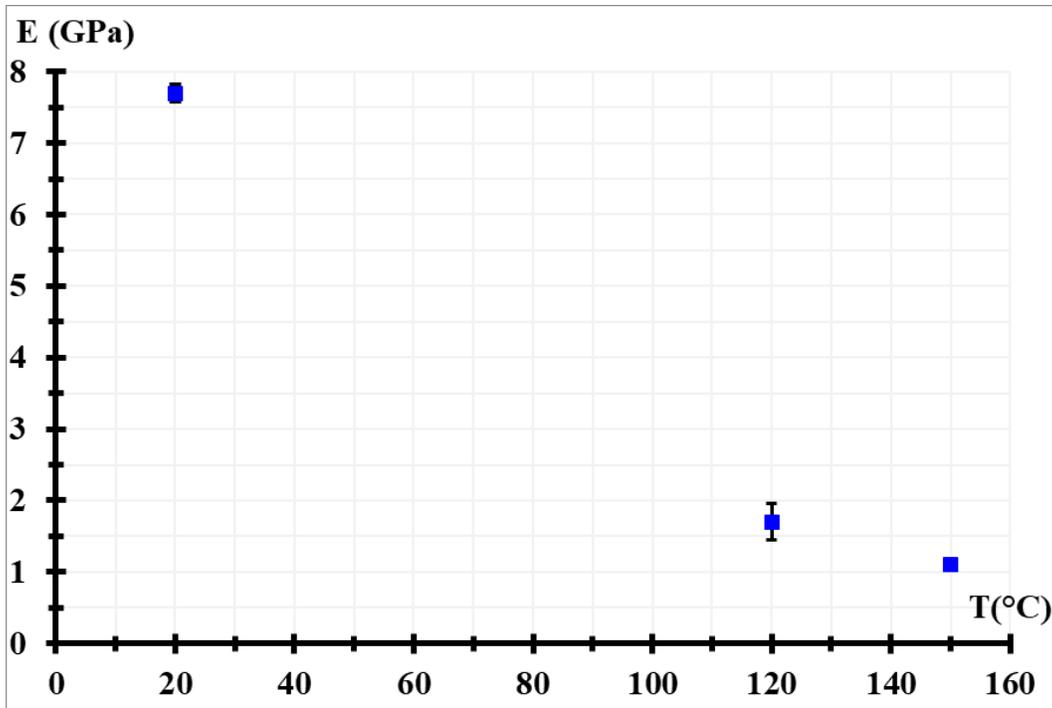


Fig 2- 12 : Evolution du module d'Young du composite LU1 en fonction de la température

La figure 2-13 montre les modes de rupture du LU1 à 120°C et à 150°C. On observe qu'à 120°C, la rupture des échantillons du LU1 suite à leur traction est localisée dans la partie la plus sollicitée, marquant une rupture brutale qui est reproductible

A 150°C, une rupture totale par glissement (délaminage) (voir chapitre 1, paragraphe I.5.2.2) est détectée dans la partie sollicitée du LU1

120°C



150°C



Fig 2- 13 : Image des échantillons du LU1 après leur traction à 120°C et à 150°C

II.4.1.3 - Essai de flexion statique du composite LU1

✓ Dispositif expérimental

Les essais de flexion 3 points sont faits à l'aide d'une machine de traction INSTRON ® 5566A. A la température ambiante et à 150°C, les essais de flexion ont été réalisés avec une vitesse de déplacement imposée de 5 mm.mn⁻¹, selon la norme NF EN ISO 14125 : 1998 (F). 5 à 10 éprouvettes sont utilisées pour chaque essai. Ces éprouvettes ont les dimensions suivantes : (72 x 15 x 3,6) mm³.

✓ Résultats et discussions

La figure 2-14 présente la courbe moyenne de la flexion du composite LU1 à T_{amb}. On remarque que sur celle-ci, le composite LU1 présente un comportement linéaire en flexion à T_{amb}. On peut ainsi distinguer deux zones différentes qui sont une zone linéaire (1) et une zone de rupture (2). Les résultats de flexion du composite en maintenant le tissu en haut ou en bas lors de flexion, sont quasiment les mêmes.

Le module d'Young du LU1 en flexion à T_{amb} est égal à 10,8^{±0,13} GPa et sa résistance à la flexion est égale à 311^{±11} MPa.

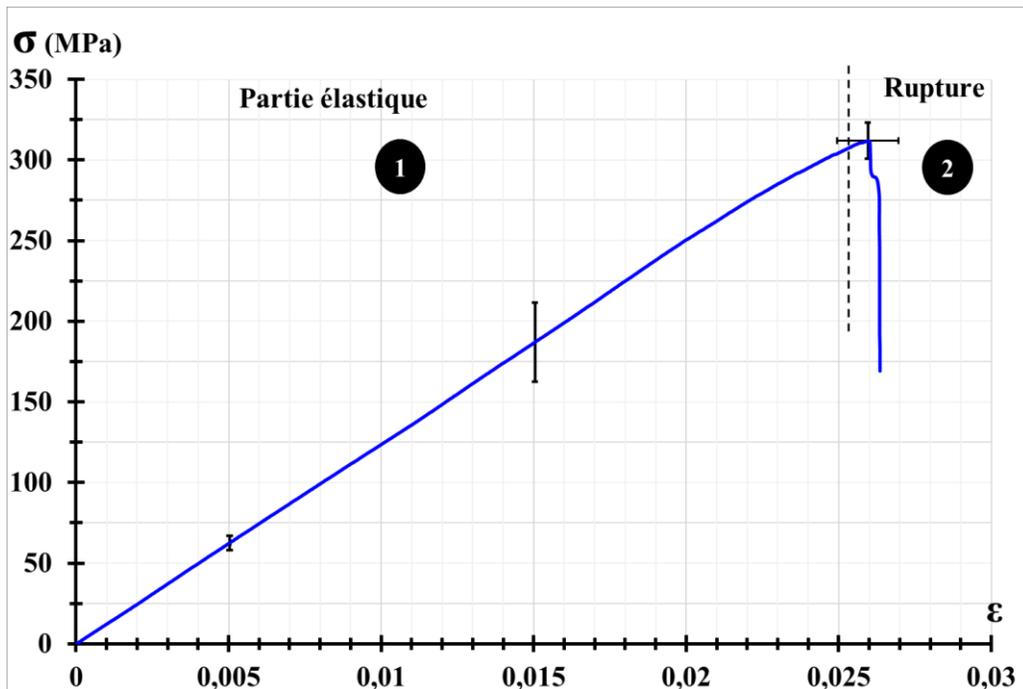


Fig 2- 14 : Courbes de flexion du composite LU1 à T_{amb}

A 150°C, la courbe moyenne de la flexion trois points du composite LU1 est présentée dans la figure 2-15. On remarque que le comportement en flexion du LU1 change avec l'apparition d'une zone de déformation qui est probablement une déformation viscoélastique comme dans le cas de la traction statique à 150°C.

La contrainte maximale à la rupture en flexion du LU1 chute de 94% à 150°C par rapport à celle à T_{amb} . La déformation maximale à la rupture est également en diminuée de 40% par rapport à celle à T_{amb} . Aussi, le module d'Young du LU1 est passé de $6,25^{\pm 0,75}$ GPa à T_{amb} à $1,4^{\pm 0,5}$ GPa, soit une chute de 77%.

En comparant, le module d'Young calculé en traction et en flexion à T_{amb} , on remarque qu'il est légèrement plus grand en traction qu'en flexion. A 150°C, on note que le module d'Young du LU1 en flexion et en traction est quasiment le même. Un calcul du module du composite simple en utilisant la loi des mélanges, montre que le module en flexion est égal à 8,37GPa. Cet écart est dû à la raideur de la machine de traction utilisée. En effet en traction, la raideur du composite LU1 diminue en flexion lorsque la température augmente ce qui montre que le module mesuré en flexion présente le module réel du composite à T_{amb} alors qu'en traction, le module mesuré est sous-estimé

En conclusion, les essais statiques de la traction et de flexion à différentes températures permettent de fixer une première plage de température qui est limitée par la T_g du composite. En effet, au-delà de cette température, le composite se dégrade ce qui limite, dans ce cas, la température de son laminage au voisinage de sa T_g afin de conserver ses propriétés mécaniques permettant sa mise en forme.

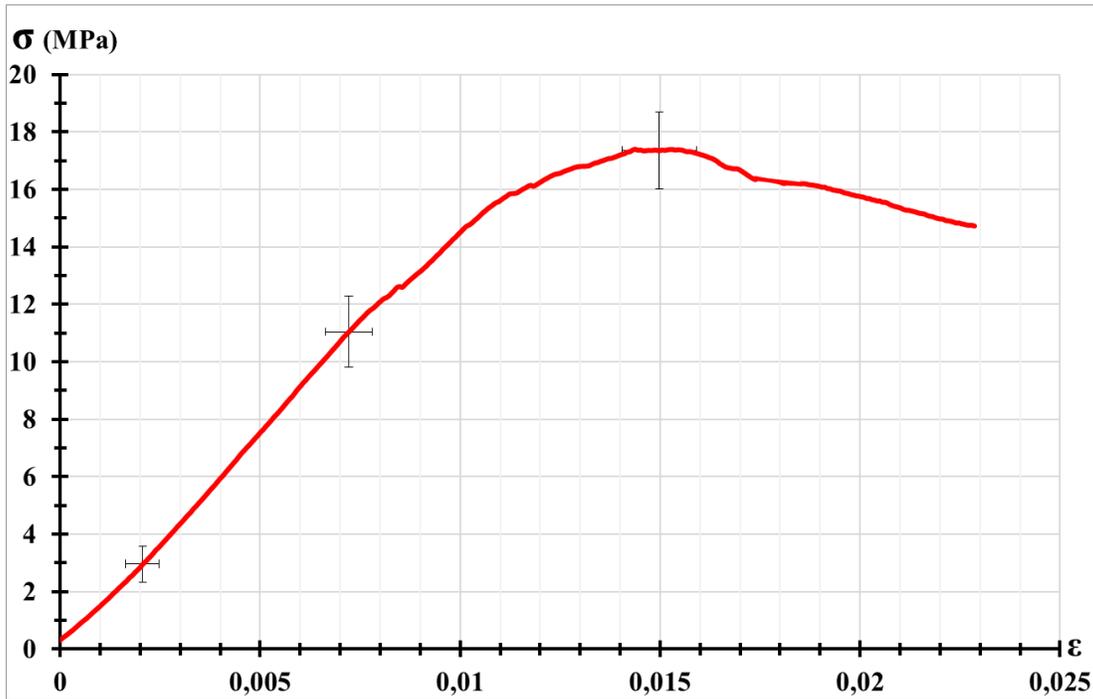


Fig 2- 15 : Courbe moyenne de flexion du LU1 à 150°C

II.4.2 - Etude Dynamique de du composite LU1

Dans cette partie, une caractérisation thermomécanique du comportement dynamique de ce matériau a été réalisée grâce à des essais de flexion 3 points en dynamique, à différentes températures de T_{amb} à 150°C . Une moyenne de 5 essais a été réalisée pour ce type de test. La sollicitation est une fonction sinusoïdale du temps à fréquence et amplitudes constantes.

II.4.2.1 - Dispositif et essais expérimentaux

Le comportement dynamique du composite LU1 a été caractérisé par des essais de DMA (Analyse Mécanique Dynamique) en flexion 3 points dynamique, en balayant la température entre T_{amb} et 150°C . Les essais ont été menés avec une vitesse de chauffage de $5^{\circ}\text{C}\cdot\text{mn}^{-1}$ et à une fréquence constante imposée de 5Hz , pour un déplacement statique de 1 mm et un déplacement dynamique de $0,05\text{mm}$ correspondant à une déformation ε de $0,02\%$.

Tous ces paramètres sont fixés et ont été choisis après plusieurs essais. En effet, ils permettent d'obtenir des mesures stables (signaux d'entrée et de sortie stables).

Ces tests sont réalisés sur la machine Metravib ® VA2000. C'est une machine de caractérisation destinée à l'analyse des propriétés viscoélastiques. La mesure de déplacement est réalisée sur l'excitateur. Un algorithme, inclus dans le logiciel d'exploitation, corrige la mesure de la raideur machine, et, si l'échantillon est trop rigide, interdit la mémorisation des mesures.

Entre 5 et 10 éprouvettes ont été testées par ce test dynamique. Elles possèdent les dimensions de : $(69 \times 20 \times 3,2)\text{ mm}^3$.

II.4.2.2 - Résultats et discussions

II.2.2.3.1 - Etude du comportement dynamique en fonction de la température

La figure 2-16 montre une courbe représentative du comportement dynamique en flexion du matériau LU1 en fonction de la température. Elle présente trois principales zones qui sont :

- **La zone vitreuse** ($T_{amb} \leq T \leq 50^{\circ}\text{C}$) : le composite reste dans son état vitreux. Son module est de l'ordre de 4 GPa. Cette rigidité est due au grand nombre d'interactions entre les chaînes et aux fibres de verre.
- **La zone de transition vitreuse/caoutchoutique** ($50^{\circ}\text{C} < T \leq 130^{\circ}\text{C}$) : le module élastique diminue avec l'augmentation de la température. En effet, lorsque la température augmente, les mouvements de segments des chaînes moléculaires sont ainsi autorisés et donc le module d'Young diminue. Par conséquent, l'augmentation (ou la diminution) de la température se traduit par une diminution (ou une augmentation) significative de la rigidité du matériau et donc de son module d'Young [30].

De plus, cette zone montre la transition du matériau de l'état fragile à un état caoutchoutique caractérisé par une grande déformabilité. Le comportement du composite dans cette zone est un comportement viscoélastique.

- **La zone caoutchoutique** ($130^{\circ}\text{C} < T \leq 150^{\circ}\text{C}$) : le matériau est dans son état caoutchoutique. Le module élastique est de 6.5 MPa. Dans cette zone, le module élastique est presque indépendant de la température. Le module élastique devient alors directement lié à la réticulation (liaisons chimiques) et à l'enchevêtrement des chaînes (liaisons physiques, effet hydrodynamique) [33].

Cependant, la courbe de refroidissement ne suit pas le même chemin que la courbe de chauffage. Ce qui marque la présence du phénomène d'hystérésis. Ce phénomène d'hystérésis peut être dû/attribué à une post réticulation.

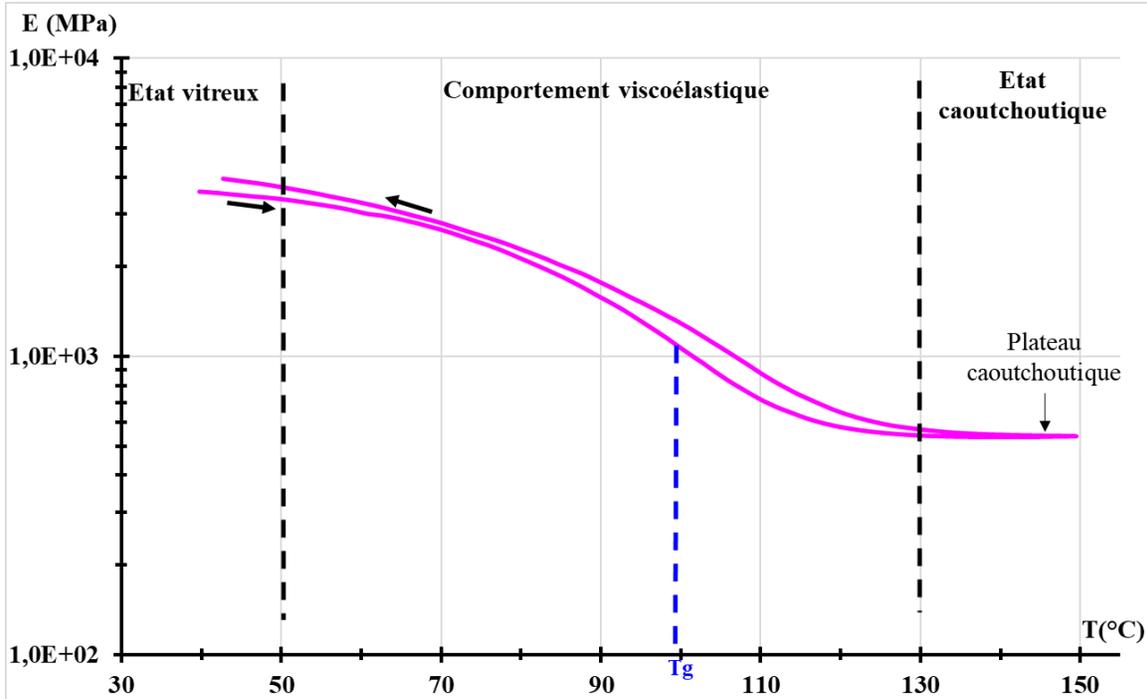


Fig 2- 16 : Courbe de flexion dynamique du matériau LU1

La figure 2-17 montre la courbe moyenne (de 5 essais) du module d'Young du composite LU1 en fonction de la température. D'abord, on observe que le comportement du composite est similaire au comportement des élastomères chargés (paragraphe I.5.2.1)

Ensuite, on note que le module initial est inférieur au module final obtenu lors du refroidissement comme dans le cas particulier de la zircone (paragraphe I.5.2). Ce qui nous permet d'identifier un comportement non stable du composite, probablement dû à une post réticulation insuffisante. Ce matériau dans ces conditions est plutôt dissipatif.

En outre, on remarque que l'écart entre le module élastique obtenu en flexion dynamique à T_{amb} et celui obtenu en traction à T_{amb} est égal à 20% alors que cet écart passe à 64% en le comparant à celui obtenu en flexion statique à T_{amb} . En effet, en flexion statique, le composite LU1 est plus raide qu'en flexion dynamique et en traction statique à T_{amb} .

La température de transition vitreuse du composite LU1 peut être déterminée en utilisant la figure 2-18 qui montre l'évolution du facteur de perte $\tan \delta$ en fonction de la température. En effet, le pic

de ce dernier donne la T_g du matériau étudié [29], [33]. Donc, la T_g du LU1 est égale à 105°C à 5 Hz. Le pic est pris dans le cas du chargement. En effet, les composites industriels réalisés avec cette résine ne sont pratiquement soumis qu'à l'auto-échauffement de la réticulation. Celle-ci est limitée à 90°C – 100°C pour éviter d'endommager les moules. Le chapitre 3 montrera aussi que le frottement est beaucoup plus pénalisant au-delà de 100°C . Il est donc plus pertinent, même si le matériau n'est pas complètement réticulé, d'utiliser la caractérisation obtenue lors de la chauffe, d'autant plus que la différence avec la mesure obtenue au refroidissement est assez faible (5°C).

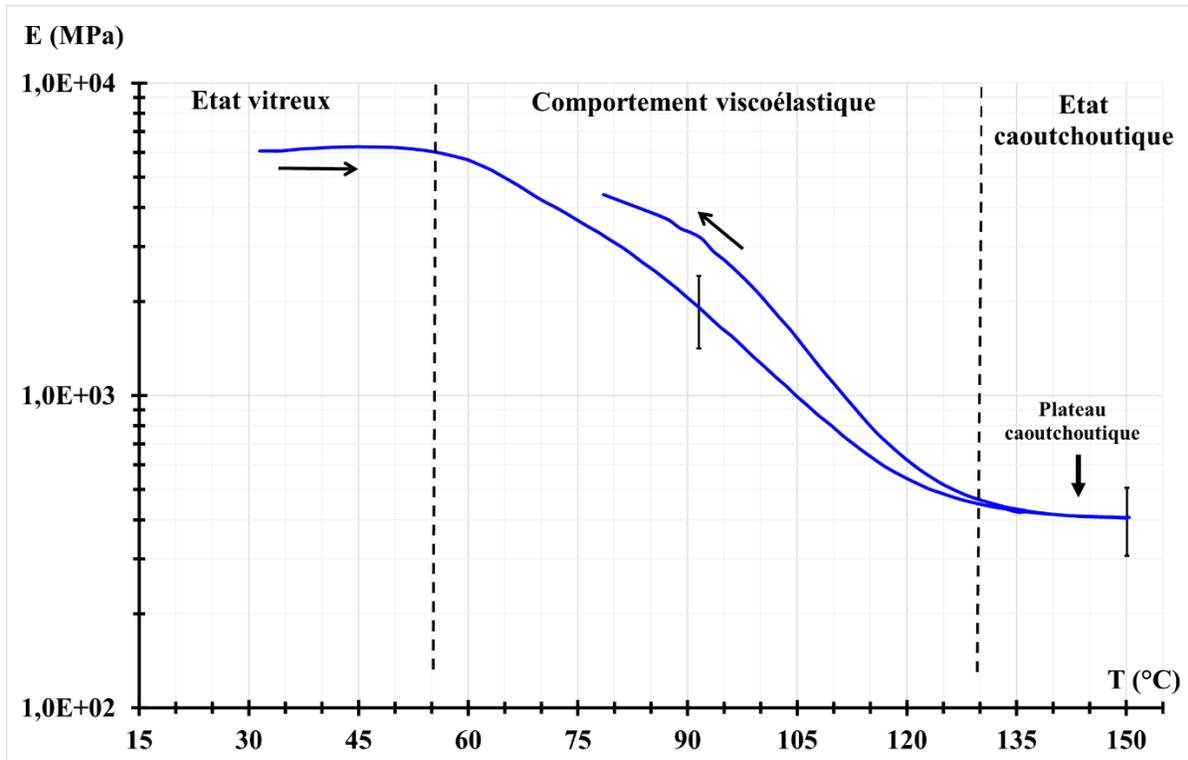


Fig 2- 17 : Courbe moyenne de E en flexion dynamique du composite LU1

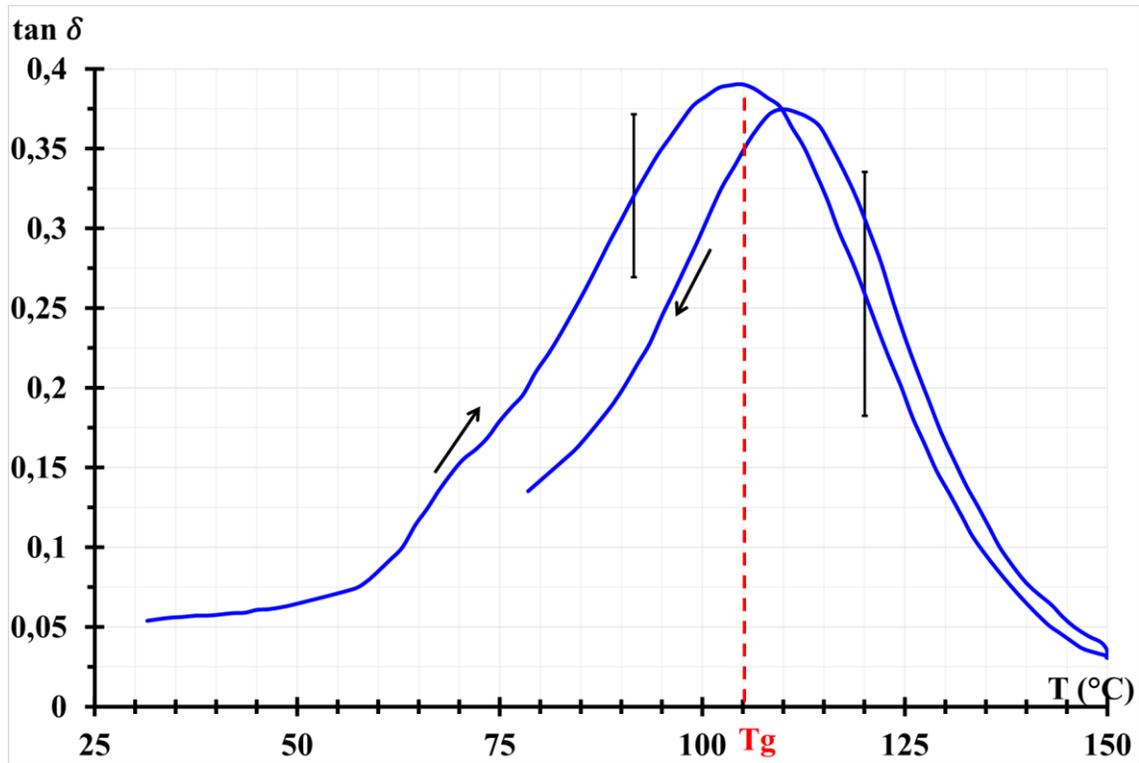


Fig 2- 18 : Courbe moyenne du $\tan \delta$ en flexion dynamique du composite LU1

II.2.2.3.2 - Etude d'effet Payne

- Résultats et discussions

Pour déterminer l'existence de l'effet Payne pour le composite LU1, un essai de flexion 3 points dynamique a été effectué à 150°C, en faisant varier le déplacement dynamique entre $9,10^{-5}$ m et $4,10^{-4}$ m.

Nous avons choisi 150°C car à cette température, ce matériau est dans son état caoutchoutique. La fréquence est d'environ 1 Hz et le déplacement statique est de $6,10^{-4}$ m.

Le choix de cette fréquence et de ce déplacement statique s'est fait après plusieurs tests (environ 25) car ces deux conditions assurent la stabilité des mesures.

Les dimensions des échantillons sont : $(45 \times 9,5 \times 3,2)$ mm³.

La figure 2-19 montre le résultat de ce test. On remarque une diminution du module avec l'amplitude de la déformation. Cette diminution est probablement due à l'adsorption/désorption de chaînes en surface de particule [87].

En outre, le facteur de perte $\tan \delta$ augmente en fonction de la déformation. Ces deux observations sont caractéristiques de la présence de l'effet Payne. Une preuve plus convaincante nécessiterait des mesures à des niveaux de déformations plus importants, inaccessibles avec notre appareillage.

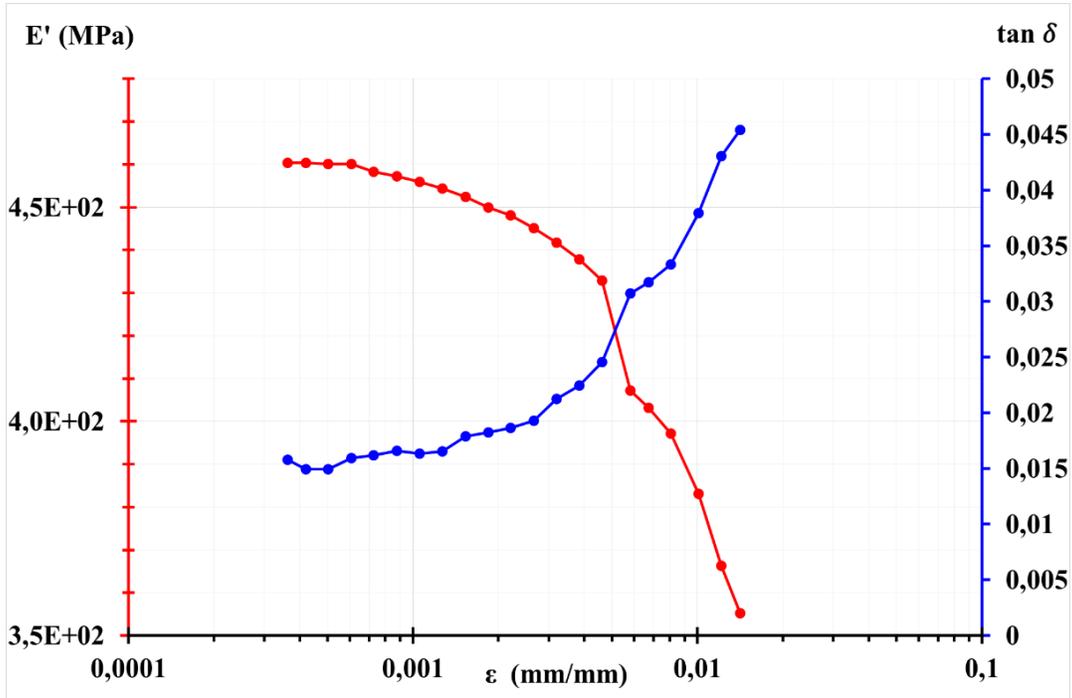


Fig 2- 19 : Résultat de la flexion 3 points dynamique de LU1, effet Payne

Conclusion

L'étude statique, thermodynamique et thermochimique nous a permis d'identifier le comportement du composite LU1 qui est un comportement viscoélastique à une température comprise entre T_{amb} et $130^{\circ}C$. A partir de cette température, le composite se retrouve dans un état caoutchoutique. Aussi, elle nous aide à déterminer ses propriétés mécaniques, ses T_g , thermique et chimique et leurs propriétés chimiques.

Il faut rappeler que l'objectif de cette étude est la caractérisation thermomécanique de composite qui représente les déchets de production (composites neufs) et les déchets en fin de vie (composites vieillis). Nous avons caractérisé jusqu'à ce stade le composite neuf. Donc, une étude du composite vieilli sera faite par la suite pour compléter cette caractérisation thermomécanique de déchets de composite polyester renforcé de fibres de verre.

II.5- Etude d'endommagement et de vieillissement de composite

Pour terminer la caractérisation du composite LU1, une étude de son comportement en fatigue est nécessaire. En effet, le composite en fin de vie est le siège de plusieurs phénomènes comme l'endommagement et la fatigue. Ainsi, une étude de l'endommagement et du vieillissement des composites est importante pour connaître ses propriétés.

Une caractérisation du comportement de la résine sous des sollicitations cycliques aux alentours de sa T_g , sera faite afin de déterminer son comportement mécanique. Donc, dans cette partie, des

essais de fatigue de la résine polyester et du composite LU1, de leurs résultats et leurs analyses seront présentés.

II.5.1- Etude d'endommagement

II.5.2- Caractérisation d'endommagement et du vieillissement et ses protocoles

II.5.2.1- Vieillessement thermo-mécanique de résine : traction cyclique à haute température

o Protocole expérimental

Le vieillissement de la résine polyester est assuré par un chargement cyclique en traction cyclique sur la machine de traction INSTRON ® 5566A. Le but de cet essai est de déterminer l'origine de non linéarité trouvée dans le comportement mécanique de composite (paragraphe II.4.1), à une température proche de sa température de transition vitreuse de la résine. En effet, les fibres de verre ont toujours un comportement purement élastique à une température inférieure à 150°C. Ainsi, la résine polyester insaturée peut changer de comportement lorsque la température augmente en dépassant sa T_g .

Le protocole de ce chargement cyclique est d'augmenter, à chaque cycle, la contrainte suivie d'un retour à contrainte nulle entre chaque maximum, à 90°C. Le choix de température 90°C est fait car 90°C est une température proche de la T_g , qui est aux alentours de 100°C (voir paragraphe II.4.2). La vitesse de sollicitation est de 10 mm.mn⁻¹. A la fin du dernier cycle, la contrainte est maintenue à 0 pendant 300 s, temps pendant lequel la rétraction de l'éprouvette est enregistrée. La figure 2.20 décrit ce protocole.

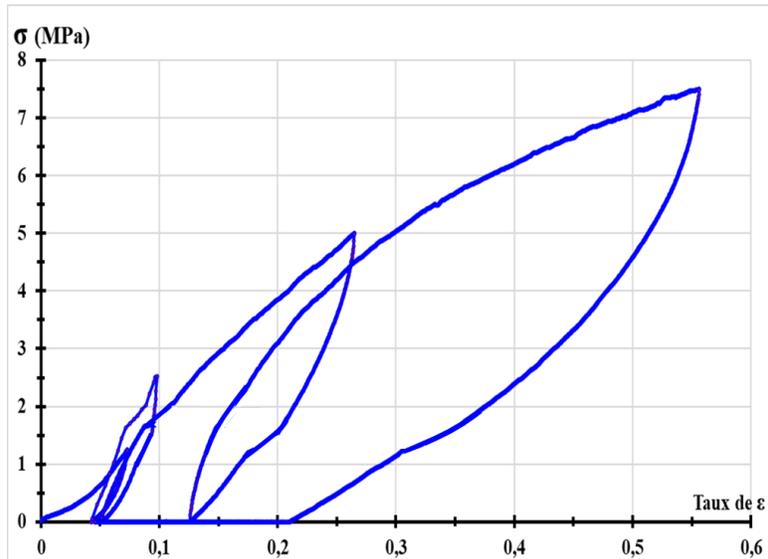


Fig 2- 20 : Chargement cyclique appliqué à la résine polyester à 90°C

o **Résultats**

La figure 2-21 présente le résultat obtenu suite à cette sollicitation cyclique. En effet, la réponse de la résine, enregistrée suite à ce chargement, montre que cette relaxation qui dépend du temps, peut être attribuée à la viscoélasticité de la résine. Selon la figure 2-21, le retour viscoélastique suit le modèle de Maxwell suivant :

$$\varepsilon = 2. \exp\left(-\frac{t}{200}\right)$$

Avec $R^2=0,95$

On peut définir ainsi la constante du temps $\tau = \frac{\eta}{E} = 200$. Avec, η est la viscosité et E est le module élastique.

On remarque que la résine polyester insaturée possède une grande constante du temps. Ainsi, lors d'un chargement mécanique, le composite polyester renforcé de fibres de verre prend un long temps pour retourner à son état initial.

En conclusion, le comportement du composite polyester/fibres de verre à la température ambiante est un comportement viscoélastique avec une grande constante du temps, qui est le comportement attendu de la matrice. En effet, les fibres de verre présentent un comportement purement élastique à la T_{amb} .

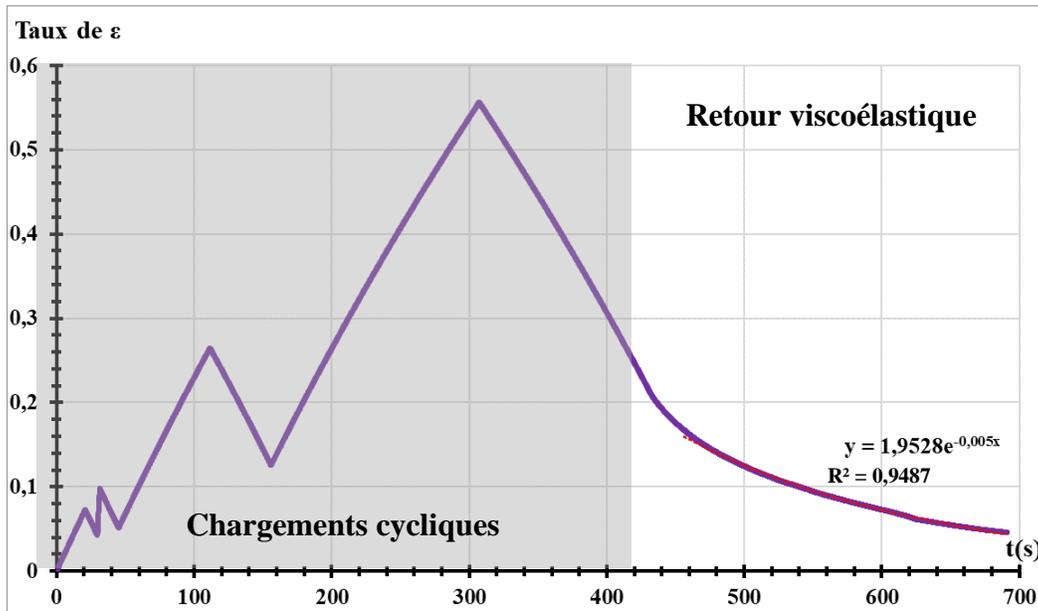


Fig 2- 21 : Courbe de la déformation enregistrée lors du chargement cyclique à 90°C

II.5.2.2- Vieillessement thermo-mécanique du composite : traction cyclique à haute température

o Protocole expérimental

Sur la machine de traction INSTRON ® 5566A, un chargement cyclique, présenté sur la figure 2-22, est appliqué à la variante LU1 pour voir son comportement à la fatigue en traction, avec une vitesse de traction constante de 5 mm.mn^{-1} . Les dimensions de l'éprouvette sont $(80 \times 14 \times 3.3) \text{ mm}^3$.

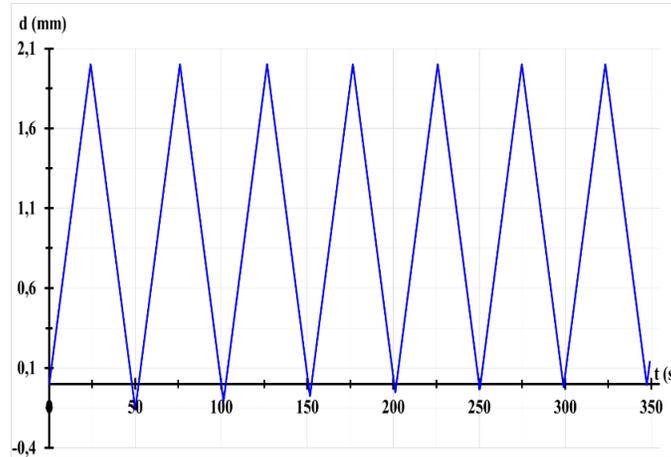


Fig 2- 22 : Chargement cyclique imposé à LU1 à 150°C

o Résultats

La figure 2-23 montre le résultat de cet essai. D'abord, on remarque que le 1^{er} chargement et le 1^{er} déchargement ne suivent pas le même chemin : c'est le phénomène d'hystérésis. Ce phénomène dissipatif est dû à la viscoélasticité du composite.

Ensuite, une diminution de la contrainte maximale d'un cycle à un autre (adoucissement) est observée. Donc, une accommodation des contraintes est obtenue. Cet adoucissement est probablement dû au frottement interne et au glissement des chaînes de résine (paragraphe I.5.2) car la pente à l'origine du deuxième chargement jusqu'au dernier chargement est quasiment la même. S'il y a un dommage interne, le composite ne conserve pas la même pente.

Lors du premier chargement, une chute remarquable de la contrainte qui peut se traduire par une chute de rigidité du composite, est également observée. Ainsi, le comportement cyclique de ce composite est similaire au comportement des élastomères qui est caractérisé par une non-linéarité (paragraphe I.5.2). En effet, les élastomères (chargés ou non chargés) sont connus par leur forte non-linéarité et leur dépendance aux contraintes d'adoucissement connue sous le nom d'Effet Mullins [43]. Donc, la chute de rigidité du composite LU1 indique la présence de l'effet Mullins qui est probablement dû au frottement interne des chaînes de sa matrice.

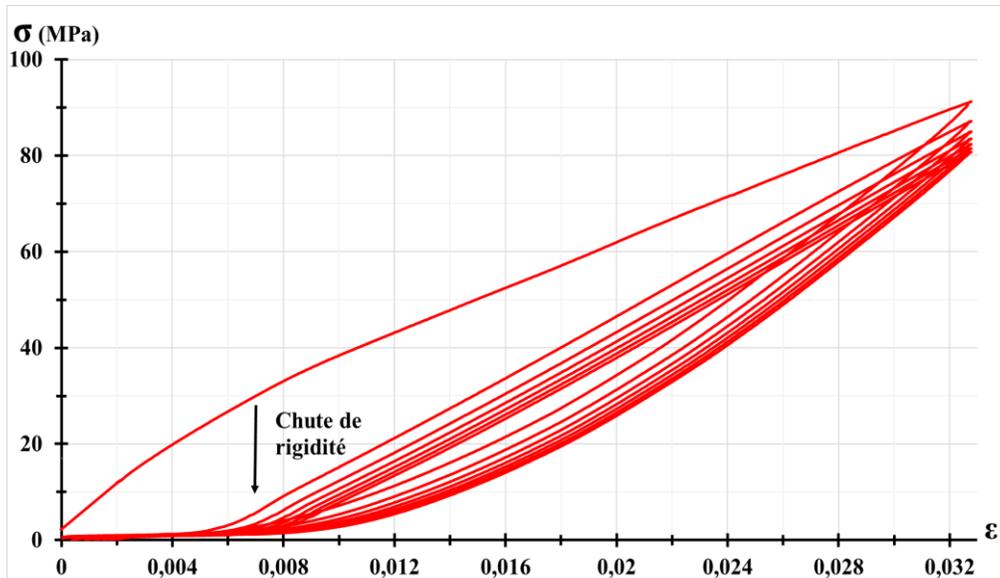


Fig 2- 23 : Résultat du chargement cyclique imposé à LU1 à 150°C

Un autre type de chargement a été imposé au LU1 pour avoir son comportement cyclique lors de l'augmentation du taux de déformation avec le nombre de cycle et avec le retour à l'état de contrainte nulle à chaque cycle. La figure 2-24 montre ce type de chargement à déplacement imposé à LU1.

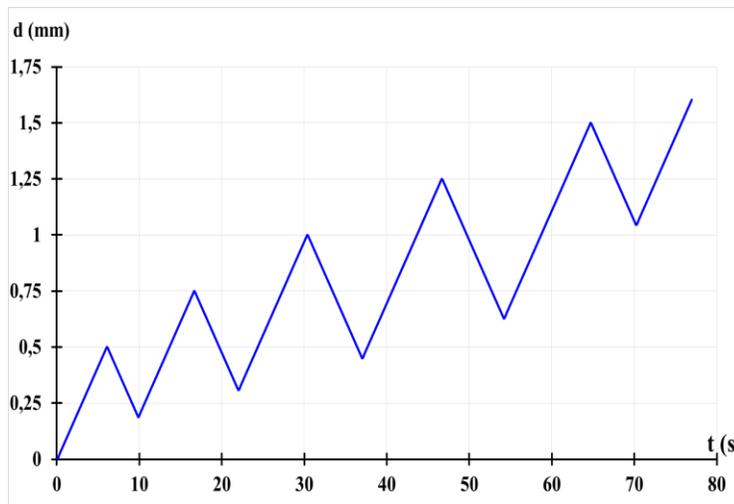


Fig 2- 24 : Type de chargement imposé à 150°C

La figure 2-25 présente le résultat de cet essai. On note que les différents cycles ont la même allure au cours du temps. Les contraintes augmentent avec l'augmentation de la déformation (déplacement).

Le déchargement ne suit pas le même chemin que le chargement à chaque cycle. Ce qui indique la présence du phénomène d'hystérésis. En plus, une chute de contrainte est notée durant les premiers cycles entre le chargement et le déchargement.

Une diminution du module d'Young E de la sécante par rapport à l'origine (0 (contrainte), 0 (déformation)) est observée pour chaque chargement. Ce matériau ne présente pas de cycle « stable » atteint après trois cycles de sollicitation (voir chapitre 1, paragraphe I.5.2.2), mais plutôt une évolution des cycles de plus en plus faibles (conforme à ce qui est observé pour un caoutchouc chargé au noir de carbone).

Cette baisse peut être traduite par une diminution de la rigidité du matériau qui reflète l'effet Mullins.

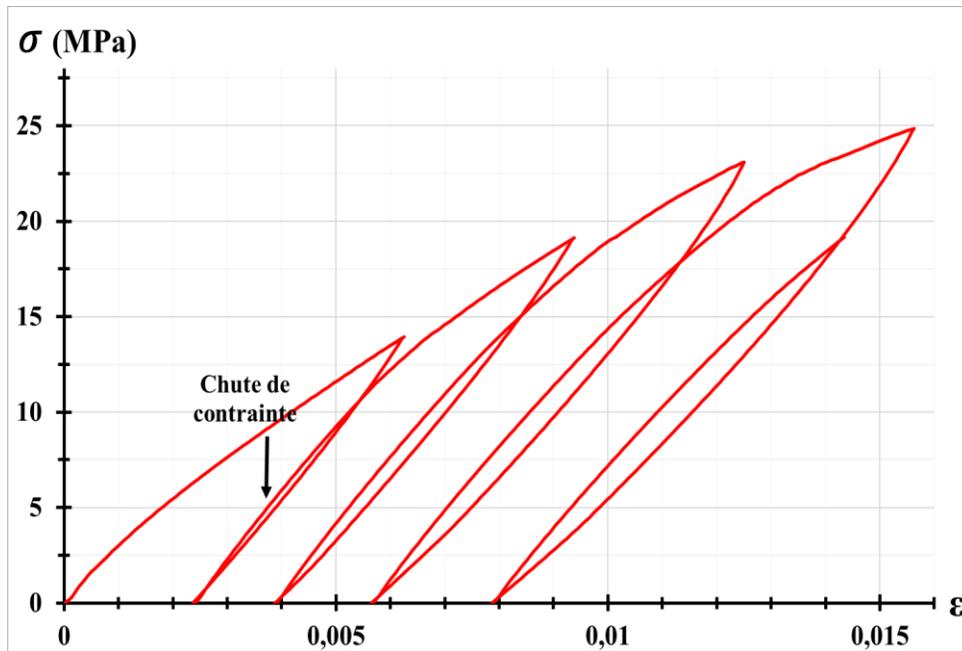


Fig 2- 25 : Résultat du chargement cyclique à 150°C

Pour mieux comprendre le comportement du matériau lorsqu'il est soumis aux différents niveaux de chargement cyclique, et vérifier ainsi la présence de l'effet Mullins à différents niveaux de déformation, un type de chargement présenté sur la figure 2-26 a été imposé. En effet, ce chargement permet de solliciter le composite à différents niveaux de déformations progressives, en faisant à chaque niveau une sorte de relaxation de contraintes moyenne (paragraphe I.5.2). Le matériau est sollicité 5 cycles à chaque niveau de déformation.

Le passage d'un niveau de déformation à un autre est assuré par l'ajout de 0.25 mm de déplacement.

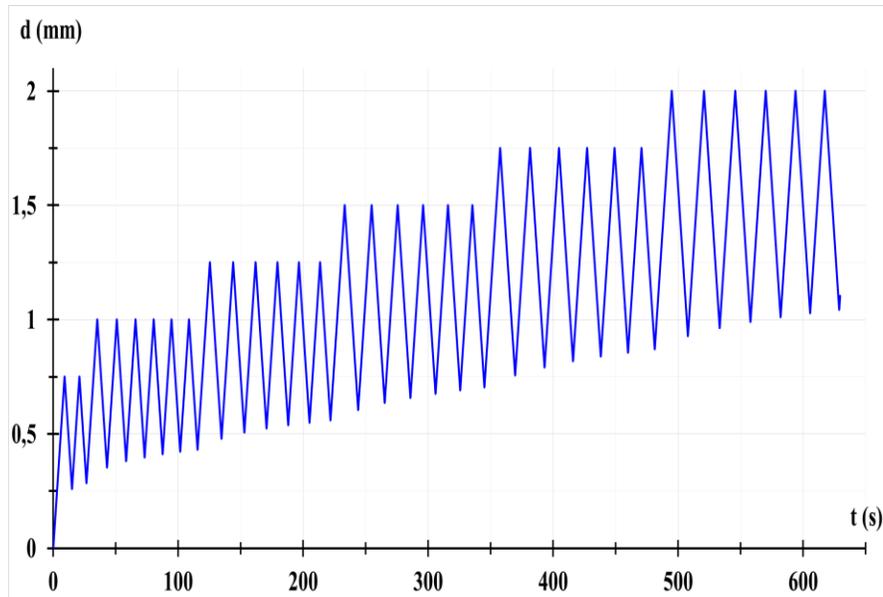


Fig 2- 26 : Type de chargement imposé à 150°C

Après avoir appliqué le type de chargement sélectionné, les figures 2-27 et 2-28 montrent respectivement les résultats de la contrainte en fonction de la déformation et du temps.

On observe pour le même niveau de déplacement imposé, une diminution de la contrainte traduisant une baisse de rigidité. Cette diminution de contrainte a la même forme (pour ces 5 cycles) en faisant varier le niveau de déformation.

Les mêmes phénomènes ont été observés à chaque niveau de déformation que ceux du premier essai montrant l'existence de l'effet Mullins.

La figure 2-28 montre que la diminution des contraintes de relaxation des contraintes est comparable à tous les niveaux. Cela pourrait montrer que le composite LU1 ne présente pas d'endommagement interne et cette diminution est due principalement au frottement interne ses chaînes

Donc, dans le cas du composite polyester renforcé de fibres de verre, les phénomènes ont pu être observés lors d'un chargement cyclique à 150°C sont : l'hystérésis, l'effet Mullins et la relaxation des contraintes.

Au-dessus de sa température de transition vitreuse, ce composite présente les caractéristiques des matériaux en caoutchouc. Ce qui était attendu de la phase amorphe molle. Un élément remarquable est la forte visibilité de l'effet Mullins, malgré la présence de fibres de verre sollicitées en traction. Cela est dû à la faible proportion de ces dernières qui sont orientées dans le sens de la sollicitation.

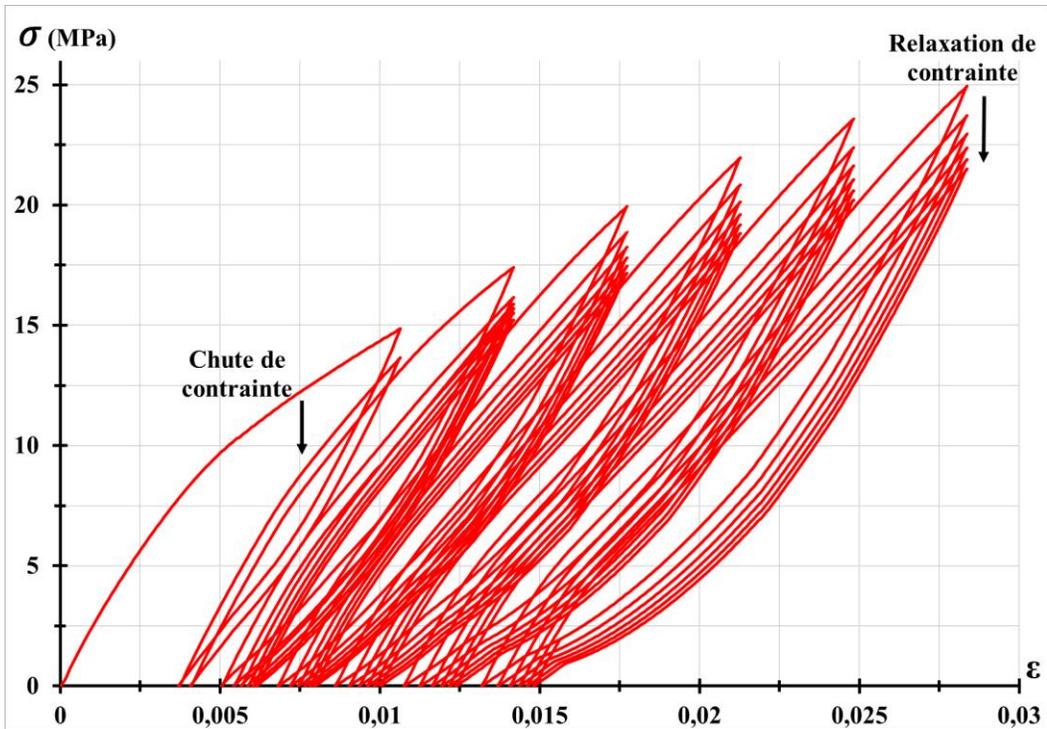


Fig 2- 27 : Résultat du chargement cyclique imposé en fonction de déformation

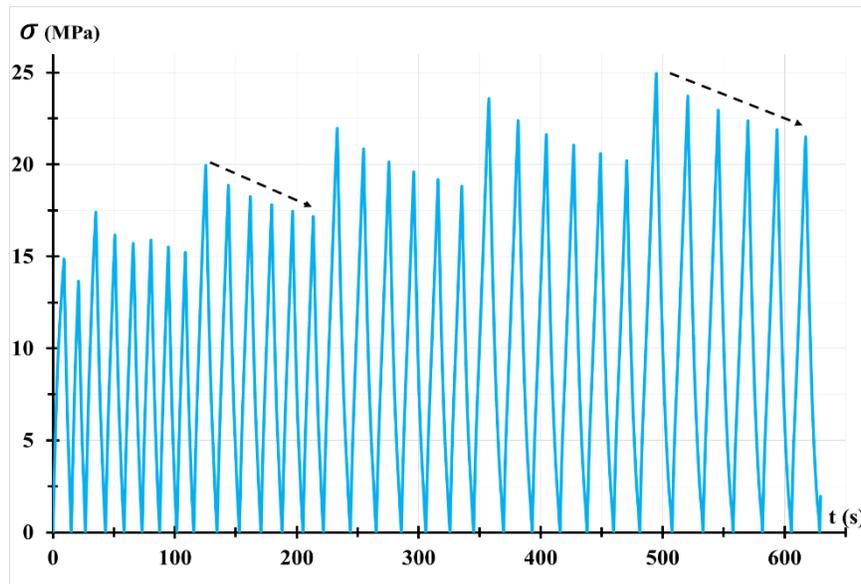


Fig 2- 28 : Courbe du chargement cyclique en fonction du temps

Une analyse structurale d'un échantillon du composite LU1 a été effectuée à l'aide d'un microscope électronique à balayage afin de déterminer si le composite présente des défauts comme des porosités ou la décohésion de l'interface fibre/matrice, qui peuvent contribuer à l'effet Mullins. La figure 2-29 montre le résultat de ce test. On observe la présence des cavités de vides correspondant aux bulles d'air formées au cours du moulage au contact de ce composite (figure 2-29/A).

Cependant, on note qu'il n'y a pas de décohésion ni de rupture au niveau de l'interface fibre/résine (figure 2-29/B).

Ainsi, nous pouvons constater que l'effet Mullins dans le cas du composite LU1 est le résultat soit du glissement interne de chaînes de réseau ou bien de la présence de porosité comme les bulles d'air.

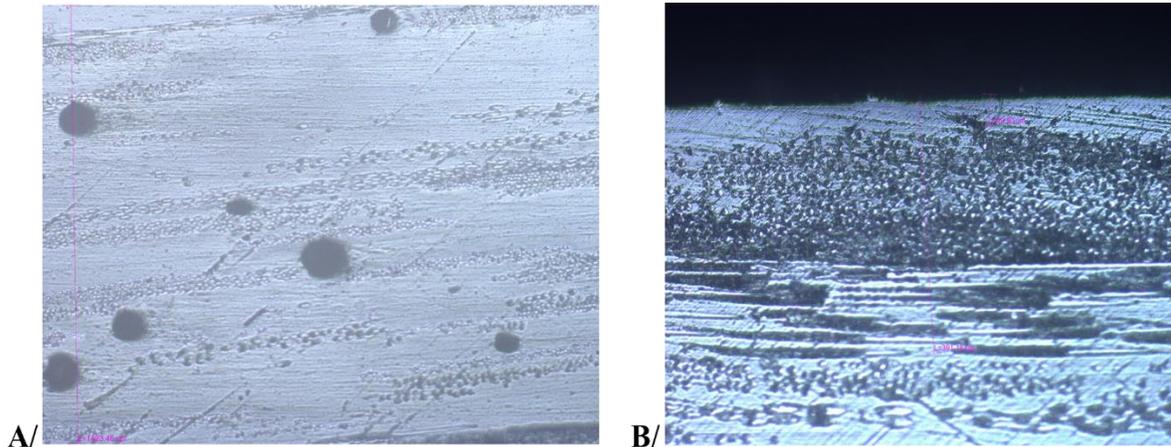


Fig 2- 29 : Type de chargement imposé à 150°C

II.5.2.3- Vieillissement thermochimique : hydrolyse à différentes températures

- Dispositif expérimental

La technique de l'hydrolyse est utilisée pour étudier l'effet du vieillissement sur le comportement de composite immergé dans l'eau. En effet, la présence de l'eau va rompre les liaisons ester de la résine polyester insaturée [18]. Ainsi, cette macromolécule de polyester dissocie la molécule d'eau et se dissocie elle-même, avec production d'alcool et d'acide. (Chapitre 1, paragraphe I.5.2) Trois protocoles expérimentaux d'hydrolyse sont réalisés pour étudier le comportement du composite LU1 après son vieillissement par la technique d'hydrolyse à différentes températures.

Le premier protocole d'essai consiste à mettre les échantillons de ce composite dans l'eau distillée jusqu'à sa saturation totale en eau, S_t à la température ambiante.

Dans notre cas, le taux de saturation total en eau indique la quantité d'eau présente en composite (teneur massique en eau).

Pour accélérer le vieillissement du composite et déterminer l'influence de la température sur son comportement, nous avons choisi également les températures 80°C et 90°C pour l'hydrolyse. En effet, ces deux températures sont proches de sa température de transition vitreuse, T_g , qui est environ 100°C. Ainsi, le deuxième protocole d'hydrolyse consiste à immerger les échantillons du composite LU1 dans de l'eau distillée à 80°C jusqu'à leur saturation totale en eau.

Le troisième protocole d'essai a le même principe que le 2^{ème} protocole, sauf que la température de l'eau distillée est égale à 90°C.

Le taux de saturation en eau est calculé sur la base de la masse initiale de l'échantillon. Chaque jour, les échantillons du composite sont pesés. Ensuite, nous calculons leurs teneurs en eau C_t en utilisant l'équation (25) :

$$C_t = \frac{(m_n - m_0)}{m_0} \times 100 \quad (\text{éq 27})$$

Avec m_n est la nouvelle masse et m_0 est la masse avant hydrolyse.

La relation entre le gain de poids et la racine carrée du temps indique un phénomène de diffusion simple de type Fick [88], [89]. C'est le modèle le plus souvent utilisé pour prédire la diffusion d'eau dans une matrice polymère [90]. En effet, la cinétique de l'absorption de l'eau et sa diffusion, peuvent être modélisées, en utilisant la loi de Fick qui a comme équation, l'équation (26) [88] :

$$\frac{M_t}{M_{eq}} = 1 - \frac{8}{\pi^2} \sum_{n=0}^{\infty} \frac{1}{(2n+1)^2} \exp \left[-(2n+1)^2 \pi^2 \left(\frac{D_t}{h^2} \right) \right] \quad (\text{éq 28})$$

Où h est la demi épaisseur de l'échantillon, M_t est la masse absorbée pendant un temps t , M_{eq} est la masse limite de saturation, D_t est le coefficient de diffusion.

L'étude du mécanisme de diffusion d'eau dans le composite LU1 sera faite en utilisant les paramètres adimensionnels associés au temps t et à la teneur en eau C_t , qui sont [90] :

$$t^* = \frac{t}{t_{max}} \quad \text{et} \quad C^* = \frac{C_t}{C_{t_s}}$$

Avec, t_{max} est le temps maximal atteint et C_{t_s} la teneur en saturation fixée par le calcul

Le premier protocole a nécessité un mois pour atteindre la C_t de tous les échantillons. Ensuite, ils sont laissés à sécher pendant deux mois à la T_{amb} .

Pour le deuxième protocole, les échantillons en composite LU1 sont restés à 80°C pendant 20 jours jusqu'à ce que l'eau sature les échantillons. Ensuite, ils ont été séchés à T_{amb} . Il y a 4 échantillons qui sont séchés à T_{amb} pendant 3 jours et 3 échantillons qui sont séchés pendant 10 jours à T_{amb} , pour déterminer l'effet de la période de séchage sur le comportement du composite vieilli dans l'eau.

Les échantillons du troisième protocole ont été mis à 90°C pendant 14 jours jusqu'à leur saturation totale en eau. Ensuite, ils sont mis au four pendant 3 heures à 90°C pour accélérer leur séchage.

Tous les échantillons séchés de différents protocoles sont testés sur la machine de traction INSTRON® 5566A en flexion 3 points à la T_{amb} . Avant le test de flexion de chaque échantillon de chaque protocole, nous avons mesuré sa masse puis nous avons calculé à nouveau, son taux de saturation en eau. Les dimensions de ces échantillons sont : (75 x 15 x 3,8) mm³.

- Résultats et discussions

• Aspect de la résine seule après hydrolyse

Après hydrolyse, les échantillons ont conservé formes et dimensions. Une immersion dans un mélange acétone-toluène en quantités équivalentes a conduit aux particules montrées sur la figure

2-30, un échantillon non hydrolysé mis dans la même solution ne montre pas d'évolution de la forme ni de la masse.

L'hydrolyse à nouveau d'une partie de ces granulés, poreux et fragiles, ne montre pas d'évolution significative.



Fig 2- 30 : Aspect de la résine après hydrolyse à T_{amb}

- **Diffusion d'eau en fonction de la température de l'eau**

Le tableau 2-8 présente les taux de saturation après hydrolyse et après séchage juste avant le test de flexion 3 points pour chaque échantillon des différents protocoles décrits précédemment.

Tableau 2- 8 : Taux de saturation de composite LU1 de tous les tests d'hydrolyse

		1 ^{er} protocole à T_{amb}		2 ^{ème} protocole à 80°C		3 ^{ème} protocole à 90°C	
		Fin hydrolyse	Avant test	Fin hydrolyse	Avant test	Fin hydrolyse	Avant test
		C_t	C_t	C_t	C_t	C_t	C_t
Echantillons	Sp 1	2,63	1,93	3,17	0	2,47	1,08
	Sp 2	2,50	1,97	3,32	1,10	2,26	0,69
	Sp 3			3,07	0,14	1,95	0,85
	Sp 4			3,07	0,97	1,98	0,92
	Sp 5			3,21	1,12		
	Sp 6			3,15	0		
	Sp 7			3,15	1,50		

La figure 2-31 montre l'évolution de la teneur en eau des échantillons du LU1 du 1^{er} protocole qui sont hydrolysés à T_{amb} , en fonction de la racine carrée du temps (courbes de reprise en eau conventionnelles) [90]. On remarque qu'ils suivent la loi de Fick avec un coefficient de diffusion présenté dans le tableau 2-9. Le temps de saturation est égal à 669,55h.

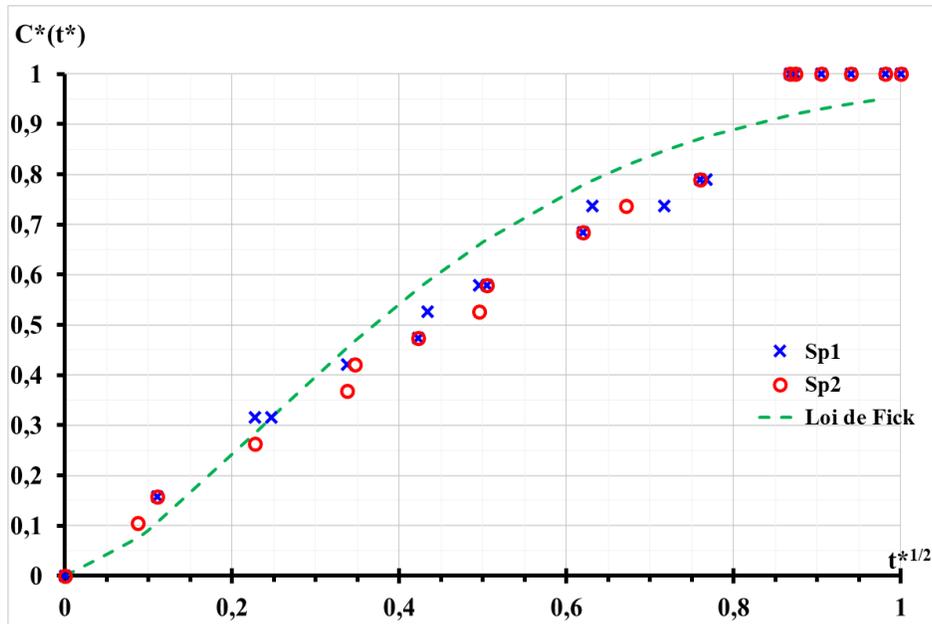


Fig 2- 31 : Courbes d'absorption d'eau d'hydrolyse à T_{amb}

Les échantillons qui sont hydrolysés à 80°C du 2^{ème} protocole, suivent aussi la loi de Fick. L'évolution de leurs teneurs en eau est donnée par la figure 2-32. Leur temps de saturation est égal à 409,54h. De même, les échantillons qui sont hydrolysés à 90°C (3^{ème} protocole) ont les mêmes résultats présentés dans la figure 2-33. Le temps de saturation est égal à 328,55h.

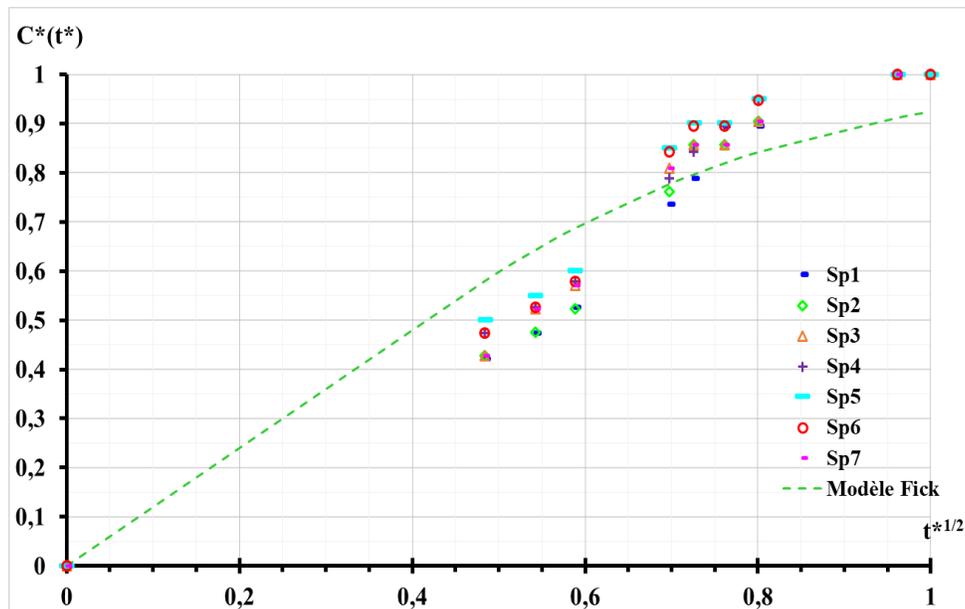


Fig 2- 32 : Courbes d'absorption d'eau d'hydrolyse à 80°C

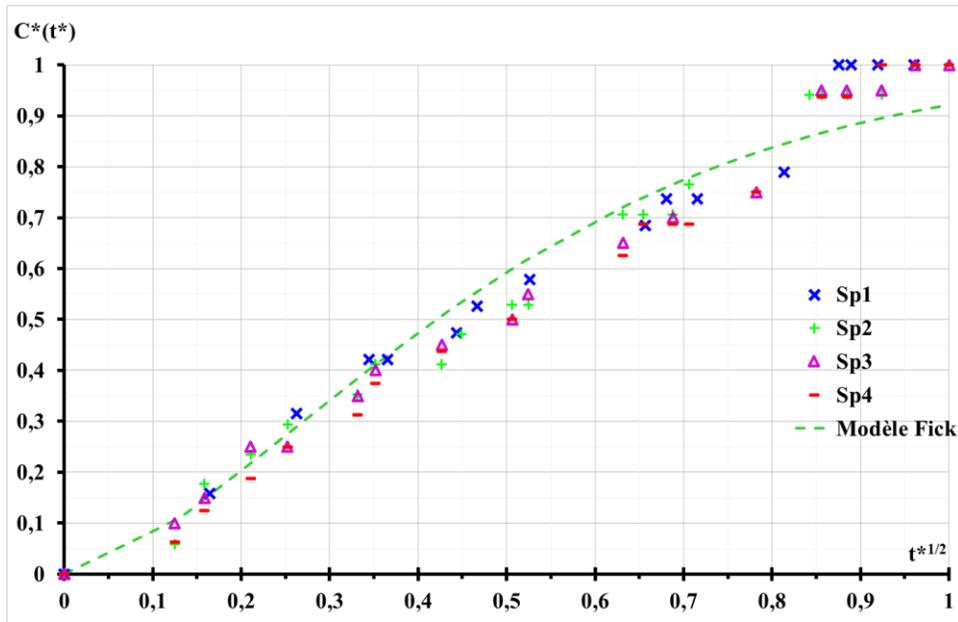


Fig 2- 33 : Courbes d'absorption d'eau d'hydrolyse à 90°C

Le tableau 2-9 résume le coefficient de diffusion du LU1 à différentes températures. On note que lorsque la température de l'eau d'hydrolyse augmente, le coefficient de diffusion augmente. Ce qui montre que l'augmentation de la température de l'eau de l'hydrolyse permet d'améliorer la diffusion de l'eau à l'intérieur du composite LU1.

Tableau 2- 9 : Coefficients de diffusion du LU1 à différentes températures

T(°C)	D_t (10^{-10} m ² /s)
20	1,64
80	4,88
90	6,69

• **Evolution du comportement mécanique**

La figure 2-34 montre les résultats du premier protocole d'essai après le test de flexion 3 points à T_{amb} du LU1, Sp vierge, avant son hydrolyse, (courbes bleue) et après son hydrolyse et son séchage à T_{amb} (courbes respectivement en verte et en rouge avec 1,97 % et 1,39% taux de saturation en eau).

On note qu'il reste encore une quantité importante d'eau dans les échantillons en composite LU1 qui peut agir comme plastifiant.

On remarque que les échantillons hydrolysés à T_{amb} perdent 66% de leur résistance à la flexion (~ 149 MPa) par rapport aux échantillons vierges (~ 450 MPa). Mais, ils obtiennent un gain de 195% dans leur taux de déformation. Cela confirme donc le rôle plastifiant de l'eau.

Les courbes de flexion 3 points à T_{amb} de ces deux échantillons présentent au début une zone de déformation élastique. Ensuite, elles changent de pente avec l'apparition d'une zone de déformation avant la rupture. Ainsi, nous pouvons constater que le comportement de ce composite vieilli dans l'eau est probablement un comportement élasto-viscoplastique [91], vu le rôle plastifiant de l'eau.

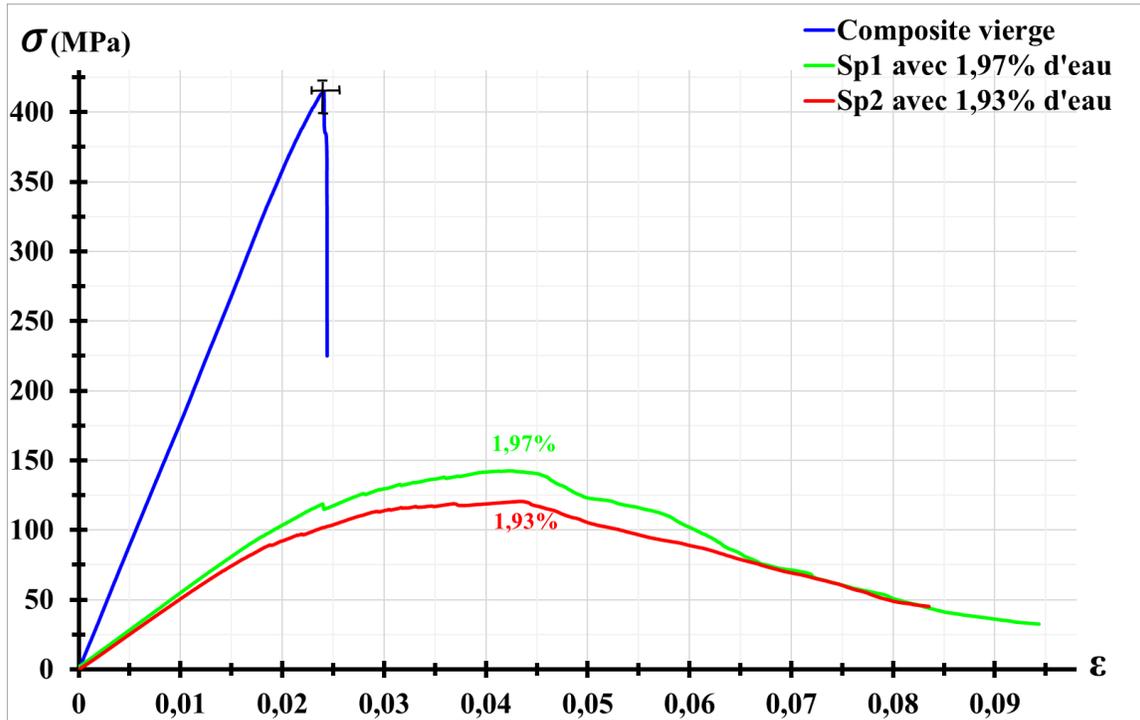


Fig 2- 34 : Résultat de la flexion de LU1 avant et après hydrolyse

Pour mieux comprendre l'effet de la température d'hydrolyse sur le comportement mécanique du composite LU1, une hydrolyse à 80°C est appliquée aux échantillons de ce composite (protocole 2). Ainsi, après cette hydrolyse et un séchage pendant 3 jours à la température ambiante, un test de flexion 3 points a été effectué.

La figure 2-35 montre les résultats de ce test de flexion 3 points effectué à T_{amb} pour les échantillons du LU1 hydrolysés à 80°C (courbes noires).

On remarque que leur résistance à la flexion ($R_f \sim 130$ MPa) est quasiment égale à celle des échantillons qui ont subi une hydrolyse à T_{amb} soit un écart de 67% par rapport à la résistance initiale du LU1. Mais, leur module d'Young E est plus élevé et leur taux de déformation est inférieur de 30% comparé à celui des échantillons saturés en eau à T_{amb} .

Nous pouvons conclure que l'hydrolyse à 80°C a quasiment le même effet que l'hydrolyse à T_{amb} au niveau de la résistance à la flexion, mais, ce dernier donne plus de déformabilité au composite. Les deux types d'hydrolyse dégradent les propriétés mécaniques (résistance à la flexion, rigidité) du composite LU1, en augmentant sa capacité de déformation.

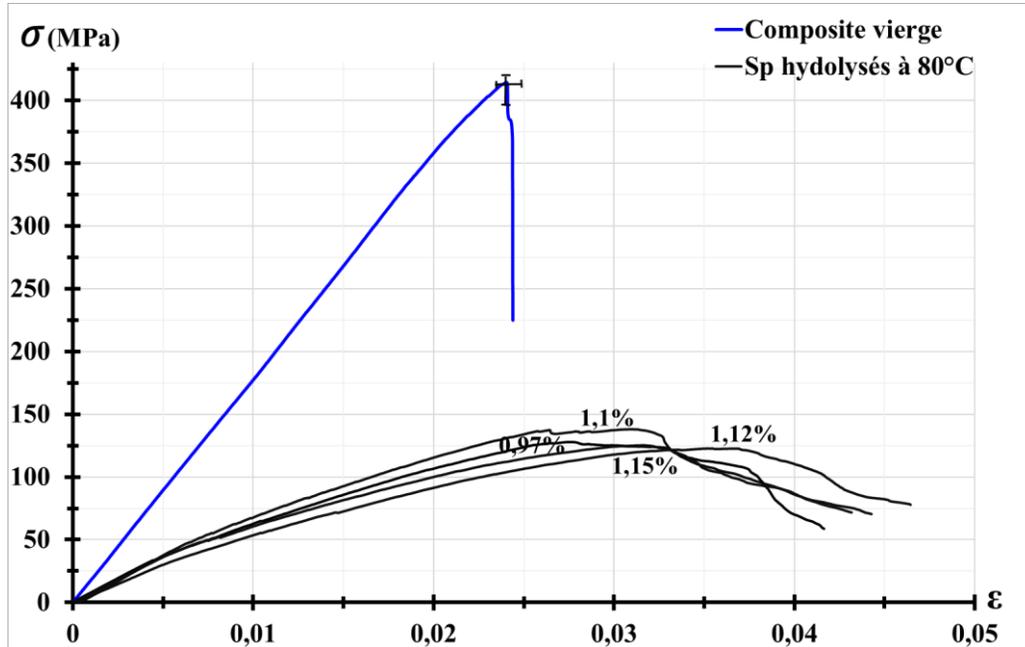


Fig 2- 35 : Résultat de la flexion 3 points de LU1 après hydrolyse à 80°C

Pour vérifier si la période de séchage de ces échantillons après hydrolyse a un effet important sur leur compliance, un lot de 3 autres échantillons, qui ont subi le même protocole d'hydrolyse à 80°C, sont séchés pendant 7 jours à T_{amb} .

La figure 2-36 montre les résultats de la comparaison des tests de flexion 3 points d'échantillons composites LU1 après hydrolyse à 80°C et 3 jours de séchage (courbes noires) et après 8 jours de séchage à la température ambiante (courbes orange).

On constate que le séchage le plus long présente une résistance à la flexion, $R_f \sim 148$ MPa, légèrement supérieure à celle du séchage le plus court. Aussi, leur module d'Young E est également légèrement supérieur. Mais tous ces échantillons (orange et noir) ont des taux de déformation à la rupture proches.

Nous pouvons conclure que la période de séchage a une légère influence sur la résistance à la flexion. Ainsi, un échantillon avec une teneur en eau plus élevée présente une résistance à la flexion plus faible. Ainsi, dans ces conditions, le séchage ne permet pas de récupérer significativement les propriétés mécaniques du LU1.

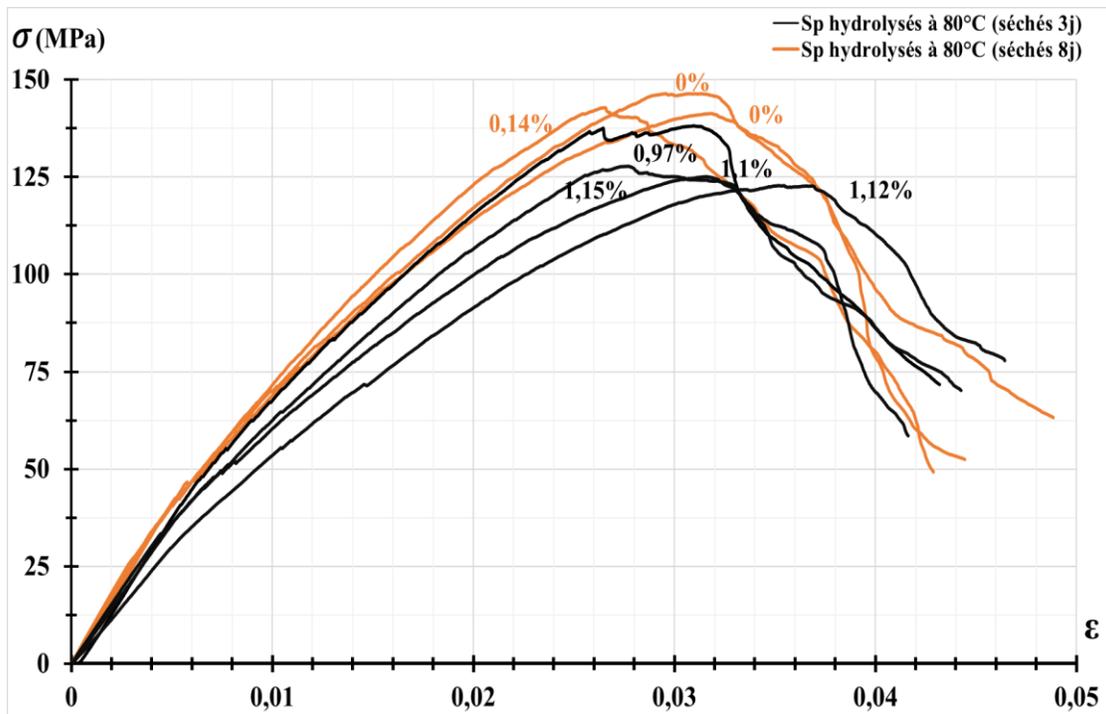


Fig 2- 36 : Résultat de la flexion de LU1 après hydrolyse à 80°C

Pour étudier l'influence de l'hydrolyse sur le comportement du composite à une température proche de sa $T_g \sim 100^\circ \text{C}$, un test d'hydrolyse des échantillons en composite LU1 a été réalisé à 90°C (protocole 3). Les courbes violettes de la figure 2-37 sont les courbes de flexion 3 points des échantillons de LU1 après cette hydrolyse et 3 heures et 30 minutes de séchage à 90°C.

Une comparaison de ces échantillons avec les échantillons hydrolysés à 80°C séchés pendant 8 jours, est choisie car tous ces échantillons ont des taux de saturation proches.

Nous notons que pour les deux protocoles, les échantillons ont le même module d'Young E . Mais les échantillons hydrolysés à 90°C et mis à sécher pendant 3,3 heures, ont un gain de 7% en résistance à la flexion et un gain de 24% de déformation de rupture par rapport aux échantillons hydrolysés à 80°C.

D'autre part, les échantillons hydrolysés à 90°C ont perdu 5% en déformation de rupture et 2% de leur résistance à la flexion, en comparant aux échantillons de composite hydrolysés à la T_{amb} (figure 2-34). Cette baisse de résistance du composite pourrait résulter de l'hydrolyse des liaisons ester de la matrice ou de l'endommagement de l'interface matrice-fibre, ou d'une certaine dégradation des fibres de verre. Il a été démontré que l'hydrolyse à température élevée endommage les fibres de verre [15], [47].

Globalement, les propriétés mécaniques sont très semblables après vieillissement à 80 ou 90°C., mais loin des échantillons vierges.

Ainsi, le vieillissement du composite à l'aide de la technique d'hydrolyse à T_{amb} et à des températures proches de sa T_g , dégrade ses propriétés mécaniques. Mais, il lui donne plus de compliance. En effet, nous avons obtenu un gain de $\sim 200\%$ dans son taux de déformation à la rupture qui peut faciliter sa déformation par rapport à son état vierge.

En conclusion, nous pouvons constater que les échantillons en composite LU1 vieillis qui représentent les déchets en fin de vie, sont probablement plus faciles à recycler par la technique du laminage avec une calandre chauffée que les échantillons en composite LU1 neufs qui représentent les rebuts de production car les déchets en fin de vie présentent une zone de déformation qui facilite leur déformation par laminage.

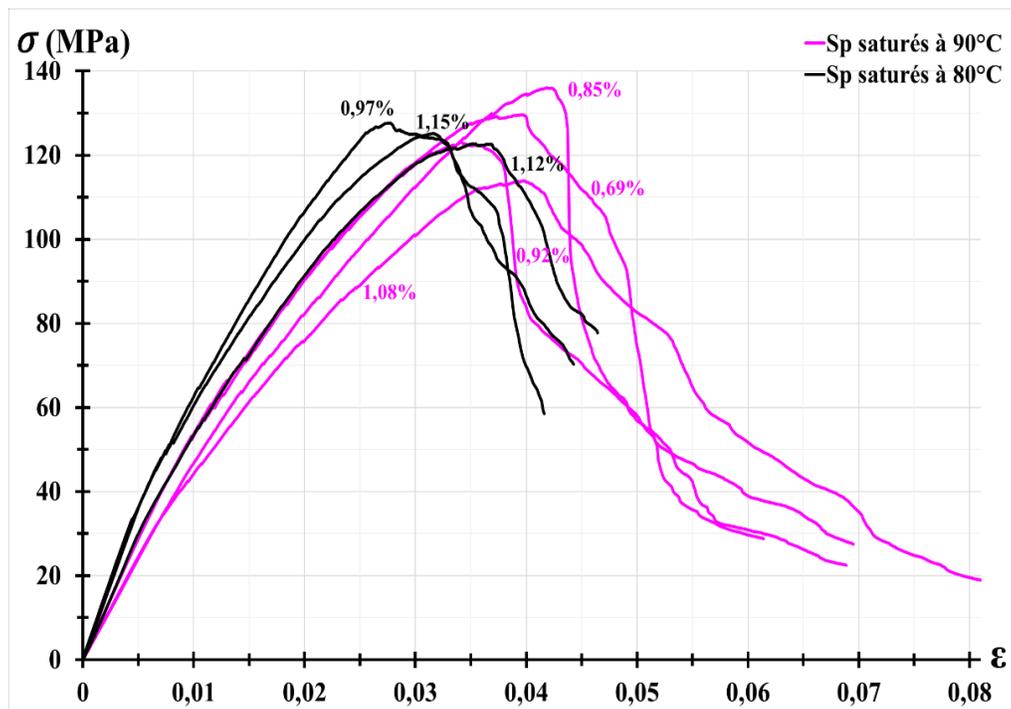


Fig 2- 37 : Résultat de la flexion de LU1 après hydrolyse à 90°C et à 80°C

II.6- Conclusion

Dans ce chapitre, une caractérisation thermomécanique du composite polyester insaturée renforcé en fibres de verre, LU1, est faite en utilisant différentes techniques comme la traction statique et cyclique, la flexion 3 points et la DSC, à différentes températures (au-delà de sa T_g). L'objectif principal de ce chapitre est d'étudier le comportement mécanique des déchets en fin de vie et des chutes de production, en déterminant leurs propriétés mécaniques et chimiques à différentes températures.

Cette étude est composée d'une étude statique et d'une étude dynamique à différentes températures, du composite LU1 neuf qui représente les chutes de production. Elle comporte également une étude de vieillissement pour traiter et déterminer le comportement du LU1 vieilli qui représente les déchets en fin de vie.

L'étude statique nous a permis de déterminer le comportement statique de ce composite en déterminant ses propriétés mécaniques et thermo-chimiques.

Aussi, l'étude dynamique nous a permis de déterminer l'évolution du comportement du composite en fonction de la température et les différents phénomènes observés comme l'effet Payne et l'hystérésis.

Ces deux études montrent que le composite LU1 possède un comportement viscoélastique avec une grande constante de temps.

L'étude d'endommagement et de vieillissement nous a permis de déterminer le comportement et la réponse de ce matériau suite à différents types de vieillissement. En effet, deux procédés de vieillissement sont utilisés : vieillissement mécanique et vieillissement thermo-chimique.

Pour le vieillissement mécanique a été réalisé en utilisant la traction cyclique à 150°C où le composite se trouve dans son état caoutchoutique. Au cours de cet essai, plusieurs phénomènes ont été observés comme l'effet Mullins et l'hystérésis. Ces phénomènes sont dus à la chute de rigidité du matériau LU1, due à l'accommodation de contraintes (déformations). Cette chute est probablement causée par le frottement interne au sein du composite LU1 et non par endommagement.

Le vieillissement chimique a été fait par la technique d'hydrolyse à différentes températures. Les tests montrent que le composite hydrolysé à T_{amb} a perdu environ 66% de sa résistance à la flexion. Mais il a gagné 200% dans sa déformation à la rupture.

Pour l'hydrolyse à des températures proches du T_g composite (température de transition vitreuse ~ 100°C), le composite a gagné 170% de sa déformation de rupture. Mais il y a perdu 60% de sa résistance en flexion. Ainsi, l'hydrolyse à T_{amb} ou accélérée à des températures proches de la T_g , confère une compliance importante au composite LU1. Mais, elle dégrade sa résistance à la flexion, qui peut être récupérée après un long séchage. Ainsi, l'absorption d'eau dégrade les propriétés mécaniques du composite en jouant le rôle d'un plastifiant. Ainsi, le comportement du composite vieilli est probablement un comportement élasto-viscoplastique.

En outre, nous avons trouvé que l'hydrolyse donne plus de déformabilité au composite, qui peut atteindre 200% par rapport à sa déformabilité initiale. Cela signifie que les déchets en fin de vie sont probablement plus faciles à recycler que les rebuts de production par le laminage à chaud.

Ainsi, ce chapitre nous a permis de caractériser thermo-mécaniquement le composite LU1 dans son état neuf et vieilli, en déterminant son comportement à différentes températures. Il permet également de déterminer un premier choix de la plage de température de son laminage qui est comprise entre 80°C et 120°C car au-delà de 120°C, le composite perd 80% de sa résistance mécanique et il devient fragile au laminage comme conséquence.

La deuxième étape de cette étude du laminage du composite LU1 est sa caractérisation tribologique à différentes températures afin de déterminer son coefficient de frottement et vérifier la première plage de température choisie précédemment. Cette caractérisation est le sujet du chapitre suivant.

Chapitre III : Caractérisation tribologique de composites de résine polyester insaturée renforcé de fibres de verre

III. 1 -Introduction	123
III. 2 -Matériaux et procédé expérimental.....	123
III. 2 .1 - Dispositif expérimental	123
III. 2 .2 - Résultats des essais de frottement du composite LU1 et de sa matrice	126
III.2. 2. 1 - Mesures de coefficient de frottement et interprétations.....	126
III.2. 2. 2 - Influence de la température.....	127
III.2. 2. 3 - Influence de l'épaisseur	134
III.2. 2. 4 - Influence de la rugosité	135
III.2. 2. 5 - Influence de la vitesse de glissement	140
III.2. 2. 6 - Influence de la force normale.....	141
III.2. 2. 7 - Comparaison des essais en traction avec ceux en compression.....	143
III. 3 - Conclusion	145

III. 1 - Introduction

Un paramètre primordial pour la modélisation de notre système de recyclage est le coefficient de frottement. En effet, la force d'entraînement de ce procédé est la force de laminage qui est assurée par le frottement entre le composite et la calandre de travail.

Une étude tribologique du frottement du composite LU1 contre l'acier des cylindres de la calandre est donc nécessaire afin de comprendre son comportement dans différentes conditions et déterminer les paramètres de son laminage à chaud comme le coefficient de frottement et la plage de température du laminage.

Cette étude se base sur l'analyse de l'effet des paramètres, présentés au chapitre 1, influençant le comportement en frottement du composite et la détermination du coefficient de frottement du LU1 à différentes températures.

Ce chapitre débutera par une étude expérimentale de la tribologie du composite choisi pour ce travail, en décrivant la méthode, les matériels et les matériaux utilisés puis en montrant les résultats et leurs analyses.

Le développement d'un banc d'essai expérimental a été nécessaire pour ce travail. Il est décrit en détail dans ce chapitre.

Une étape préliminaire de validation de ce banc d'essai a été réalisée afin de tester la fiabilité de notre banc d'essai ainsi que la reproductibilité des mesures. Enfin, une étude de différents paramètres potentiellement influant sur le frottement du composite polyester insaturée renforcé des fibres de verre et de sa matrice permet d'analyser leurs impacts réels sur les comportements tribologiques de ces deux matériaux.

III. 2 - Matériaux et procédé expérimental

III. 2.1 - Dispositif expérimental

Pour les tests de frottement du composite LU1, les éprouvettes utilisées ont une forme rectangulaire, de dimensions : (25 x 45 x 3.6) mm³. Elles sont testées en frottement contre trois matériaux qui sont :

- l'acier X90CrMoV18 (acier de la calandre),
- l'aluminium 6060,
- le polytétrafluoroéthylène PTFE (téflon).

Le choix de ces matériaux est fait pour étudier l'effet du métal et du polymère sur le comportement tribologique du LU1 et savoir avec quel matériau de frotteur, le composite peut résister au frottement à haute température, en termes de laminage.

Le dispositif expérimental utilisé pour les essais de frottement est un banc d'essai développé au cours de cette étude. Il est présenté sur la figure 3-1. Une vue éclatée de ce système est également présentée dans l'annexe 3-1.

Ce banc est composé de deux supports en acier (2), qui sont disposés sur une table de base (1). Cette table permet de fixer l'ensemble de ce banc sur le mors inférieur de la machine de traction INSTRON® 5566A.

Deux axes (7) et (8) sont utilisés pour assurer le parallélisme entre les deux supports (2) et l'échantillon (4).

Deux pièces composites (3) sont positionnées dans les deux supports (2) de telle sorte que ce système soit symétrique par rapport à la pièce centrale (4). Cette pièce centrale est assemblée au mors supérieur de la machine de la traction INSTRON® 5566A. Trois pièces centrales de natures différentes seront utilisées par la suite, pour caractériser le frottement du composite contre un acier représentatif de la calandre, un aluminium et du PTFE.

La procédure d'essai est d'assembler d'abord le banc à la machine de traction INSTRON® 5566A. Ensuite, on serre les pièces en composite sur la pièce centrale à l'aide du serre joint (6), en insérant le capteur de force entre ce dernier et le support (2). La pièce centrale (4) est alors mue en imposant la vitesse de déplacement de la traverse de la machine de traction et provoque ainsi le glissement de (4) sur le composite.

La force tangentielle de frottement est mesurée par le capteur de la machine de la traction. La force normale du frottement est mesurée par le capteur de force (5).

Grâce à ce système, deux sollicitations sont possibles pour mesurer le coefficient de frottement : la traction (vers le haut) et la compression (vers le bas).

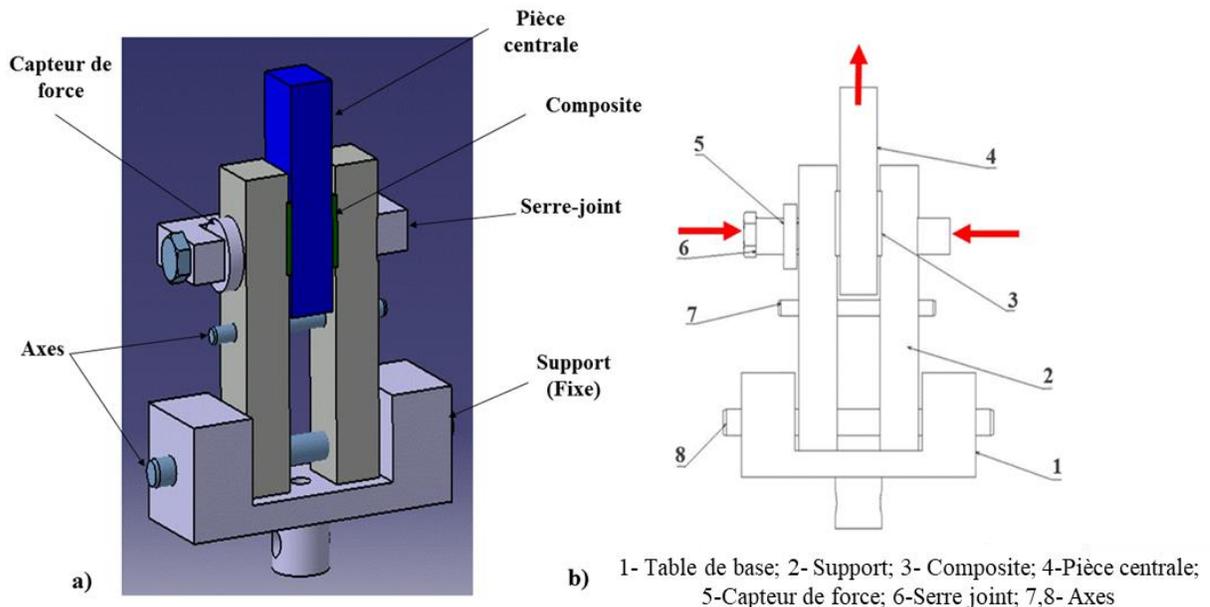


Fig 3- 1 : a) Montage d'étude du frottement, b) Schéma principe du montage de frottement

Les figures 3-2/a) et c) montrent respectivement l'assemblage de ce banc d'essai sur la machine de traction INSTRON® 5566A et le système d'acquisition du capteur de la force normale permettant la conversion de sa sortie analogique en sortie numérique.

L'un des objectifs de ce travail étant d'étudier le comportement tribologique du composite à différentes températures allant de l'ambiante (T_{amb}) à 150°C , une étuve est montée sur la machine de traction pour enfermer le banc (figure 3-2/b).

Les paramètres dont nous souhaitons quantifier l'influence sur la tribologie du composite sont : la température, la rugosité, l'épaisseur (rigidité) du matériau, la vitesse de glissement/déplacement et la force normale. Le principe retenu pour l'étude de l'influence de ces différents paramètres sur le comportement en frottement de ce matériau est de faire varier ceux-ci un à un, et de fixer tous les autres.

Pour chaque valeur des paramètres, une moyenne de 44 échantillons sont testés (entre 3 et 5). Chaque échantillon est utilisé alternativement en traction et en compression jusqu'à sa défaillance. Nous avons observé qu'un échantillon en résine polyester insaturée résiste en moyenne à 4 essais (traction (en haut) + compression (en bas)) et qu'un échantillon composite résiste entre 6 et 8 essais (traction + compression). Le lecteur pourra se référer à l'annexe 3-1 qui indique le nombre d'essais pour chaque type de test de frottement, réalisés au cours de ces travaux.

La différence observée entre les essais en traction et en compression sera analysée dans le dernier paragraphe (III.2.2.7) de ce chapitre.

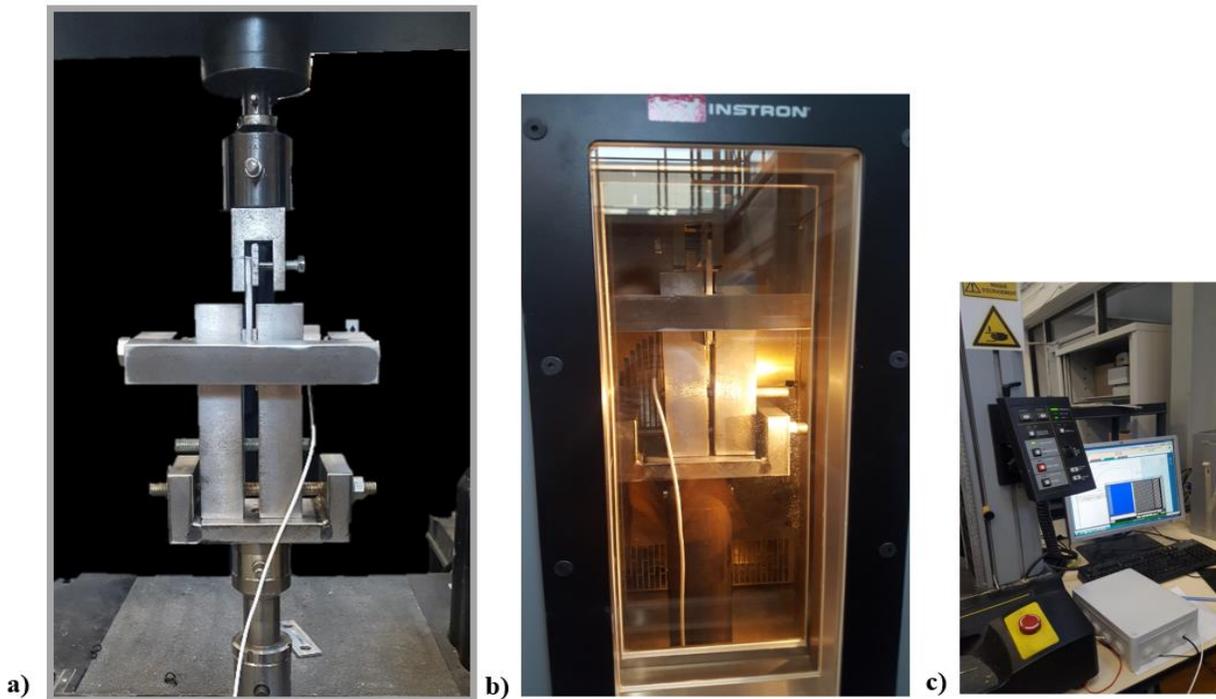


Fig 3- 2 : a) Montage du banc d'essai sur la machine de traction, b) Etuve et c) Système d'acquisition

III. 2.2 - Résultats des essais de frottement du composite LU1 et de sa matrice

III.2. 2. 1 - Mesures de coefficient de frottement et interprétations

La figure 3-3 présente les courbes brutes, représentatives de la force normale et de la force tangentielle du frottement du composite LU1 contre l'acier de la calandre à T_{amb} . On remarque que la force normale est constante en fonction du temps. La force tangentielle passe par une phase transitoire montrant le coefficient de frottement statique du composite/acier. Après une seconde, elle est stabilisée marquant le coefficient de frottement dynamique du composite/acier. Le coefficient de frottement est égal au rapport de ces deux forces.

La figure 3-4 montre des courbes représentatives de coefficient du frottement du composite LU1 contre l'acier à T_{amb} , dans le sens de traction (vers haut) et le sens de compression (vers le bas). On note que le coefficient de frottement donné par les différentes courbes est composé d'un coefficient statique et dynamique.

Des oscillations autour de la valeur moyenne du coefficient de frottement dynamique et statique sont observées. Elles sont de petites amplitudes à haute température et de plus grandes amplitudes à basse température. Elles sont probablement dues au phénomène de Stick Slip.

L'influence de la température du contact n'été pas étudiée au cours de cette étude tribologique car des vitesses très faibles du travail sont faibles ($\sim 0,1 \text{ mm.s}^{-1}$). Donc, on va considérer que la température du contact est égale à la température mesurée.

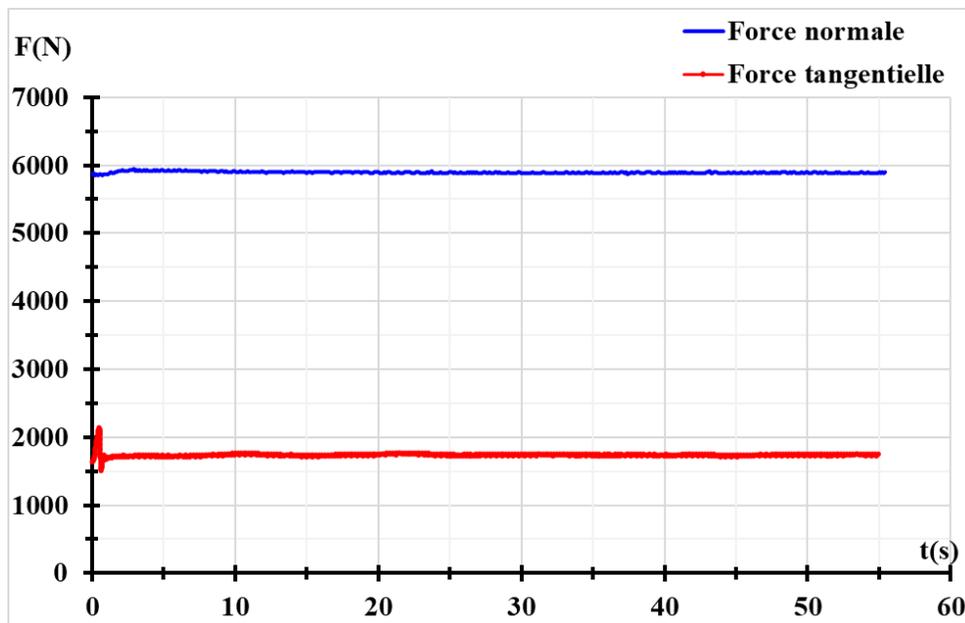


Fig 3- 3 : Courbes brutes, représentatives de la force normale et la force tangentielle du frottement du composite LU1 contre acier à 20°C

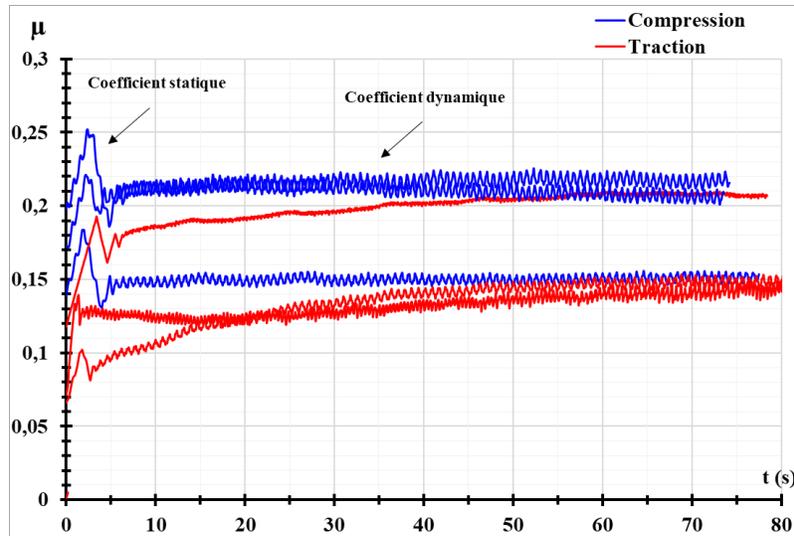


Fig 3- 4 : Courbes représentatives du frottement composite/acier à 20°C en traction et en compression

III.2. 2. 2 - Influence de la température

- Pour la résine

Les résultats des essais de frottement de la résine polyester insaturée seule sur de l'aluminium et de l'acier, en faisant varier la température sont présentés sur la figure 3-5. On remarque que le comportement en frottement de la résine sur les métaux, augmente avec la température jusqu'à une température qui est aux alentours de sa T_g (100°C pour l'acier et 110°C pour l'aluminium). A partir de cette température, le coefficient de frottement chute.

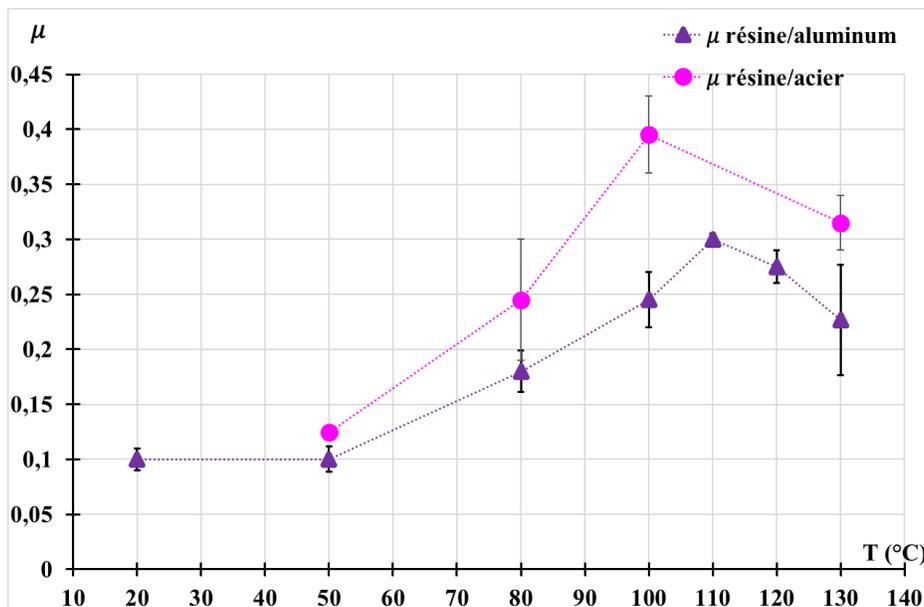


Fig 3- 5 : Courbes moyennes du frottement de la résine contre l'acier et l'aluminium en fonction de la température

Après les tests de frottement de la résine contre les métaux, des modifications morphologiques ont été observées dans les échantillons de résine. Le tableau 3-1 présente les échantillons après ces tests de frottement de la résine sur l'aluminium et sur l'acier à 130°C.

On remarque que les éprouvettes résultantes sont endommagées après plusieurs tests de frottement montrant leur fatigue.

Tableau 3- 1: Observations des surfaces du contact de la résine après frottement à 130°C

<p>Echantillons en résine après leur frottement contre l'acier à 130°C (après plusieurs tests)</p>	<p>Echantillon 1</p>  <p>Echantillon 2 amplitude 1</p> 
<p>Echantillons en résine après leur frottement contre l'aluminium à 130°C (après plusieurs tests)</p>	

- **Pour le composite**

La figure 3-6 montre deux courbes représentatives des coefficients de frottement mesurés pour le composite LU1 contre l'acier en fonction du temps, pour la température ambiante (~ 20°C) et pour 100°C, en traction et en compression (mesures différentes). On remarque que le coefficient de frottement composite/acier se décompose en coefficient statique et dynamique. Globalement, le coefficient de frottement de ce composite contre l'acier à 100°C est nettement plus grand que celui à 20°C.

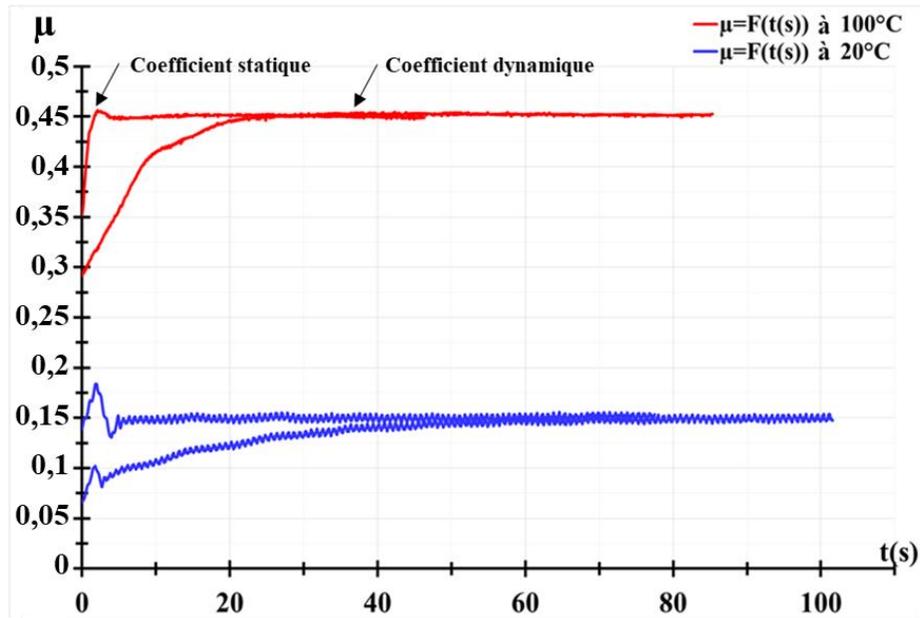


Fig 3- 6 : Courbes représentatives du frottement composite/acier à 20°C et à 100°C

La figure 3-7 montre l'évolution du coefficient de frottement pour trois matériaux en frottement sur le composite, en fonction de la température.

Pour le frottement composite/PTFE, le coefficient de frottement reste quasiment constant lors de variation de la température de 20°C à 150°C ce qui donne un comportement stable pour le frottement du composite sur le PTFE. On peut remarquer une petite décroissance de celui-ci autour de 100°C , mais ça reste trop faible par rapport à notre incertitude pour être analysée.

Pour le frottement du composite sur l'acier et l'aluminium, le même comportement est observé. Le coefficient de frottement composite/aluminium est supérieur à celui du frottement composite/acier. Ainsi, le coefficient de frottement du LU1 contre les métaux (acier et aluminium) augmente avec l'élévation de température de l'ambiante jusqu'à 110°C . À partir de cette température, une chute remarquable de ce coefficient est notée. Ce comportement en frottement du LU1 est dû à son caractère viscoélastique. Généralement, les propriétés des élastomères dépendent fortement de la température [92], ainsi le changement important du coefficient de frottement en fonction de la température du composite est dû principalement à sa composante adhésive et à la déformation qui sont reliées à ses propriétés viscoélastiques [93]. Le passage du coefficient de frottement du LU1 par un maximum à une température proche de sa T_g , est donc le résultat du pic du facteur de perte $\tan \delta$ qui modélise le frottement interne du LU1.

Le test thermodynamique réalisé en chapitre II montre que 105°C est la T_g du composite LU1. A cette température, les matériaux composites subissent diverses modifications de leurs propriétés mécaniques. Donc, la chute du coefficient de frottement à partir de 110°C peut être en partie attribuée à un changement des propriétés thermomécaniques de ce composite et de son comportement physique (passage de l'état vitreux à l'état caoutchoutique) à cause de son passage au-delà de sa T_g .

Il est cependant à remarquer que le pic du coefficient de frottement de la résine sur l'aluminium est augmenté de 10°C, comparé à celui du frottement du composite sur l'aluminium qui était d'environ 100°C (figure 3-5). Cela pourrait s'expliquer par la présence de fibres de verre dans le composite qui provoque ce déplacement car bien que les fibres de verre donnent plus de résistance au composite, simultanément les interfaces résine/fibres le fragilisent en permettant de faciliter la propagation de fissures et donc la dissipation d'énergie.

Étant donné que la surface de contact du composite n'est que de la résine, ce changement est probablement dû à une modification des propriétés mécaniques telles que son module élastique et sa déformation à la rupture.

De 50°C à 120°C, le coefficient de frottement, dans le cas de la résine sur l'acier est inférieur à celui du composite sur l'acier (figure 3-5).

À 130°C, le coefficient de frottement de la résine sur l'acier est supérieur au coefficient de frottement du composite sur l'acier. Cela est remarqué également pour le frottement de la résine sur l'aluminium par rapport au composite sur l'aluminium. Ce qui peut confirmer les explications précédentes sur le changement de la nature de la surface de contact et le glissement des couches composites conduisant à la chute du coefficient de frottement. De plus, à cette température, le coefficient de frottement du composite sur l'aluminium est moins important que celui de la résine sur l'aluminium. Cette différence pourrait être due à la présence d'une poudre grise, qui est probablement de l'alumine, produite lors des tests de frottement du composite contre l'aluminium, d'où la notion du troisième corps qui pourrait indiquer la présence d'une usure abrasive du LU1. Cette poudre peut travailler comme un lubrifiant, en générant une réduction du coefficient de frottement du composite sur l'aluminium.

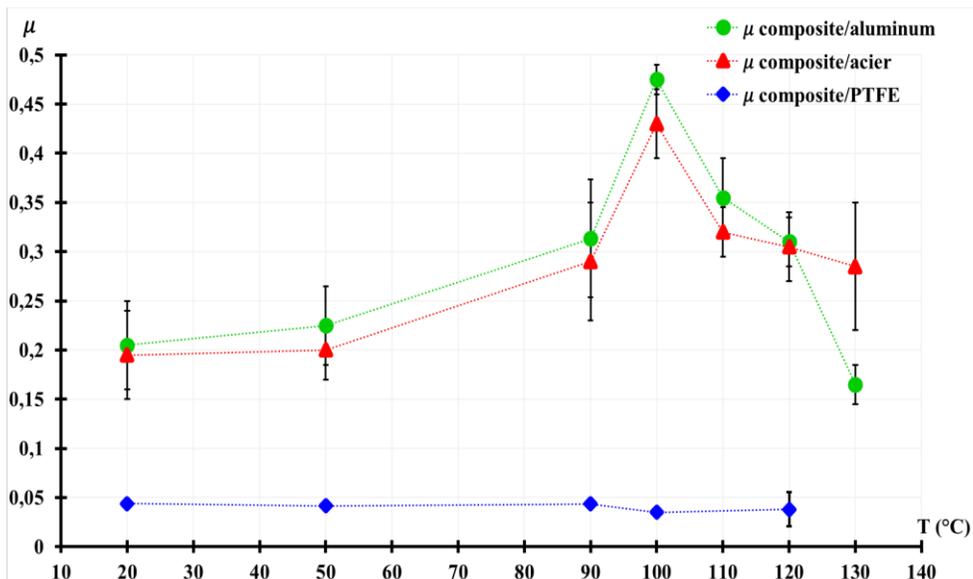


Fig 3- 7 : Courbes moyennes du frottement du composite contre 3 matériaux en fonction de la température

Pour comprendre plus en détail l'influence de la température sur le comportement tribologique de ce composite, une étude de la surface de contact est réalisée à plusieurs températures. Les résultats sont présentés dans la figure 3-8. On a observé qu'au-dessous de 100°C, le composite ne présente aucun endommagement visible. Au-dessus de 100°C, de nombreuses modifications morphologiques de la surface de contact du composite avec l'acier et l'aluminium, ont été remarquées.

Après les tests de frottement composite/acier à 100°C, des fibres de verre sur la surface de contact apparaissent après avoir éliminé la résine montrant son endommagement (figure 3-8). L'élimination de la résine est faite par sa transformation en poudre due à la fatigue. Une partie de cette poudre est mélangée avec les fibres de verre et l'autre partie reste sur l'acier. Ainsi, un changement des surfaces de contact de résine sur acier initialement à résine et fibres de verre sur acier donne lieu à une augmentation considérable du coefficient de frottement observé.

Les essais de frottement du composite contre l'acier, effectués à 110°C, produisent une poudre de résine de polyester. Dans ce cas, le frottement peut être entre la poudre de résine, les fibres de verre et l'acier. Ainsi, la notion du 3^{ème} corps qui est dans ce cas la poudre de la résine, apparaît après plusieurs essais de frottement.

À 120°C, on observe un mode de rupture total par glissement lors du frottement du composite sur acier. Le frottement a très probablement lieu entre les couches délaminées du composite. La figure 3-8 montre un exemple d'un échantillon composite qui subit un délaminage total en son cœur. Ainsi, le coefficient de frottement résulte du glissement des couches du composite entre elles. Donc, pour le frottement du composite contre l'acier, l'endommagement des pièces composite apparaît à partir d'une température proche de sa T_g .

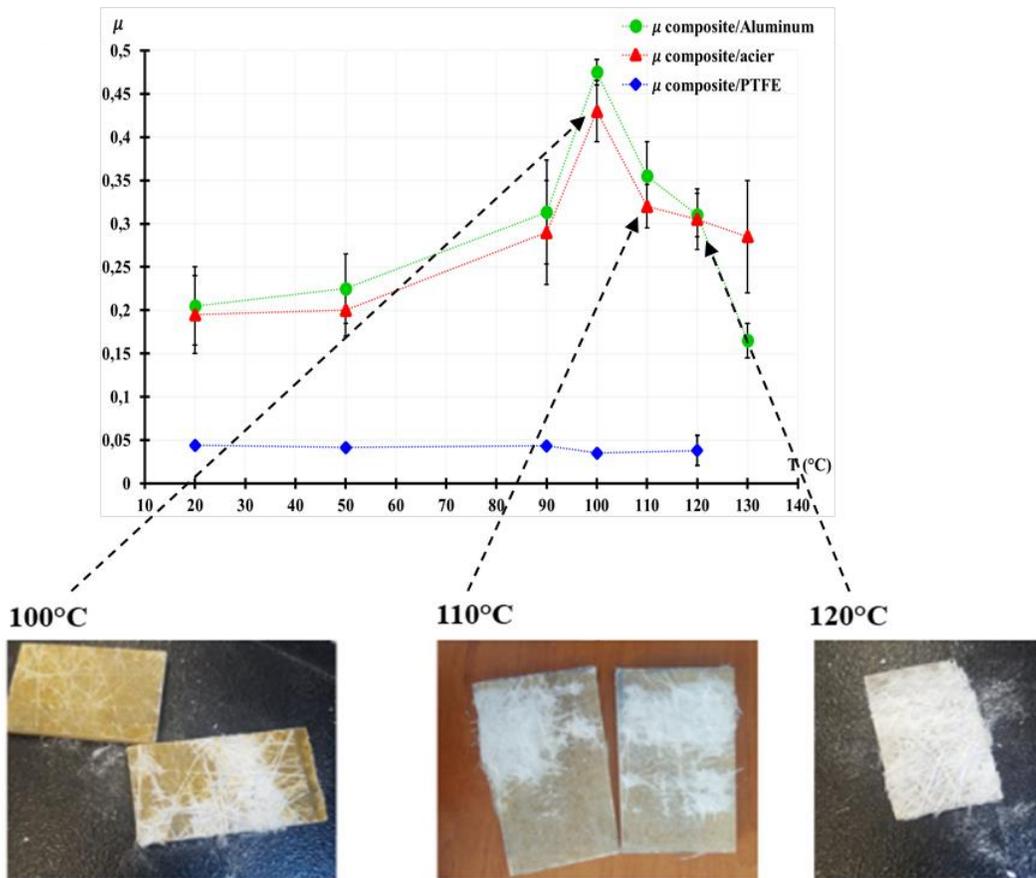


Fig 3- 8 : Surfaces de contact du composite après son frottement contre l’acier à différentes températures

Pour le frottement du composite contre l'aluminium (tableau 3-2), le début du glissement entre les couches du composite se déclenche au-delà de 100°C. Ce glissement ou délaminage des couches composites, se produit à une température plus basse, comparée à celle du frottement du composite contre l'acier qui a été observé à 120°C. Ainsi, l'apparition de ce mode de glissement semble dépendre des propriétés mécaniques (comme la rigidité, la contrainte à la rupture ou le taux de restitution de l'énergie (critère de Griffith [94])) des corps glissants et de la température.

En se référant à tous ces résultats aux différentes températures, le comportement en frottement du composite LU1 contre les métaux cause des dommages au composite pour les températures supérieures à sa T_g . Nous pouvons conclure ici que nous ne mesurons probablement plus le coefficient de frottement composite/ métal pour les températures supérieures à la T_g du composite.

Pour le frottement du composite contre le PTFE (tableau 3-2), aucune modification morphologique importante n'a été observée. Cela peut être dû au fait que les contraintes de cisaillement superficielles sont suffisamment faibles lors de son glissement contre le PTFE, pour ne pas atteindre les valeurs des contraintes à la rupture pour nos matériaux dans toutes ces conditions expérimentales.

Dans le cas du glissement du composite sur l'acier ou l'aluminium, les contraintes de cisaillement de la surface sont plus élevées et permettent de dépasser les propriétés de résistance à la rupture du composite.

Finalement, nous pouvons conclure que la température possède une forte influence sur le comportement tribologique du composite LU1. Au-delà de sa T_g , des endommagements (usure abrasive du LU1) ont été observés. Ainsi, pour le laminage à chaud du LU1, nous limiterons la plage de la température du travail au [80°C, 100°C] (deuxième choix de la température) afin d'éviter son dommage.

Tableau 3- 2: Observations des surfaces du contact du LU1 après frottement à différentes températures

<p>Echantillons en composite LU1 après leur frottement contre l'aluminium à 110°C (après plusieurs tests)</p>	
<p>Echantillons en composite LU1 après leur frottement contre l'aluminium à 130°C (après plusieurs tests)</p>	 <p style="text-align: center;">Echantillons après frottement composite/aluminium à 130°C</p>



III.2. 2. 3 - Influence de l'épaisseur

Une étude de l'influence de l'épaisseur de la résine sur son comportement au frottement est réalisée dans cette partie. Nous avons choisi de travailler avec la résine au lieu du composite car c'est un matériau homogène et isotrope, ce qui facilite les mesures et leur analyse. Ainsi, seulement deux épaisseurs d'échantillons de résine sont utilisées dans cet essai de frottement de la résine sur l'aluminium, en faisant varier la température.

La figure 3-9 montre les résultats de ces tests en fonction de la température pour les deux épaisseurs retenues (2 mm et 5 mm). Une valeur plus importante du coefficient de frottement de la résine contre l'aluminium est observée avec l'épaisseur de 2 mm par rapport à l'épaisseur de 5 mm à 50°C et à 80°C. Ces résultats montrent que le coefficient de frottement mesuré n'est pas une caractéristique de la surface d'interaction mais il inclut aussi une composante des paramètres mécaniques globaux [64]. Cependant, nous notons un comportement similaire en fonction de la température. Une interprétation faisant intervenir l'énergie élastique emmagasinée peut être proposée. L'échantillon de résine d'épaisseur 5 mm est moins rigide que l'échantillon d'épaisseur 2 mm. Soumis à une force donnée, le premier va stocker plus d'énergie élastique. La quantité d'énergie nécessaire pour provoquer le glissement est atteinte pour une force tangentielle appliquée moindre avec l'échantillon de forte épaisseur. Cet échantillon présente alors un coefficient de frottement moins élevé par rapport à celui de 2 mm. Ceci peut être comparé à la théorie développée par Griffith [94] lors de la modélisation des propagations de fissures dans lesquelles l'énergie élastique stockée dans le système mécanique et dans l'échantillon, qui peut être utilisée pour propager une fissure. Ainsi, le paramètre matériau pertinent est le taux de restitution d'énergie dw/dA et non la contrainte à la rupture, où w est l'énergie élastique totale et A est la surface de la fissure.

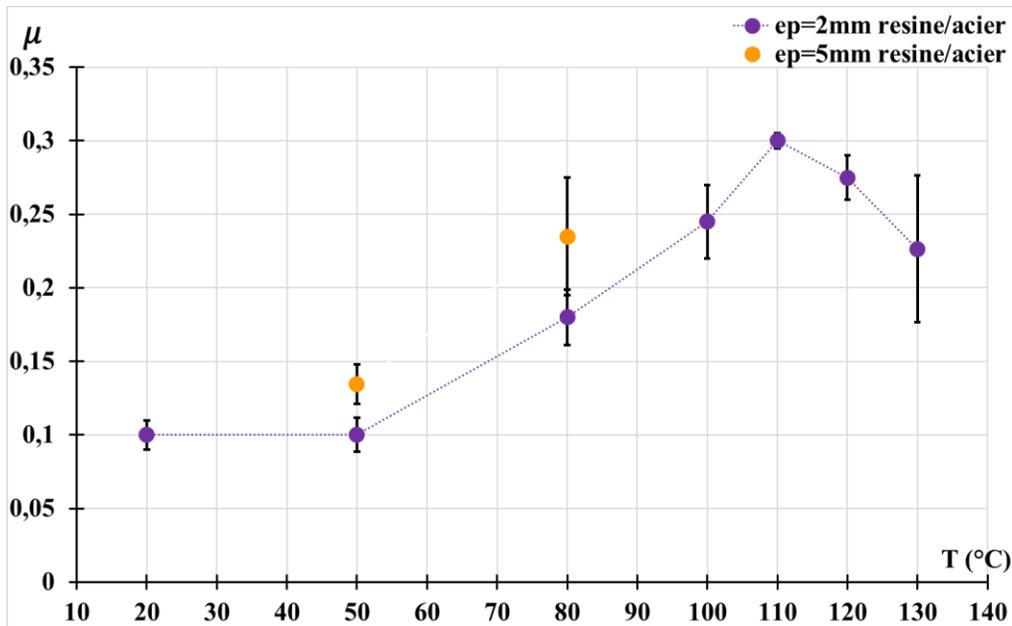


Fig 3- 9 : Courbes moyennes du frottement de la résine contre l'aluminium pour deux épaisseurs

III.2. 2. 4 - Influence de la rugosité

◆ Influence de la rugosité de différentes surfaces de contact

Pour étudier l'effet de ce paramètre, des mesures de rugosité ont été réalisées sur les différentes surfaces de contact utilisées dans les tests de frottement (figure 3-10). On note que les morphologies de surfaces de l'aluminium et du PTFE ont été modifiées après les tests de frottement (figure 3-10/A). Ils ont des rainures parallèles à la direction du glissement à la fin de ces tests. La morphologie de l'acier n'a pas changé, comme le montre la figure 3-10 /B.

Ces observations sont confirmées par les mesures présentées dans le tableau 3-3. En effet, la pièce en acier présente un état de surface complexe. C'est un choix fait pour étudier un exemple industriel, fabriqué par fraisage. Ainsi, les motifs rainurés sont les résidus du passage de l'outil (figure 3-10/B). Dans une telle circonstance, des différences de morphologie des surfaces de contact, avant le frottement, pourraient entraîner de nombreuses différences dans les valeurs du μ de ce composite avec les autres matériaux.

Pour vérifier l'influence de la rugosité sur le coefficient de frottement, le tableau 3-3 présente les différents paramètres de la rugosité des surfaces de contact avant et après les tests de frottement du composite avec l'acier, l'aluminium et le PTFE. Ces mesures ont été effectuées sur 3 à 5 surfaces de $(20 \times 20) \text{ mm}^2$ prélevées sur la surface totale des pièces en frottements. Ainsi, les valeurs présentées dans le tableau 3-3 sont les minima et maxima de chaque paramètre de rugosité. La figure 3-11 décrit la signification de chaque paramètre de rugosité telles que S_y , S_p et S_z . Sa est la hauteur moyenne arithmétique de la surface. C'est une valeur absolue de la différence de hauteur de chaque point par rapport à la moyenne arithmétique de la surface.

La rugosité de l'acier utilisé au cours de cette caractérisation ($R_a=1,13 \mu\text{m}$) est proche de la rugosité de la calandre ($R_a=1,16\mu\text{m}$).

Avant les tests de frottement, la surface de contact de l'aluminium présente les paramètres de rugosité les plus élevés. Cela peut expliquer la différence le coefficient de frottement μ qui est plus élevé dans le cas du frottement composite/aluminium en comparaison du frottement composite/acier et composite/PTFE. Donc, de la température ambiante à 100°C , on a :

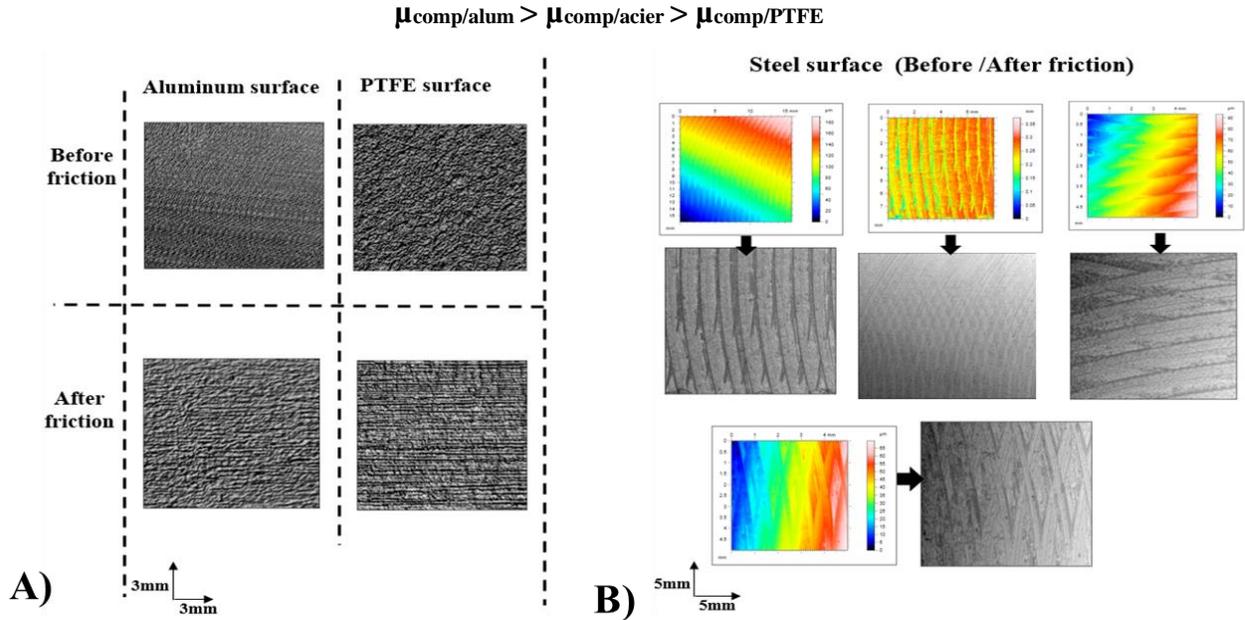


Fig 3- 10 : **A/** Surfaces de contact de frottement en composite, **B/** Surface de contact en acier

Tableau 3- 3: Paramètres de rugosité des surfaces de contact

	Paramètres de rugosité	Acier	Aluminium	PTFE
Avant frottement	Sa (μm)	0,97 - 1,13	1,03 - 1,36	0,019 - 0,21
	Sp (μm)	1,21- 6,5	5,5 - 9,4	0,148
	Sz (μm)	8,13 - 10,8	8,8 - 13,4	0,19 - 0,22
Après frottement	Sa (μm)	0,9 - 1,15	1,05 - 1,45	0,02 - 0,024
	Sp (μm)	1,21- 6,8	8,18 - 8,65	0,136
	Sz (μm)	8,15 - 11	15,6 - 16,6	1,9 - 2,74

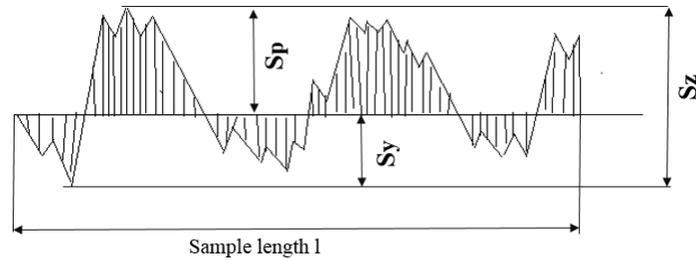


Fig 3- 11 : Signification des paramètres de rugosité

♦ **Influence de rugosité sur le frottement de composite contre métaux**

- **Acier**

Pour mieux comprendre l'effet de rugosité sur le comportement tribologique du composite, un polissage miroir a été réalisé pour la plaque d'acier (figure 3-12/A). Le tableau 3-4 indique les différents paramètres de rugosité de la plaque d'acier avant et après le polissage. Ces trois paramètres sont en baisse remarquable après le polissage.

Pour l'aspect microscopique de la surface polie, la figure 3-12/B présente celui-ci. On constate un changement radical de la morphologie de surface de l'acier qui devient plus homogène.

En utilisant la plaque d'acier poli, de nombreux tests ont été effectués pour déterminer l'effet réel de la rugosité sur le comportement en frottement du composite et de la résine polyester.

La figure 3-13 montre les coefficients de frottement du composite LU1 (barres en bleu) et de la résine (barre en rouge) sur la plaque d'acier polie et non polie à la température ambiante. Une augmentation importante du coefficient de frottement μ avec la rugosité est observée pour les deux tests du composite et de la résine. En fait, les coefficients de frottement ont augmenté de $0,07^{\pm 0,005}$ à $0,12^{\pm 0,003}$ pour le frottement de la résine sur l'acier et de $0,115^{\pm 0,015}$ à $0,18^{\pm 0,03}$ pour le frottement du composite sur l'acier, soit soixante pourcents dans les deux cas. Ainsi, pour le frottement du composite/acier et de la résine/acier, le coefficient de frottement μ a augmenté d'un coefficient 1,5 avec l'augmentation de la rugosité des surfaces de 1/3 seulement.

Tableau 3- 4 : Paramètres de rugosité de la plaque acier avant et après polissage

	Paramètres de rugosité	Acier non poli	Acier poli
Avant frottement	Sa (μm)	0,97 - 1,13	0,24-0,3
	Sp (μm)	1,21- 6,5	1,5-1,6
	Sz (μm)	8,13 - 10,8	3,41

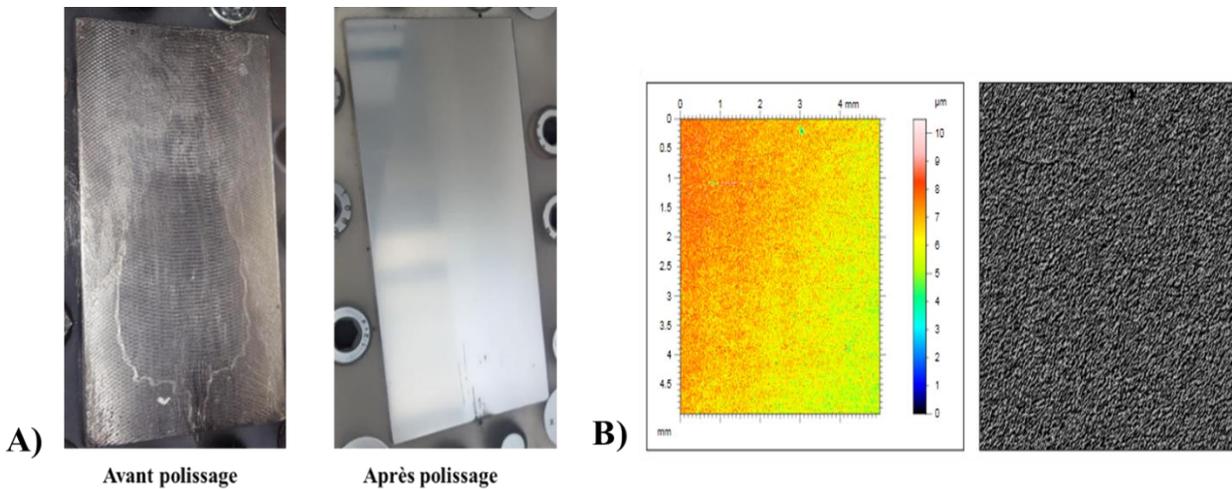


Fig 3- 12 : A/ Aspect visuel du polissage de l'acier - B/ Microscopie de la plaque en acier poli

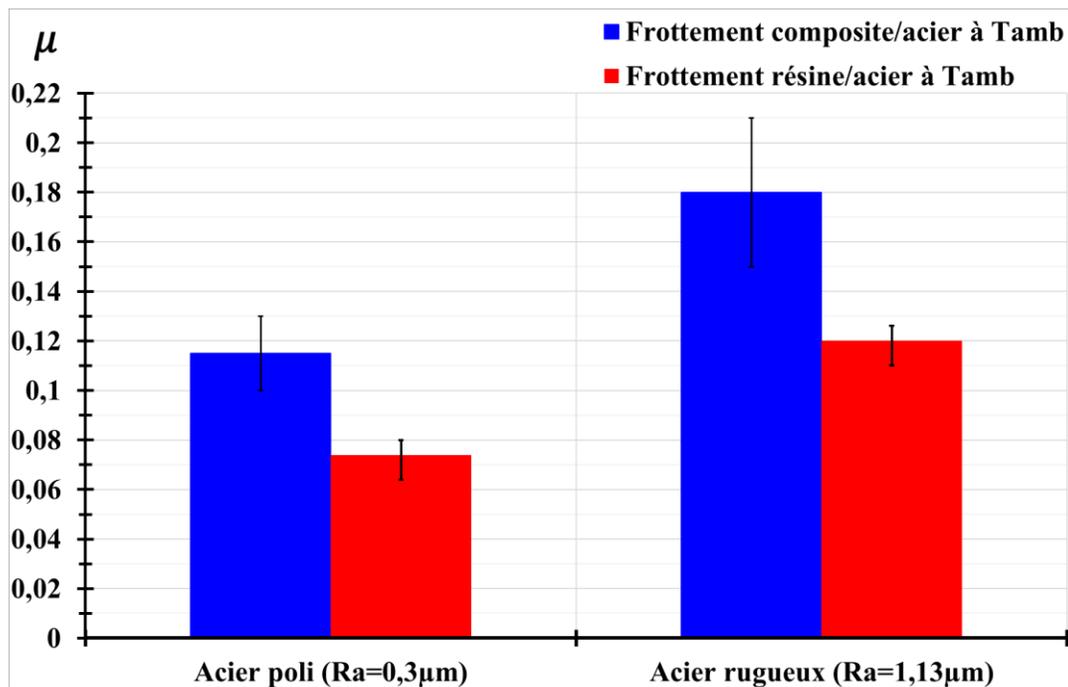


Fig 3- 13 : Coefficients de frottement du composite et de la résine sur l'acier à T_{amb} pour deux rugosités

- Aluminium

Pour étudier la variation du coefficient de frottement en fonction de la rugosité de la surface en aluminium, des tests de frottement du composite sur l'aluminium ont été réalisés avec $S_a = 1,19 \mu\text{m}$ et $S_a = 0,86 \mu\text{m}$.

La figure 3-14 montre l'évolution du coefficient de frottement du composite (barre en marron) sur l'aluminium avec différentes valeurs de S_a à la température ambiante. Le coefficient de frottement

mesuré avec $S_a = 0,86\mu\text{m}$ vaut $\mu = 0,13^{\pm 0,03}$ soit les 2/3 de celui obtenu avec $S_a = 1,19\mu\text{m}$ ($\mu = 0,21^{\pm 0,03}$). Sachant que le rapport entre ces deux S_a est 1/3, dans ce cas, la diminution du coefficient de frottement n'est pas due uniquement à la diminution de rugosité mais également à la modification probable de la nature de la surface de contact. En effet, nous avons observé de la poudre grise, probablement de l'alumine sur les échantillons composites après les essais.

La figure 3-15 montre cette modification de la surface de contact du composite lors du test de frottement de celui-ci contre l'aluminium à T_{amb} . Ainsi, le frottement se fait entre l'aluminium, les fibres de verre et l'alumine. Cette modification peut être le résultat d'un endommagement du composite dû à l'usure. Généralement, cette usure est de nature adhésive et abrasive [53].

Pour bien déterminer l'influence de la rugosité sur le comportement en frottement de ce composite contre l'aluminium, et comme pour l'acier, des tests de frottement de la résine contre l'aluminium ont été effectués avec les mêmes valeurs de rugosité que celles utilisées pour l'essai de frottement du composite sur l'aluminium à 80°C . Nous avons choisi cette température parce qu'à T_{amb} , la résine se casse facilement. Les résultats de ces tests sont présentés sur la figure 3-14 (barre en vert). On remarque que le coefficient de frottement résine/aluminium avec $S_a = 1,19\mu\text{m}$, $\mu = 0,13^{\pm 0,02}$, n'est pas différent du coefficient de frottement avec $S_a = 0,86\mu\text{m}$, $\mu = 0,12^{\pm 0,01}$. Alors, le coefficient de frottement est indépendant de l'augmentation de la rugosité de 25%. C'est peut-être dû à la température d'essai (80°C) pour laquelle la résine s'approche de sa température de transition vitreuse.

Donc, dans le cas du frottement de la résine contre l'aluminium, le coefficient de frottement est moins dépendant de la rugosité de surface à 80°C alors que pour le frottement composite/aluminium, μ dépend de la rugosité et de nature de surface de contact à T_{amb} .

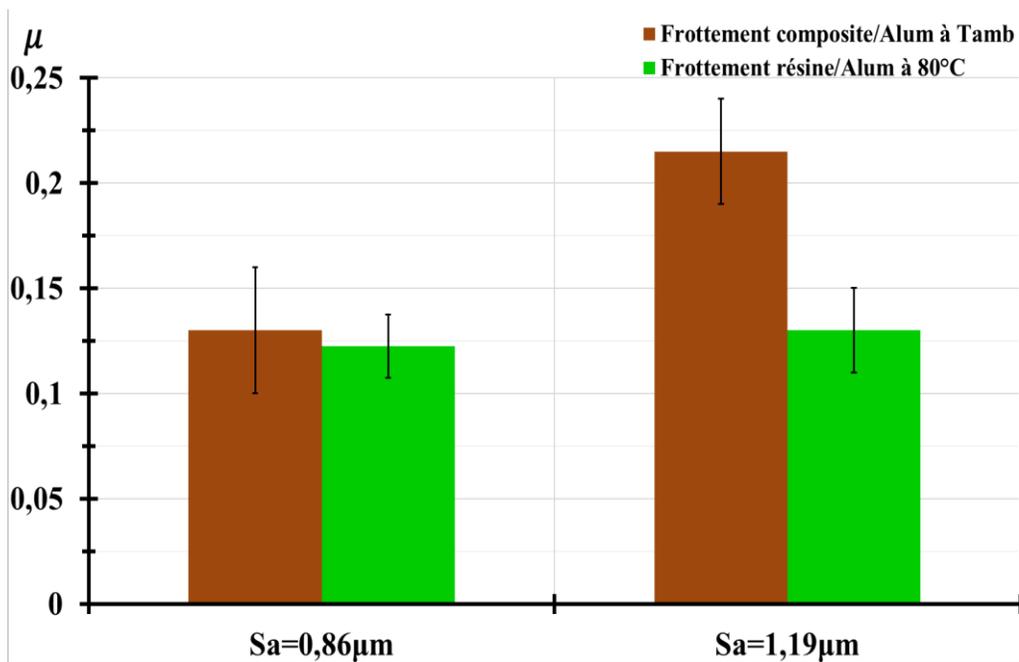


Fig 3- 14 : Coefficients de frottement du composite et de la résine sur l'aluminium à T_{amb} pour deux rugosités.



Fig 3- 15 : Echantillons en composite après leur frottement sur l'aluminium à T_{amb}

III.2. 2. 5 - Influence de la vitesse de glissement

Pour étudier l'influence de ce paramètre sur le comportement en frottement du composite, des essais de frottement du composite sur la plaque d'acier polie sont réalisés à la température ambiante.

La figure 3-16 montre les résultats de ces tests. Nous observons que les valeurs moyennes du coefficient de frottement du composite sur l'acier poli évoluent entre 0,09 et 0,1 pour une vitesse de glissement variant entre 5 et 120 $\text{mm}\cdot\text{min}^{-1}$.

Il faut noter que la barre d'erreur sur les valeurs moyennes des coefficients de frottement mesurés est entre 9% et 14%. Cette erreur résulte essentiellement de l'écart entre les coefficients de frottement en compression et en traction. Mais, globalement cet écart nous permet de constater que la vitesse de glissement n'a pas d'effet significatif sur le comportement du frottement du composite contre l'acier, à T_{amb} dans la gamme de vitesse choisie. La différence entre la mesure effectuée en traction et en compression est présentée dans le paragraphe III.2. 2. 7 -.

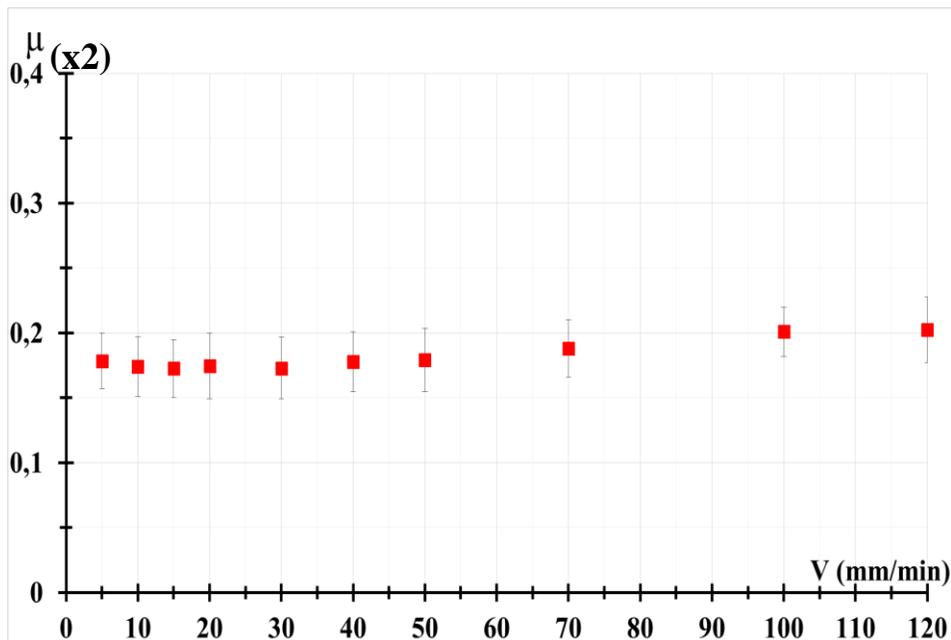


Fig 3- 16 : Coefficient de frottement du composite sur l'acier poli en fonction de la vitesse de glissement à T_{amb}

III.2. 2. 6 - Influence de la force normale

Pour traiter de l'effet de la force normale sur le comportement tribologique du composite, des essais de frottement de ce matériau sur l'acier, l'aluminium et le PTFE ont été faits à T_{amb} et à 100°C , tout en faisant varier la force normale appliquée. Le choix de la température de 100°C a été fait parce que cette température est proche de la T_g du composite LU1 et aussi pour vérifier si cette température a un effet sur la variation de charge normale.

Pour la résine polyester seule, les tests de frottement avec l'acier sont réalisés à 50°C . Nous avons choisi cette température parce que les éprouvettes de résine sont toujours dans leur état vitreux. Elles ont presque les mêmes caractéristiques physiques qu'à la température ambiante. Mais, la barre d'erreur du coefficient de frottement à 50°C est inférieure à la barre d'erreur à T_{amb} car la résine présente une adhérence supérieure à celle à T_{amb} .

Nous avons adapté pour ces différents tests de frottement : la même vitesse de glissement ($5 \text{ mm}\cdot\text{min}^{-1}$) ; la même rugosité des surfaces de contact ; la même épaisseur et la même température pour étudier uniquement l'effet de la charge normale F_c (force de serrage).

Comme le montre la figure 3-17, les coefficients de frottement du composite contre l'aluminium et l'acier à T_{amb} sont presque constants, tout en faisant varier la charge normale F_c comprise entre $3,2\text{kN}$ et $6,8\text{kN}$. Ainsi, le coefficient de frottement du composite sur l'acier varie entre $0,15$ et $0,17$ et le coefficient de frottement du composite sur l'aluminium est d'environ $0,15^{\pm 0,02}$.

Pour le frottement de la résine contre l'acier, le coefficient de frottement est d'environ $0,1^{0,08}$ pour une F_c comprise entre $2,1\text{kN}$ et $6,3\text{kN}$. Donc, il est resté également quasiment constant.

La figure 3-18 montre l'évolution du coefficient de frottement en fonction de la charge normale pour les essais de frottement des composites avec l'acier et l'aluminium, à 100°C . Pour le frottement du composite contre l'aluminium, le coefficient de frottement est d'environ $0,49^{\pm 0,001}$ pour une F_c comprise entre $2,5\text{kN}$ et $3,1\text{kN}$. Pour le frottement de composite/acier, le coefficient de frottement est d'environ $0,45^{\pm 0,02}$ pour une F_c comprise entre $5,2\text{kN}$ et $5,8\text{kN}$. Pour le frottement du composite contre PTFE, le coefficient de frottement est d'environ $0,04^{0,03}$ pour une F_c comprise entre $5,2\text{kN}$ et $5,7\text{kN}$.

Ainsi, dans la gamme de la force normale choisie, le comportement en frottement du composite contre l'acier, l'aluminium et le PTFE et de la résine contre l'acier est peu dépendant de la charge normale, à T_{amb} , à 50°C et à 100°C .

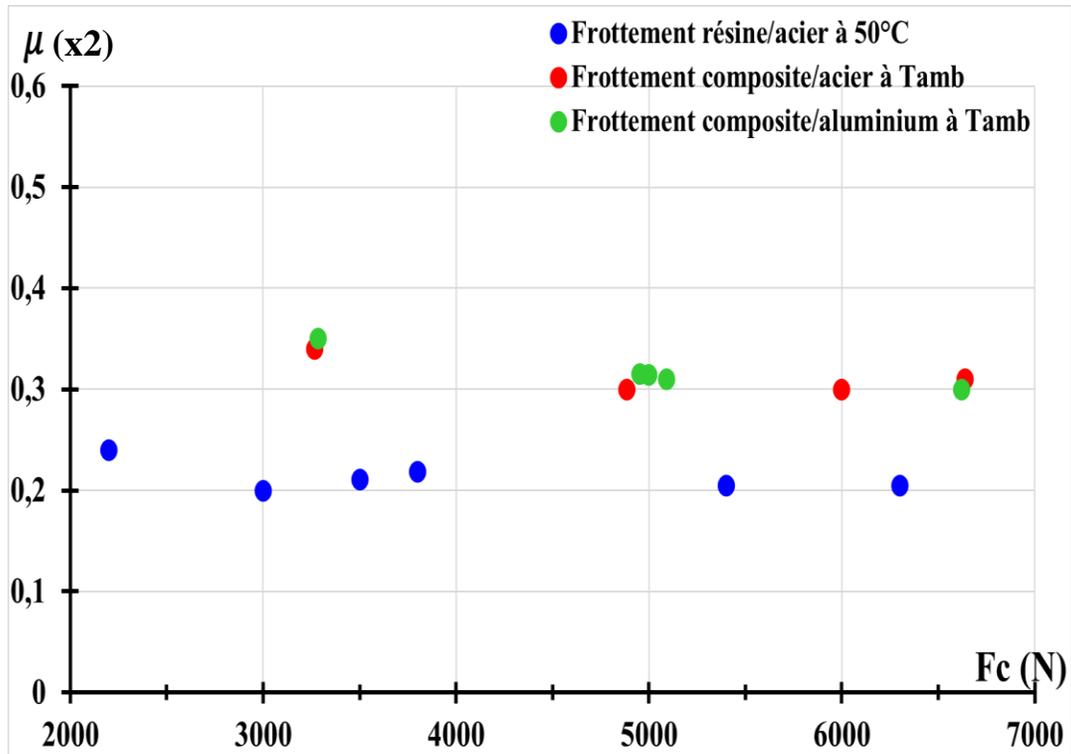


Fig 3- 17 : Evolution du coefficient de frottement du composite et de la résine en fonction de la force normale

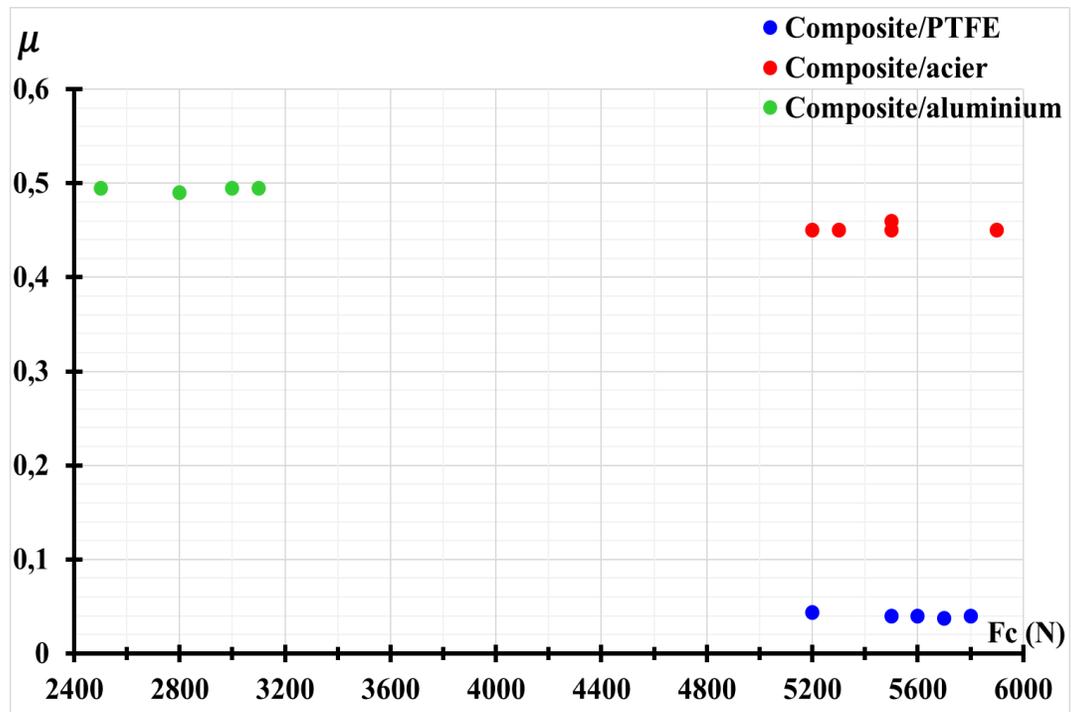


Fig 3- 18 : Evolution de coefficient du frottement du composite en fonction de la force normale à 100°C

III.2. 2. 7 - Comparaison des essais en traction avec ceux en compression

Cette partie sert à vérifier la fiabilité et les limites du banc d'essai qui est utilisé pour tous les essais de frottement et qui a été développé pour cette étude. En effet, il peut travailler en traction et en compression, tout dépend du sens du glissement, vers le haut ou vers le bas. Ainsi, pour chaque type d'essai de frottement, nous calculons la valeur moyenne de tous les coefficients de frottement mesurés en traction et en compression.

Il faut noter que pour chaque type d'essai de frottement, on le répète au moins 5 fois le cycle : traction ensuite compression. Ainsi, en moyenne, 10 valeurs du coefficient de frottement sont déterminées.

Pour étudier la différence de coefficient de frottement en traction et en compression, les figures 3-19 - 3-21 présentent cette différence pour les tests de frottement du composite LU1 contre l'acier et l'aluminium, en faisant varier la température et la vitesse de glissement.

Pour le frottement du composite sur l'acier, en faisant varier la température entre T_{amb} et $90^{\circ}C$ et de $110^{\circ}C$ à $130^{\circ}C$, l'écart sur les coefficients de frottement mesurés pour les deux mouvements, ne dépasse pas 30%. Par contre, il est compris entre 15% et 28% pour les températures comprises entre $90^{\circ}C$ et $100^{\circ}C$. Ce qui peut être expliqué par le changement de comportement mécanique du composite pour une température proche de sa T_g et donc une plus grande sensibilité aux conditions opératoires.

Pour le frottement du composite sur l'aluminium, la différence de coefficient de frottement mesuré en traction et en compression, est comprise entre 4% et 16% à T_{amb} et pour une température comprise entre $100^{\circ}C$ et $130^{\circ}C$. Mais pour $90^{\circ}C$, l'écart est d'environ 30%. Cette augmentation de l'écart est également probablement liée aux modifications provoquées par la T_g .

Ainsi, en général, les coefficients de frottement moyens du composite soit en traction soit en compression sont les mêmes mais avec un écart compris entre 10% et 25%, dépendamment de la température et de la vitesse de glissement. Cette différence peut être due à la différence de la quantité d'énergie interne stockée dans le montage qui est probablement, dans le cas de traction, supérieure à celle obtenue dans le cas de compression.

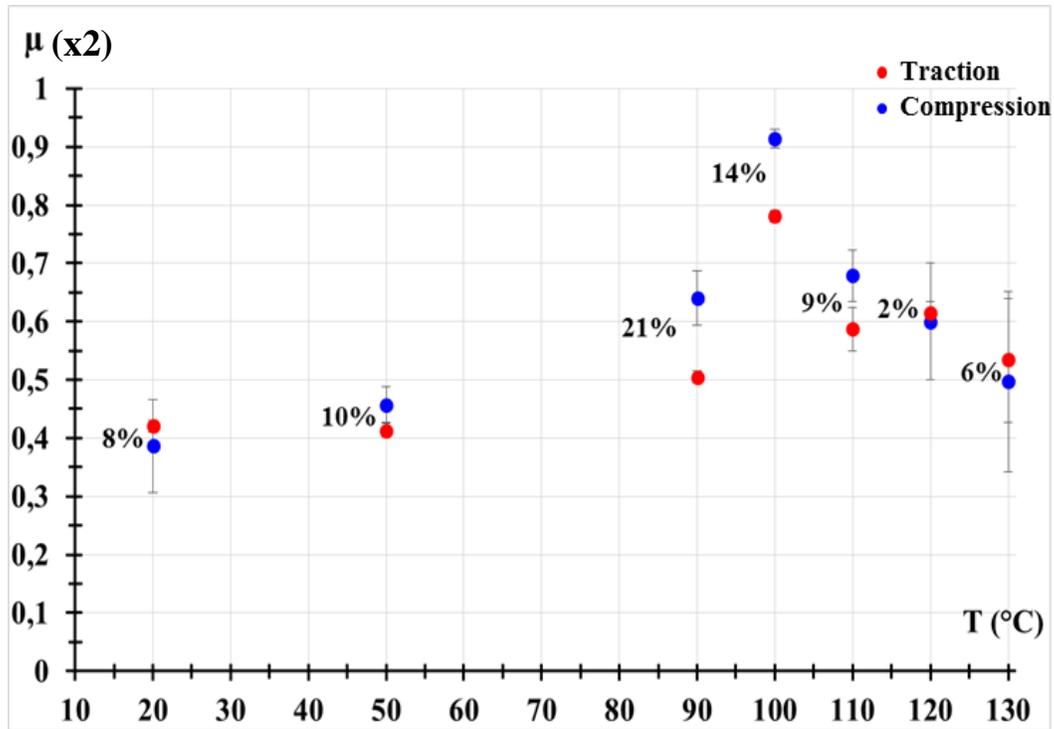


Fig 3- 19 : Comparaison des coefficients de frottement du composite sur l'acier obtenus en compression et en traction en fonction de la température

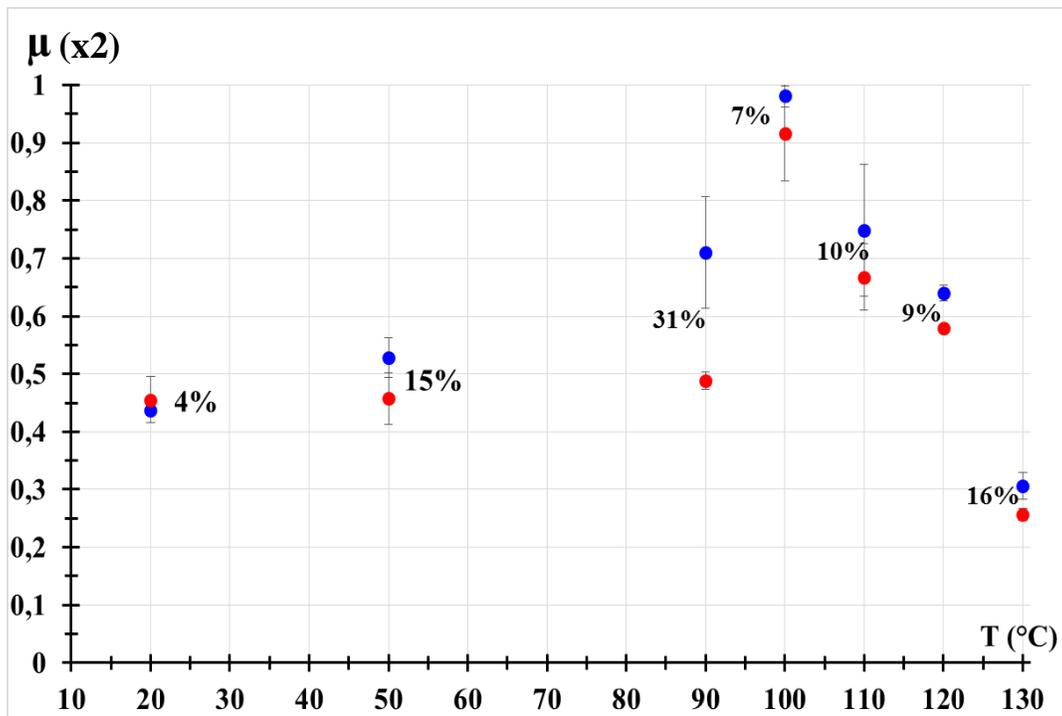


Fig 3- 20 : Comparaison des coefficients de frottement du composite sur l'aluminium obtenus en compression et en traction en fonction de la température

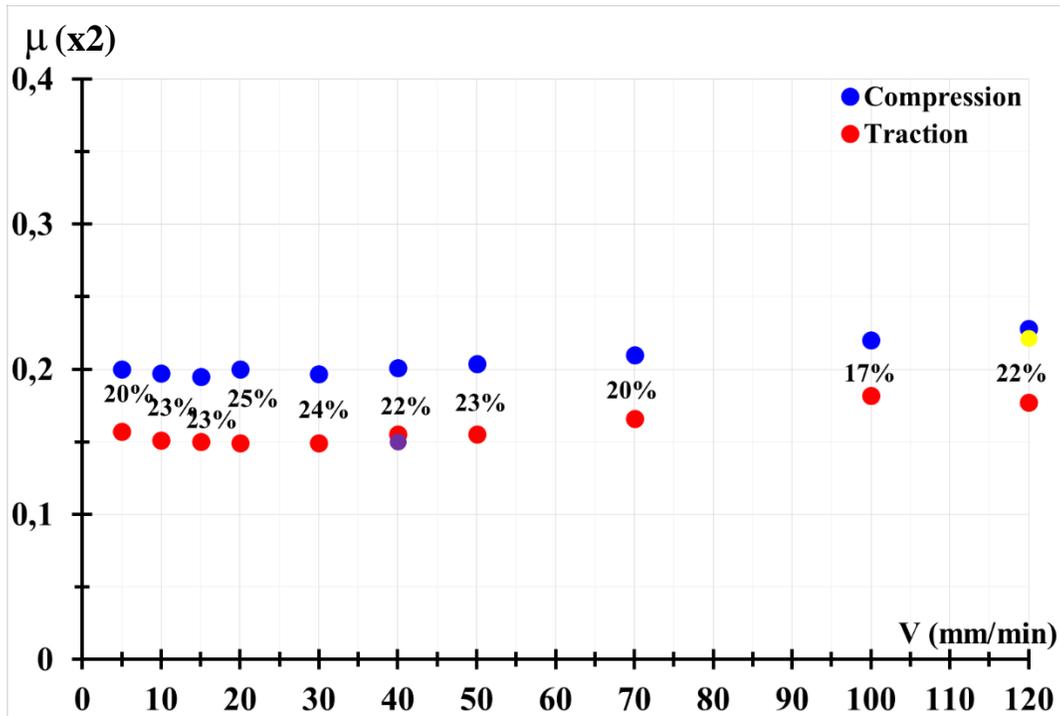


Fig 3- 21 : Comparaison des coefficients de frottement du composite sur l’acier poli obtenus en compression et en traction en fonction de la vitesse de glissement

III. 3 - Conclusion

L’étude tribologique du composite polyester renforcé de fibres de verre (LU1) a permis de déterminer son coefficient de frottement sur l’acier, l’aluminium et le PTFE, dans une plage de température allant de l’ambiante à 130°C. Les résultats montrent que la température a un effet très important sur le comportement en frottement du composite. En effet, lorsque celle-ci augmente jusqu’à une température proche de sa T_g , le coefficient de frottement augmente. A partir de la température de transition vitreuse, des endommagements du composite ont été observés et, en conséquence, le coefficient de frottement diminue. Ce qui nous a permis de limiter la plage de laminage du LU1 et faire un deuxième choix de gamme de température, qui est [80°C, 100°C] afin d’éviter son endommagement.

Un modèle global utilisable sur toute la plage de température devrait faire intervenir plus de phénomènes physiques et nécessiterait donc plus de caractérisations. Une limitation des essais de laminage/calandrage aux températures inférieures à la transition vitreuse a été retenue.

Une analyse de l’effet de plusieurs paramètres comme l’épaisseur de l’échantillon, la vitesse de glissement, la force normale et la rugosité, a été menée. Les résultats nous permettent de déterminer l’effet important de l’épaisseur sur le coefficient de frottement du composite contre l’acier. Ainsi, ce coefficient augmente avec la diminution de l’épaisseur du composite. Une explication a été proposée par la variation de la quantité d’énergie élastique stockée qui est plus importante pour une épaisseur forte qu’une épaisseur faible. Celle-ci est compatible avec les différences observées

entre la résine seule et le composite, ainsi qu'avec celles observées aux températures inférieures à la transition vitreuse.

Pour la vitesse de glissement et la force normale, les essais montrent que ces deux paramètres ont peu influencé le coefficient de frottement du composite, dans les gammes choisies qui sont proches des conditions de laminage. Mais en ce qui concerne la rugosité, nous avons trouvé qu'elle a un effet significatif sur le coefficient de frottement. Ainsi, comme attendu, lorsque la rugosité de la surface de contact augmente, le coefficient de frottement augmente aussi.

Chapitre IV : Modélisation thermo-mécanique du laminage : méthodes et modèles de calcul

IV.1- Introduction.....	148
IV.2- Modélisation mécanique : identification des équations à résoudre, la loi de frottement et leur application :	148
IV.2.1- Equation d'équilibre mécanique	148
IV.2.2- Lois de frottement	149
IV.2.3- Lois de comportement et équations rhéologiques.....	149
IV.3- Paramètres de laminage	151
IV.3.1- Paramètres géométriques et process.....	151
IV.3.2- Paramètres matériaux	151
IV.4- Modélisation mécanique	151
IV.4.1- Modèles de calcul et leur résolution.....	152
IV.4.2- Méthode des éléments finis	154
IV.4.3- Résultats des modèles mécaniques.....	155
□ Résultats des méthodes appliquées à la résine polyester insaturée	155
□ Résultats des méthodes appliquées au composite	158
IV.5- Modélisation thermique : identification des équations à résoudre et leur application	160
IV.5.1- Adaptation de l'équation de chaleur.....	160
IV.5.2- Méthode des différences finies.....	160
IV.5.3- Résultats de la méthode de différences finies	166
IV.5.4- Résultats de modèles thermiques	167
Conclusion	170

IV.1- Introduction

Ce chapitre consiste à modéliser thermo-mécaniquement le procédé du laminage du composite LU1 en construisant un ensemble de fonctions mathématiques qui le décrivent. Grâce à cette modélisation, un suivi du chemin thermomécanique (température, contraintes, déformations, vitesses de déformations, ...) en chaque point du produit (barre, plaque, ...) peut être obtenu. Le résultat de cette modélisation est une estimation des grandeurs macroscopiques comme les efforts de mise en forme, la géométrie des produits ou encore la température de la mise en forme. La détermination de ces grandeurs nous permet de changer les conditions du laminage de composite afin de conserver le maximum de ses propriétés mécaniques et dimensionner la calandre utilisée. Deux situations sont d'intérêt, la diminution d'épaisseur d'une plaque et la modification de la géométrie d'une pièce présentant une simple ou double courbure. Seule la première sera abordée, la deuxième requérant plus de paramètres et ne se prêtant pas facilement à une modélisation analytique. L'évaluation du profil de contraintes et l'estimation des efforts sur la calandre, sont recherchés,

La première partie de ce chapitre consiste à identifier la loi de frottement, la loi de comportement et les modèles de résolution utilisés pour la méthode des tranches. Ensuite, la résolution des équations obtenus et leur application au composite LU1 seront faites. Puis, une comparaison des résultats obtenus de la méthode des tranches sera réalisée avec la méthode des éléments finis.

Dans la 2^{ème} partie, le comportement thermique du procédé est décrit en résolvant l'équation de transfert de la chaleur par une méthode de différences finies.

IV.2- Modélisation mécanique : identification des équations à résoudre, la loi de frottement et leur application :

La modélisation du laminage requiert la résolution de plusieurs équations qui décrivent l'équilibre mécanique et les sources et transferts thermiques.

IV.2.1- Equation d'équilibre mécanique

L'équation fondamentale de la dynamique dans les milieux continus s'écrit :

$$\left\{ \begin{array}{l} \frac{\partial \sigma_{xx}}{\partial x} + \frac{\partial \sigma_{xy}}{\partial y} + \frac{\partial \sigma_{xz}}{\partial z} = -\rho(g_x - \gamma_x) \\ \frac{\partial \sigma_{xy}}{\partial x} + \frac{\partial \sigma_{yy}}{\partial y} + \frac{\partial \sigma_{yz}}{\partial z} = -\rho(g_y - \gamma_y) \\ \frac{\partial \sigma_{xz}}{\partial x} + \frac{\partial \sigma_{yz}}{\partial y} + \frac{\partial \sigma_{zz}}{\partial z} = -\rho(g_z - \gamma_z) \end{array} \right. \quad (\text{éq 29})$$

Ou bien, sous forme des puissances virtuelles :

$$\forall \mathbf{v}^* , \quad \int_{\Omega} \sum_{i,j=1}^3 \sigma_{ij} \cdot \boldsymbol{\varepsilon}_{ij}^* dV = \int_{\partial\Omega} \mathbf{T} \cdot \mathbf{v}^* dS \quad (\text{éq 30})$$

Où, $\int_{\partial\Omega} \mathbf{T} \cdot \mathbf{v}^* dS$ désigne la puissance apportée par les efforts extérieurs à la surface, qui est égale à la puissance emmagasinée à l'intérieur par la déformation $\left(\int_{\Omega} \sum_{i,j=1}^3 \sigma_{ij} \cdot \boldsymbol{\varepsilon}_{ij}^* dV \right)$.

IV.2.2-Lois de frottement

Deux lois de frottement sont habituellement utilisées pour la modélisation du laminage, la loi de Tresca et la loi de Coulomb. Dans notre cas, la loi de Coulomb sera employée car c'est celui qui a été mesuré au cours de la caractérisation tribologique (chapitre 3) et qu'il est utilisé pour la méthode des tranches retenues.

Le frottement joue le rôle du freinage dans le cas du laminage. En effet, il s'oppose au mouvement relatif de la bande par rapport au cylindre, en générant une force tangentielle.

Sachant que $V_e < V_c = \omega R < V_s$ (détaillé dans chapitre 1, paragraphe I.7.1) donc il existe un point où $V = \omega R$: c'est le point neutre. A partir de ce point, le frottement change de signe.

En appliquant la loi de Coulomb, la contrainte de frottement s'écrit sous la forme suivante :

$$\text{Dans la partie amont, } \tau = -\mu\sigma_n > 0 \quad (\text{éq 31})$$

$$\text{Dans la partie aval, } \tau = \mu\sigma_n < 0 \quad (\text{éq 32})$$

Avec $0 < \mu < 1$

IV.2.3- Lois de comportement et équations rhéologiques

Lors du laminage, les matériaux sont déformés sous l'effet d'une contrainte. La connaissance de leur comportement mécanique dans la gamme de conditions imposées par le procédé est alors essentielle pour réussir une modélisation pertinente. Le comportement présentant des aspects élastiques, visqueux et plastiques, les mesures de rhéologie sont appropriées

Les équations de loi de comportement traduisent les relations entre le tenseur des contraintes $[\sigma]$ et les tenseurs cinématiques ε et $\dot{\varepsilon}$.

La formule de la loi de comportement adaptée pour les corps élasto-viscoplastiques isotropes est généralement :

$$\sigma = \sigma ([\dot{\varepsilon}], [\varepsilon], T, \text{structure}) \quad [71] \quad (\text{éq 33})$$

Les polymères, dans leur état fondu, peuvent être représentés par une loi de comportement, purement visqueux, simple.

Lorsque la viscosité est indépendante de la vitesse de cisaillement, ce qui est observé aux faibles taux de cisaillement, le comportement est newtonien. Des lois, telle que la loi de Carreau, décrivent ce comportement aux faibles et forts taux de cisaillement. A l'état vitreux, des lois viscoélastiques sont utilisées [95]. La zone de transition vitreuse présente les différents types de comportements avec des importances relatives variables.

Dans ce cas d'étude, nous allons utiliser le comportement viscoélastique pour le composite LU1 et sa matrice, la résine polyester, dans leur état neuf. Ainsi, on peut définir la formule de la viscosité équivalente η établie par Newton (**équation 34**) qui lie la contrainte σ au taux de déformation $\dot{\varepsilon}$

$$\eta = \frac{\sigma}{\dot{\varepsilon}} \quad (\text{éq 34})$$

La modélisation de ce comportement viscoélastique sera faite en utilisant l'équation généralisée de Reynolds [95] qui a comme formule l'équation (35).

$$\frac{dp}{dx} = \eta \frac{\partial^2 u}{\partial y^2} \quad (\text{éq 35})$$

Avec u est la vitesse de la matière.

Un comportement élastoplastique sera employé également car il représente le comportement du composite LU1 dans son état vieilli et il va simplifier dans ce cas le comportement élasto-viscoplastique qui était supposé en chapitre 2 (paragraphe II.5.2.3) pour le composite hydrolysé (vieilli) où l'eau joue le rôle d'un plastifiant, d'une part. D'autre part, ce comportement peut être utilisé pour le composite à 90°C car au cours de l'essai de relaxation fluage (chapitre 2, paragraphe II.5.2.1), il y avait un résidu de déformation à 2,5% dans les conditions employées. En outre, au cours de laminage, le matériau passe de l'état solide à l'état ramolli (chauffage avant le laminage puis passage entre les deux cylindres de la calandre). Puis, après un refroidissement soit à température ambiante ou accéléré par un système de refroidissement, le matériau passe à l'état solide. Donc, la loi de comportement élastoplastique sera utilisée pour décrire le matériau à l'état chaud proche de sa transition vitreuse car le changement d'un comportement ou d'un état à un autre du composite LU1 dépend de sa T_c . La figure 4-1 présente ces différents changements de l'état d'un matériau.

Dans son état de transition (semi solide, figure 4-1), le matériau est élasto viscoplastique à limite élastique faible et donc essentiellement plastique. A basse température (après la sortie du laminage) il devient élasto-viscoplastique (fin de solidification et en phase solide) où la limite élastique remonte et le comportement devient principalement élastique. Dans la pratique, on fixera la température de transition entre les lois rhéologiques comme étant égale à la température de transition vitreuse [96].

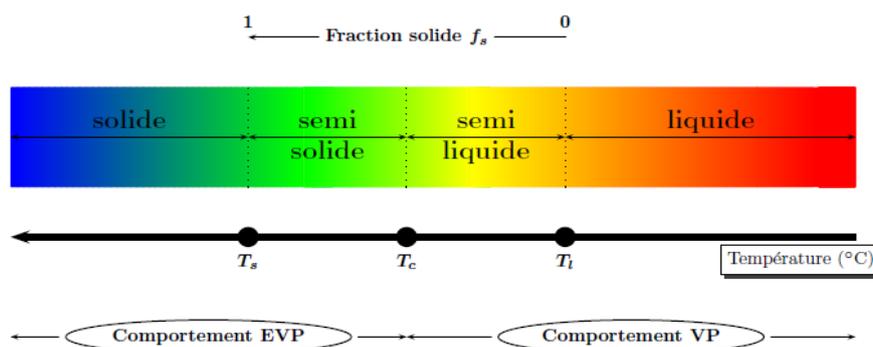


Fig 4- 1 : Comportement matériau en fonction de son état [96]

Donc, la modélisation d'un tel comportement (élasto-viscoplastique) est compliquée et nécessite d'autres expériences qu'on n'a pas le temps de le faire pour déterminer les paramètres. Ainsi, un comportement élastoplastique sera établi pour modéliser le comportement élastoplastique du LU1 vieilli par l'application de la loi de puissance, en appliquant le comportement plastique de Von Mises.

IV.3- Paramètres de laminage

Il existe plusieurs types de paramètres qui sont nécessaires pour la modélisation du laminage. Parmi ces paramètres, nous citons :

IV.3.1- Paramètres géométriques et process

Les paramètres géométriques sont :

- l'épaisseur de la plaque à laminier. Puisque le problème est symétrique, le travail se fait souvent avec la demi-épaisseur, pour l'entrée h_e et pour la sortie h_s . Alors, on peut citer $r = \frac{h_s}{h_e}$, la réduction verticale.
- le rayon R des cylindres qui sont considérés rigides et dont l'axe ne se déplace pas.
- la longueur de contact entre la bande et le cylindre L : $L = \sqrt{R^2 - (R + h_e - h_s)^2}$

Les paramètres process sont :

- La vitesse de rotation des cylindres ω
- la contrainte d'entrée σ_e et la contrainte de la sortie σ_s

IV.3.2- Paramètres matériaux

Les paramètres du composite LU1 pour le comportement viscoélastique sont principalement la viscosité η , la vitesse de déformation $\dot{\epsilon}$, le module élastique E' et le module de cisaillement G .

Les paramètres du LU1 pour son comportement élastoplastique sont le module de Young E , le coefficient de Poisson ν , la limite d'élasticité σ_0 et le coefficient de frottement μ .

IV.4- Modélisation mécanique

Il existe plusieurs modèles de calcul qui permettent de faciliter la résolution des équations établies

Le choix de modèle de résolution est basé sur la loi de comportement du LU1 et les méthodes numériques choisies. Pour le comportement viscoélastique, le modèle hydrodynamique sera employé pour résoudre l'équation de Reynolds généralisée. Pour le comportement élastoplastique, il existe principalement trois modèles pour résoudre la méthode des tranches, qui sont le modèle de Sims, le modèle de Bland & Ford et le modèle non circulaire. Dans notre cas, seul le modèle Band & Ford sera utilisé car les cylindres sont peu déformés par le passage du composite (un calcul d'ordres de grandeurs montre que la déformation de la surface est inférieure à 50 μ m pour un rayon de 10 cm ou une épaisseur de plaque de 3 à 5mm, soit moins de 2%, ce qui ne justifie pas l'usage de modèle non circulaire). Aussi, il utilise un modèle de frottement de Coulomb [70] dont le coefficient de frottement a été mesuré (chapitre 3). Pour le calcul par éléments finis, le code de calcul LSDYNA sera utilisé.

IV.4.1-Modèles de calcul et leur résolution

IV.4.1.1- Modèle Bland & Ford [70] : la méthode des tranches

Ce modèle de calcul s'appuie sur la méthode des tranches, en prenant en considération l'hypothèse des petits angles d'attaque (α). En effet, l'hypothèse des petits angles est vérifiée dans notre cas car $h \ll R$. La demi épaisseur de la plaque est de l'ordre de 2 mm pour un rayon de 100 mm.

La loi de frottement de Coulomb est la plus utilisée avec ce modèle. La force et le couple de laminage seront calculés avec ces conditions.

Puisque α est petit alors $|\theta| \leq \alpha$, on déduit que :

$$\left\{ \begin{array}{l} \tan\theta \cong \sin\theta \cong \theta < 0 \\ \cos\theta \cong 1 \\ 1-\cos\theta \cong \frac{1}{2}\theta^2 \end{array} \right. \quad (\text{éq 36})$$

Donc la hauteur h de la bande égale à $h = h_s + R(1 - \cos\theta)$ devient :

$$h \cong h_s + \frac{1}{2}R\theta^2 \quad (\text{éq 37})$$

Avec le changement de variable $x = R\cos\theta$, on a alors :

$$dx = R\sin\theta d\theta \cong R\theta d\theta \quad (\text{éq 38})$$

En utilisant le frottement de Coulomb avant le point neutre, on trouve :

$$d(h\sigma_{xx}) = \sigma_n[\tan\theta + \mu]dx \quad (\text{éq 39})$$

$$\sigma_{yy} = \sigma_n[1 - \mu\tan\theta] \quad (\text{éq 40})$$

Après calcul réalisé, par exemple dans les travaux d'H. L. Dang [70] , on trouve les équations suivantes :

Avant le point neutre :

$$\frac{\sigma_{yy}}{\frac{2\sigma_0}{\sqrt{3}}} = A_1 \frac{2h(\theta)}{R} \exp \left[2\mu \sqrt{\frac{R}{2h_s}} \operatorname{atan} \left(\theta \sqrt{\frac{R}{2h_s}} \right) \right] \quad (\text{éq 41})$$

Après le point neutre :

$$\frac{\sigma_{yy}}{\frac{2\sigma_0}{\sqrt{3}}} = A_2 \frac{2h(\theta)}{R} \exp \left[-2\mu \sqrt{\frac{R}{2h_s}} \operatorname{atan} \left(\theta \sqrt{\frac{R}{2h_s}} \right) \right] \quad (\text{éq 42})$$

Où A_1 et A_2 sont des constantes d'intégration.

En ajoutant les conditions aux limites suivantes :

$$\text{À l'entrée de l'emprise : } \sigma_{yy} = \sigma_{xx} - 2 \frac{\sigma_0}{\sqrt{3}} = \sigma_e - 2 \frac{\sigma_0}{\sqrt{3}} \quad (\text{éq 43})$$

$$\text{À la sortie de l'emprise : } \sigma_{yy} = \sigma_{xx} - 2 \frac{\sigma_0}{\sqrt{3}} = \sigma_s - 2 \frac{\sigma_0}{\sqrt{3}} \quad (\text{éq 44})$$

En insérant les conditions aux limites dans les équations 41 et 42, les expressions finales des contraintes deviennent :

Avant le point neutre :

$$\sigma_{yy} = -2 \frac{\sigma_0}{\sqrt{3}} \frac{h}{h_e} \left(1 - \frac{\sigma_e}{2 \frac{\sigma_0}{\sqrt{3}}} \right) \exp \left[2\mu \sqrt{\frac{R}{2h_s}} \left(\text{atan} \left(\theta \sqrt{\frac{R}{2h_s}} \right) + \text{atan} \left(\alpha \sqrt{\frac{R}{2h_s}} \right) \right) \right] \quad (\text{éq 45})$$

Après le point neutre :

$$\sigma_{yy} = -2 \frac{\sigma_0}{\sqrt{3}} \frac{h}{h_s} \left(1 - \frac{\sigma_s}{2 \frac{\sigma_0}{\sqrt{3}}} \right) \exp \left[-2\mu \sqrt{\frac{R}{2h_s}} \text{atan} \left(\theta \sqrt{\frac{R}{2h_s}} \right) \right] \quad (\text{éq 46})$$

La contrainte σ_{xx} s'en déduit :

$$\sigma_{xx} = \sigma_{yy}(\theta) + 2 \frac{\sigma_0}{\sqrt{3}} \quad (\text{éq 47})$$

IV.4.1.2- Modèle hydrodynamique : équation de Reynolds généralisée

Le modèle hydrodynamique se base sur la loi de comportement viscoélastique, en intégrant l'équation de Reynolds généralisée (équation 35).

On va supposer dans le calcul de ce modèle qu'il n'y a pas de glissement c'est-à-dire que le matériau se colle (adhésion parfaite) aux cylindres. Aussi la condition de courbure lors du contact bande/cylindre ce qui implique $\frac{h}{R} \ll 1$ (à vérifier lors de la simulation).

L'intégration de l'équation de Reynolds en supposant que la pression est nulle à l'entrée donne l'équation de la pression p [95] :

$$\begin{aligned} (a) = \frac{3\eta\sqrt{2Rh_0}}{8h_0^2} \left[(1-3a^{*2}) (\arctan(a) - \arctan(a^*)) + \frac{a}{(1+a^2)^2} (-1-5a^{*2} + a^2-3a^{*2}a^2) + \right. \\ \left. \frac{a^*(1+3a^{*2})}{1+a^{*2}} \right] p(a) = \frac{3\eta U \sqrt{2Rh_0}}{8h_0^2} \left[(1-3a^{*2}) (\arctan(a) - \arctan(a^*)) + \frac{a}{(1+a^2)^2} (-1-5a^{*2} + \right. \\ \left. a^2-3a^{*2}a^2) + \frac{a^*(1+3a^{*2})}{1+a^{*2}} \right] \quad (\text{éq 48}) \end{aligned}$$

$$\text{Avec } a = \sqrt{\frac{h}{h_s} + 1} = \frac{x}{\sqrt{2Rh_s}}$$

On peut déterminer a^* en supposant que la pression à l'entrée est nulle à $a=a_H$.

a_H présente la reprise d'épaisseur après la sortie. Donc, $a^*=f(A)$ avec $a_H = \sqrt{\frac{h}{h_s} + 1}$.

IV.4.2- Méthode des éléments finis

Cette méthode permet de simuler principalement les procédés de mise en forme. Il existe deux formulations pour cette méthode qui sont [96] :

- la formulation eulérienne : elle permet d'observer le déplacement des particules de matière caractérisée, en gardant un maillage fixe
- la formulation lagrangienne : chaque nœud s'identifie à la même particule tout au long de la déformation.

Selon les travaux d'A. Hacquin, P. Montmitonnet et J.-P. Guillerault [97], le couplage de la formulation eulérienne avec la formulation Lagrangienne (Pseudo Steady-state) permet de réaliser un calcul de comportement du matériau déformé par le laminage plus rapide que la formulation de Lagrange. En effet, l'avantage de la formulation eulérienne réside dans un moindre raffinement du maillage dans le domaine de déformation de la tôle. Alors que pour la formulation de Lagrange, le raffinement du maillage doit être étendu à une longue distance du domaine de déformation pour inclure toute la matière de son entrée entre les cylindres jusqu'à la fin de son passage.

La figure 4- 2 montre la différence de raffinement de chaque formulation :

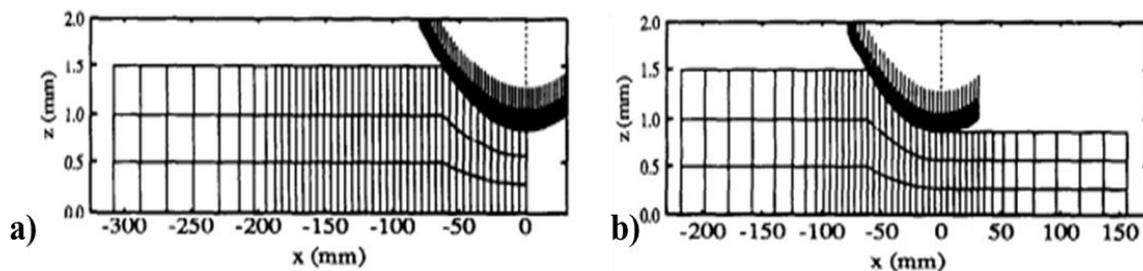


Fig 4- 2 : (a) formulation eulérienne et (b) formulation lagrangienne [97]

La simulation du laminage à chaud du LU1 par la méthode des éléments finis en utilisant le code de calcul LSDYNA sera faite avec la formulation lagrangienne car elle est disponible sur LSDYNA. Ainsi, dans le calcul, on va travailler en 3D.

- Paramètres de simulation :

Dans le cas du procédé de laminage, seuls les cylindres et la bande à laminier sont considérés dans cette modélisation. La bande est d'épaisseur **3,6 mm** à l'entrée. Elle passe entre les cylindres et elle a une réduction de **10%**. Les cylindres ont le même rayon de **100mm**.

Les cylindres supérieur et inférieur ont comme vitesse de rotation **3tr.mn⁻¹**. Les cylindres sont considérés indéformables (rigides).

- Maillage de la bande :

Le maillage choisi pour la bande est isotrope, c'est-à-dire que les tailles de mailles sont identiques dans les deux directions. En ajoutant le caractère lagrangien, le maillage se déplace avec la matière.

Dans la modélisation 3D, l'élargissement de la bande va être ajouté.

IV.4.3- Résultats des modèles mécaniques

✓ Résultats des méthodes appliquées à la résine polyester insaturée

- Paramètres numériques

Les paramètres utilisés pour les modèles de Bland & Ford, et le modèle hydrodynamique sont présentés dans les tableaux 4- 1 et 4-2. Les épaisseurs d'entrée et de sortie, h_e , h_s , sont prises des essais expérimentaux du laminage de résine (chapitre 5). Sachant que h_s présente l'entrefer de la calandre. Ainsi, l'épaisseur finale de la plaque en résine laminée doit être supérieure à h_s c'est dû au retour élastique. Le coefficient de frottement μ et la limite élastique σ_0 sont déterminés respectivement à partir les essais de frottement (chapitre 3, figure 3-5) et les essais mécaniques (chapitre 2, figure 2-6). Sachant que σ_0 est une estimation de la limite élastique (lorsque la pente change).Le coefficient de Poisson est documenté par la littérature [76]. Les paramètres matériaux de la résine sont déterminés à partir de l'essai de la relaxation et l'essai dynamique dans le chapitre 2.

Le calcul des modèles analytiques a été réalisé à l'aide du logiciel Matlab.

La résine a été caractérisée à 90°C et son comportement est décrit par une loi élastoplastique dans la simulation LSDYNA. La vitesse de rotation des cylindres est égale à celle qui était imposée dans le modèle hydrodynamique. L'angle α est égal à $0,02 \ll 1$. Dans l'hypothèse de petit angle est vérifiée dans ce cas.

Tableau 4- 1 : Paramètres géométriques de la modélisation mécanique pour résine

$h_e=1.8\text{mm}$	$h_s=1.76\text{mm}$	$\mu=0.3$
$R=100\text{mm}$	$h_{s(LSDYNA)}=1.73\text{mm}$	

Tableau 4- 2 : Paramètres des modèles analytiques mécaniques pour résine

Bland & Ford		Modèle hydrodynamique		LSDYNA	
$\sigma_0=12\text{MPa}$	$\sigma_e=0\text{MPa}$	$\omega=1\text{tr.mn}^{-1}$	$\eta=2,34.10^6\text{Pa.s}$	$\rho_{\text{acier}}=7800\text{kg.m}^{-3}$	$\rho_{\text{résine}}=1100\text{kg.m}^{-3}$
$\sigma_s=0\text{MPa}$				$E_{\text{acier}}=210\text{GPa}$	$\nu_{\text{acier}}=0.3$
				$E'_{\text{résin}}=1\text{GPa}$	$G'_{\text{résin}}=500\text{MPa}$
				$\beta=0,01$	$\sigma_e=5\text{MPa}$

- Résultats de calcul

Le modèle des éléments finis est présenté dans la figure 4-3 qui montre le maillage utilisé pour le laminage de la résine. On note que dans la zone de contact, le maillage est plus raffiné qu'aux bords.

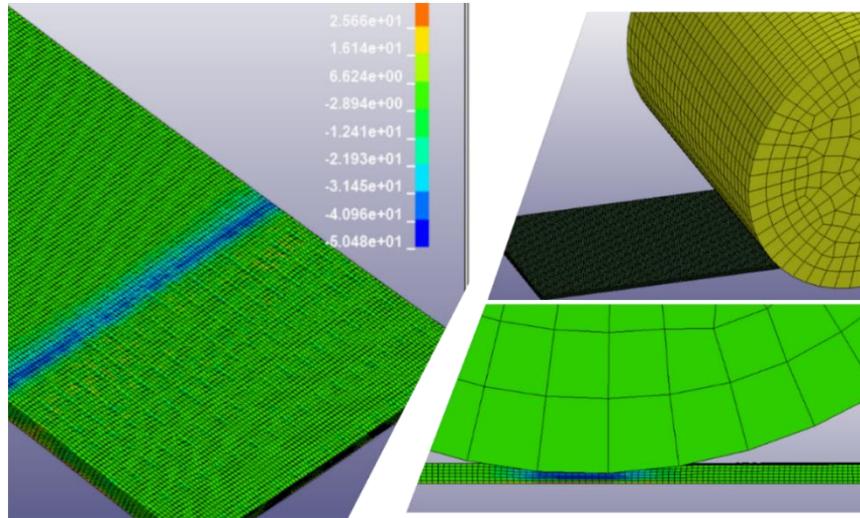


Fig 4- 3 : Modélisation du laminage de la résine avec LSDYNA

La figure 4-4 montre l'évolution de la contrainte σ_{yy} (dans la direction perpendiculaire au laminage) de la résine en fonction de x (direction de laminage), calculée par les différents modèles décrits précédemment. Nous remarquons que ces modèles donnent la même allure de σ_{yy} en fonction de la longueur de contact entre la résine et le cylindre. Ainsi, σ_{yy} augmente jusqu'au point neutre où σ_{yy} est maximale. Puis elle diminue jusqu'à la limite élastique de la résine marquant la reprise d'épaisseur. Les courbes obtenues par le modèle hydrodynamique présentent une forme parabolique alors que la courbe donnée par le modèle Bland & Ford a une forme aiguë.

Ces différentes courbes possèdent quasiment la même position du point neutre avec un décalage de 0,02mm. Cependant, ils ne donnent pas la même valeur de la contrainte maximale du laminage tout en imposant la même épaisseur d'entrée et de sortie pour les deux modèles. Un écart moyen de 57%.

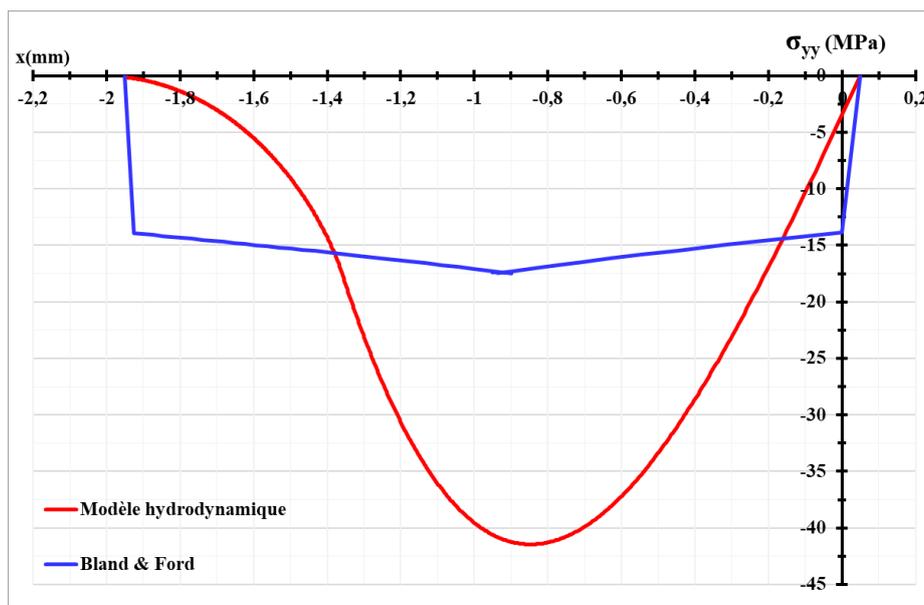


Fig 4- 4 : Evolution de la contrainte σ_{yy} pour la résine obtenue par Bland & Ford et le modèle hydrodynamique lors de son laminage

L'évolution de σ_{yy} en fonction de x , obtenue par LSDYNA (courbe en magenta) et donnée par la figure 4-5, montre que σ_{yy} atteint son maximum après son passage par la zone élastique. La comparaison de ce modèle numérique et du modèle hydrodynamique indique que σ_{yy} garde la même allure avec un écart au point neutre de 26%. Cet écart au niveau de la contrainte maximale de laminage est dû aux modules élastiques imposés dans le modèle viscoélastique simulé par LSDYNA. L'effet de bord est limité à quelques dixièmes de millimètres (0,4mm) ce qui permet de se limiter dans ce cas au calcul en 2D par la méthode des tranches qui est plus simple et rapide.

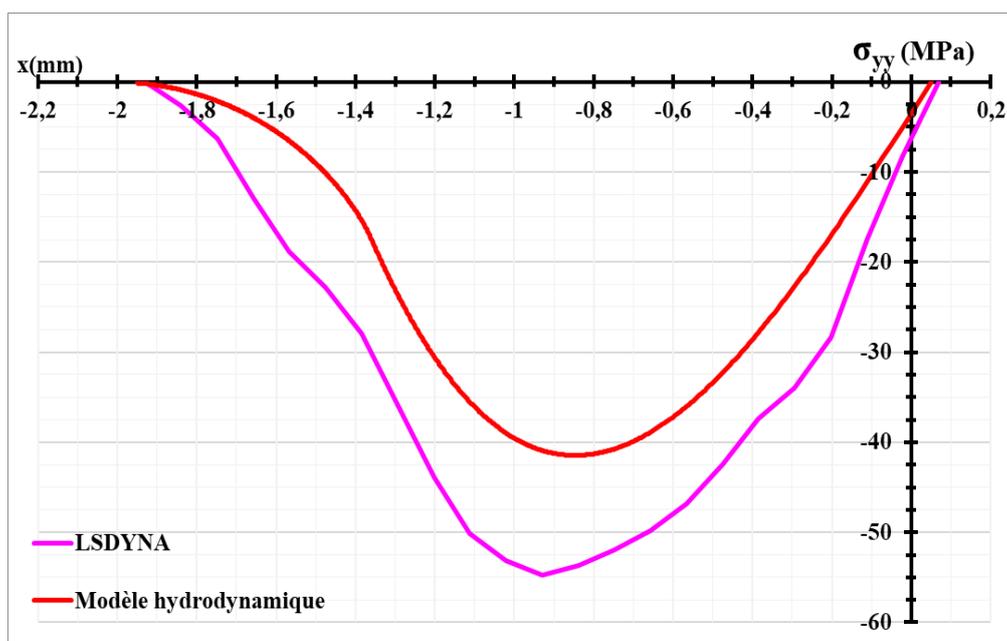


Fig 4- 5 : Evolution de la contrainte σ_{yy} pour la résine obtenue par le modèle hydrodynamique et LSDYNA lors de son laminage

✓ **Résultats des méthodes appliquées au composite**

- **Paramètres numériques**

Les paramètres utilisés pour les modèles de Bland & Ford sont présentés dans les tableaux 4.3 et 4-4. L'angle α est égal à $0,02 \ll 1$. Donc l'hypothèse des petits angles est vérifiée dans ce cas.

Tableau 4- 3 : Paramètres géométriques de la modélisation mécanique pour composite

he=1.8mm	hs=1.76mm
R=100mm	$\mu=0.4$

Tableau 4- 4 : Paramètres des modèles analytiques mécaniques pour le composite

Bland & Ford		Modèle hydrodynamique	
$\sigma_0=24\text{MPa}$	$\sigma_e=0\text{ MPa}$	$\omega=1\text{ tr.mn}^{-1}$	$\eta=2,87.10^6$ Pa.s
$\sigma_s=0\text{ MPa}$			

Les valeurs de μ , σ_0 et la courbe de contrainte imposée dans tous les modèles mécaniques pour le composite sont ses propriétés à 80°C.

- **Résultats de calcul**

L'évolution de la contrainte σ_{yy} calculée par les différents modèles de la modélisation mécanique en fonction de la position x est présentée dans la figure 4-6. On remarque que σ_{yy} a la même allure que celle obtenue dans le cas de la résine mais avec un écart de 30% au niveau de contrainte maximale du laminage.

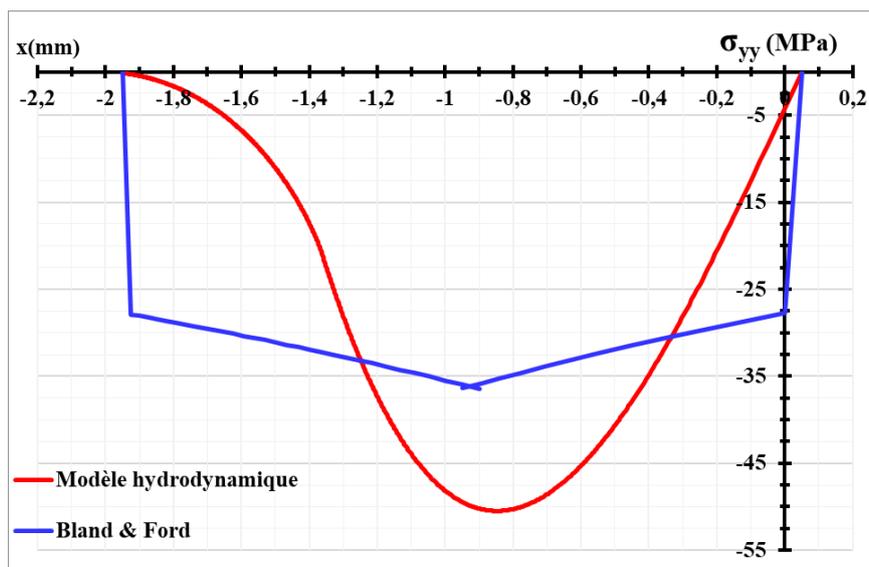


Fig 4- 6 : Comparaison de la contrainte σ_{yy} sur le composite obtenue par le modèle hydrodynamique et Bland & Ford lors de son laminage

La figure 4-7 montre l'évolution de la contrainte maximale du laminage de la résine en changeant la limite élastique imposée dans le modèle de Band & Ford. On remarque que pour une limite élastique qui est égale à $0,7 \cdot \sigma_{\text{max}}$ la contrainte maximale à la rupture de la résine, le modèle de Bland & Ford donne une contrainte du laminage proche de celle obtenue par le modèle hydrodynamique.

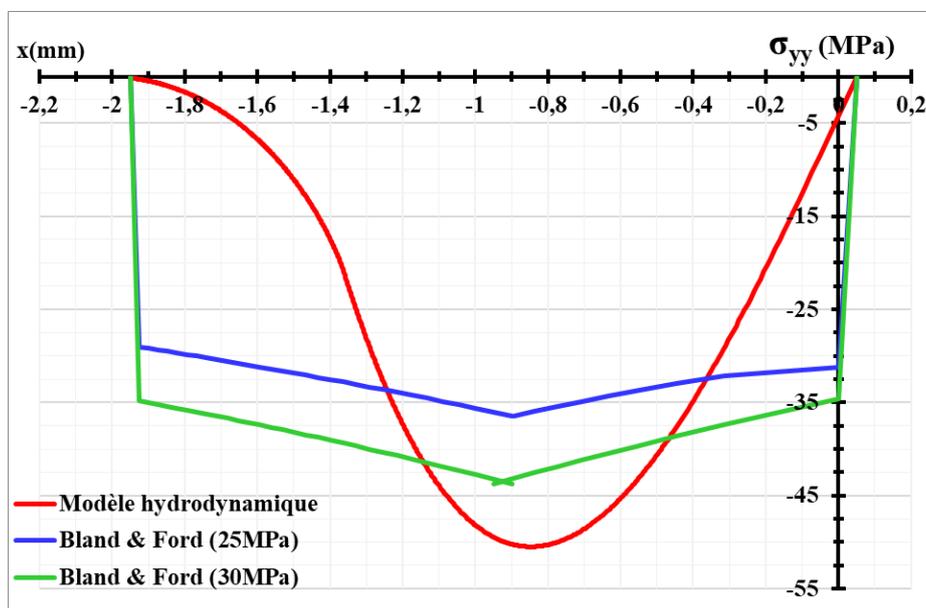


Fig 4- 7 : Evolution de la contrainte du laminage du composite en fonction de la limite élastique

IV.5- Modélisation thermique : identification des équations à résoudre et leur application

IV.5.1- Adaptation de l'équation de chaleur

Généralement, l'équation de chaleur se base sur le premier principe de la thermodynamique qui indique que l'énergie totale d'un système se conserve au cours de ses transformations. Donc, la formule mathématique obtenue est :

pour un point M de l'écoulement et U l'énergie interne massique en ce point, l'équation de chaleur est :

$$\rho \frac{dU}{dt} = -\text{div } \vec{q} + \sigma_0 \dot{\bar{\epsilon}} \quad (\text{éq 49})$$

Avec, $\sigma_0 \dot{\bar{\epsilon}}$ est la puissance plastique transformée en chaleur et q est le vecteur de flux de chaleur. En utilisant les conventions d'Einstein, on peut écrire :

$$\text{div } \vec{q} = \frac{\partial q_i}{\partial x_i} \quad (\text{éq 50})$$

Avec $i \in [1; 3]$, la loi de Fourier donne :

$$\vec{q}_i = -\lambda \frac{\partial T}{\partial x_i} \text{ car } \vec{q}_i = -\lambda \overrightarrow{\text{grad}} T \quad (\text{éq 51})$$

En supposant que U ne dépend en premier lieu que de la température et de la déformation équivalente de Von Mises. Donc, $U=U(T, \bar{\epsilon})$.

Si, $c = \frac{\partial U}{\partial T}$ et $\dot{\bar{\epsilon}} = \frac{d\bar{\epsilon}}{dt}$ alors l'équation (47) s'écrit :

$$\rho c \frac{dT}{dt} = \text{div}(\lambda \overrightarrow{\text{grad}} T) + \dot{\bar{\epsilon}} \sigma_0 \left(1 - \frac{\rho}{\sigma_0} \frac{\partial U}{\partial \bar{\epsilon}}\right) \quad (\text{éq 52})$$

En supposant $\left(1 - \frac{\rho}{\sigma_0} \frac{\partial U}{\partial \bar{\epsilon}}\right) = \Gamma_d = \text{constante}$.

Cette constante est le coefficient de Taylor Quinney. Il est introduit car seule une fraction du travail de déformation est considérée. Elle sert à réchauffer la matière. La fraction restante $(1 - \Gamma_d)$ est stockée sous forme de défauts dans le réseau cristallin [19].

Ainsi lorsque le régime stationnaire est établi, l'équation eulérienne de chaleur (équation 50) devient [19] :

$$\rho c \overrightarrow{\text{v}} \overrightarrow{\text{grad}} T = \lambda \Delta(T) + \Gamma_d \dot{\bar{\epsilon}} \sigma_0 \quad (\text{éq 53})$$

La méthode des différences finies va être employée pour résoudre cette équation.

IV.5.2- Méthode des différences finies

Le procédé de laminage à chaud présente un problème thermique de non linéarité, qui est complexe dans son traitement et sa résolution analytiques. Dans le cas pratique, les équations à résoudre sont du premier ou du second ordre à deux variables indépendantes comme le cas où la température T dépend de x et de y.

Il existe plusieurs travaux qui modélisent la thermique du laminage par cette méthode. Parmi ces travaux, nous pouvons citer ceux d'A. Halloumi [19], qui s'est intéressé au laminage asymétrique. On va se référer à ces travaux par la suite mais en les appliquant au laminage à chaud symétrique qui représente le cas du laminage du composite LU1.

Il est ainsi nécessaire de définir un maillage et les conditions aux limites de ce système à résoudre pour établir la méthode des différences finies

✓ Maillage

Le maillage sera effectué dans le domaine étudié. L'angle entre les lignes de direction de laminage et l'horizontale est négligé. Cette hypothèse devient plus forte lorsque le rapport de réduction va augmenter.

A l'aide de la modélisation mécanique, les champs de vitesses des éléments de bande, pendant leurs passages entre les cylindres, sont connus. Donc, à l'aide des résultats précédents, le champ de température peut être estimé en tout point du système de laminage, en régime stationnaire. Dans ce cas, l'inconnue est la température.

Comme le montrent les figures 4-8 et 4-9, le volume à modéliser est celui qui se situe entre les deux cylindres pour $x = 0$ et $x \gg L$, pour bien prévoir les conditions aux limites. Ce volume appartient à l'intervalle $j \in [1, J_{\max} + M_{\max}]$ suivant x et $i \in [1, I_{\max}]$ suivant y . (i, j) sont les indices des nœuds.

Pour $i \in [1, I_{\max}]$ et $j \in [1, J_{\max}]$, cela vérifie bien l'intervalle lorsque l'élément de matière est entre les cylindres.

Pour $j \in [J_{\max}, M_{\max}]$, cela désigne la partie de la bande après le laminage.

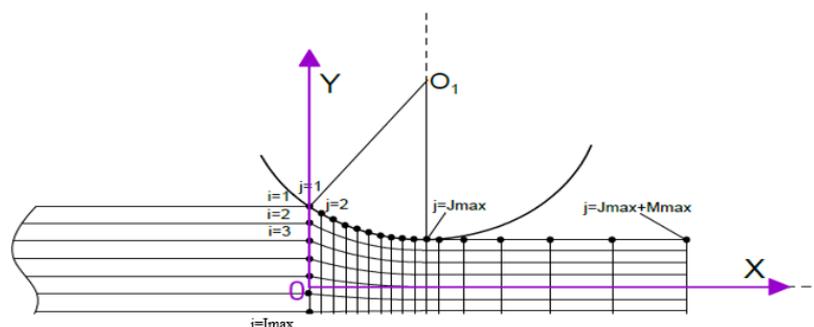


Fig 4- 8 : Schéma du maillage adapté pour la bande [19]

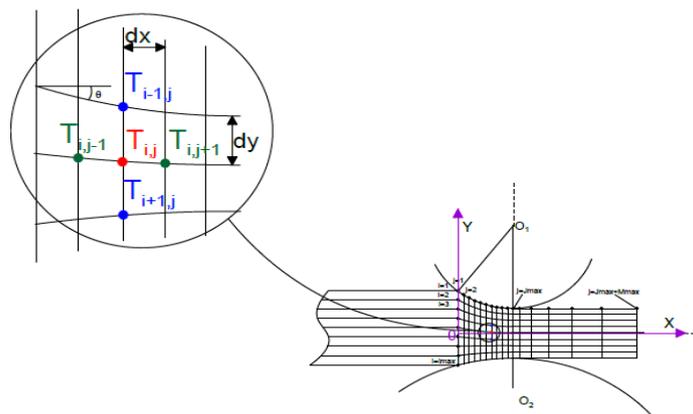


Fig 4- 9 : Maillage en détails de la bande à laminier [19]

Dans la suite de calcul, le problème étant symétrique, une demi-épaisseur seule sera modélisée.

✓ **Conditions aux limites**

Ces conditions désignent les valeurs des solutions, les équations aux dérivées partielles et ordinaires de ce système, sur les frontières. En effet, le nombre des conditions aux limites dépend de la formulation et le nombre de variables mises en jeu. Pour les nœuds en volume, l'équation de la chaleur sera établie. Pour les nœuds en surface, la figure 4-10 montre les différentes surfaces pour une demi épaisseur, qui ont des conditions aux limites détaillées par la suite.

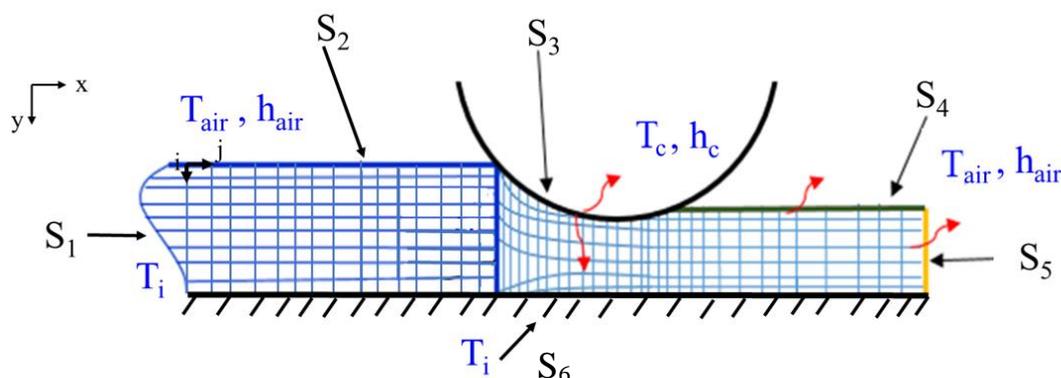


Fig 4- 10 : Schéma thermique du système de laminage

La surface S1 représente les nœuds du composite avant son entrée dans la calandre. Elle est dans la température initialement imposée T_i . Cette surface est délimitée par $1 \leq i \leq I_{max}$ et $j = 1$.

La surface S2 représente les nœuds à l'entrée entre les cylindres de la calandre du laminage. La vitesse de la matière est supposée suffisamment grande pour que la température des nœuds soit égale à la température initiale de la bande. Cette surface est délimitée par $1 \leq i \leq I_{max}$ et $j = 2$.

La surface S3 représente les nœuds en contact avec le cylindre supérieur. Sur cette surface, il y a une source de chaleur produite par la déformation plastique. Il y a aussi une chaleur générée

par le frottement de la bande sur le cylindre. Celle-ci est partagée entre les deux. On peut aussi avoir un échange solide/solide. Cette surface est délimitée par $3 \leq j \leq J_{\max}$ et $i=1$.

Il faut faire un bilan local, pour calculer la densité de flux de chaleur ϕ . La puissance surfacique dissipée par frottement [19] égale à :

$$\phi = \dot{W}_f = \int_0^L \mu \frac{\sigma_0}{\sqrt{3}} |\Delta V| dl = \mu * P * l_{\text{glissée}} \quad (\text{éq 54})$$

Les températures du composite LU1 et des cylindres sont données alors que pendant le laminage, la chaleur due aux frottements sera partagée et diffusée dans les deux corps en contact. Donc, il faut déterminer le flux de chaleur de bande ϕ_{ban} et de cylindres ϕ_{cyl} , avec $\phi = \phi_{\text{ban}} + \phi_{\text{cyl}}$

Ainsi on peut calculer les conditions aux limites pour les frottements des cylindres supérieur ϕ_{bansup} et inférieur ϕ_{baninf} sur la bande à laminier (Annexe 4-1) :

$$\phi_{\text{bansup}} = \frac{\varepsilon_{\text{ban}}}{\varepsilon_{\text{cylsup}} + \varepsilon_{\text{ban}}} \dot{W}_F \quad (\text{éq 55})$$

Les surfaces S_4 et S_4 représentent les nœuds en contact avec l'air après la sortie de la bande en composite de la calandre. L'air est supposé à température ambiante. Ces surfaces sont délimitées par :

$$\begin{aligned} S_4 : J_{\max}+1 \leq j \leq J_{\max}+M_{\max}-1 \text{ et } i=1 \\ S_5 : 2 \leq i \leq I_{\max}-1 \text{ et } j= J_{\max}+M_{\max} \end{aligned}$$

La surface S_6 représente le cœur du composite. Elle possède la même température initialement imposée T_i . Cette surface est délimitée par : $2 \leq j \leq J_{\max}+M_{\max}$ et $i= I_{\max}$

✓ Discrétisation

- Discrétisation de l'équation de chaleur

La discrétisation de l'équation de chaleur équation (51) dans le volume donne pour les éléments en volume [19] donne :

Pour $2 \leq i \leq I_{\max}-1$ et $2 \leq j \leq J_{\max} + M_{\max}-1$, donne :

$$\rho c_p \begin{pmatrix} v_{i,j}^x \\ v_{i,j}^y \end{pmatrix} \begin{pmatrix} \frac{\partial T}{\partial x / i,j} \\ \frac{\partial T}{\partial y / i,j} \end{pmatrix} = \lambda_x \frac{\partial^2 T}{\partial^2 x / i,j} + \lambda_y \frac{\partial^2 T}{\partial^2 y / i,j} + \Gamma_d \dot{\varepsilon} \sigma_0 \quad (\text{éq 56})$$

Après le développement de l'équation (54), on obtient :

$$\begin{aligned} \left(-\frac{\rho c_p v_{i,j}^y}{2\Delta y} - \frac{\lambda_y}{\Delta y^2} \right) T_{(i-1,j)} + \left(\frac{\rho c_p v_{i,j}^y}{2\Delta y} - \frac{\lambda_y}{\Delta y^2} \right) T_{(i+1,j)} + \left(-\frac{\rho c_p v_{i,j}^x}{2\Delta x} - \frac{\lambda_x}{\Delta x^2} \right) T_{(i,j-1)} + \left(\frac{\rho c_p v_{i,j}^x}{2\Delta x} - \frac{\lambda_x}{\Delta x^2} \right) T_{(i,j+1)} + \left(\frac{2\lambda_x}{\Delta x^2} + \frac{2\lambda_y}{\Delta y^2} \right) T_{(i,j)} = \Gamma_d \dot{\varepsilon} \sigma_0 \end{aligned} \quad (\text{éq 57})$$

On pose, $A_{ij} = -\frac{\rho c_p v_{ij}^y}{2\Delta y} - \frac{\lambda_y}{\Delta y^2}$, $B_{ij} = \frac{\rho c_p v_{ij}^y}{2\Delta y} - \frac{\lambda_y}{\Delta y^2}$, $C_{ij} = -\frac{\rho c_p v_{ij}^x}{2\Delta x} - \frac{\lambda_x}{\Delta x^2}$, $D_{ij} = \frac{\rho c_p v_{ij}^x}{2\Delta x} - \frac{\lambda_x}{\Delta x^2}$ et $E'_{ij} = \frac{2\lambda_x}{\Delta x^2} + \frac{2\lambda_y}{\Delta y^2}$

Pour discrétiser totalement l'équation (55), il faut discrétiser le terme $\Gamma_d \dot{\epsilon} \sigma_0$. Pour cela, il faut d'abord choisir la loi d'écoulement. Sachant que dans ce cas, nous allons utiliser un comportement viscoélastique d'où la formule de Maxwell :

$$\sigma_0 = E\varepsilon + \eta \dot{\varepsilon} \quad (\text{éq 58})$$

Avec $E\varepsilon = \sigma_1$ et $\eta = \eta_0 e^{\frac{Q}{RT}}$ Pour la discrétisation de cette loi de comportement, on pose :

$$\Phi = \Gamma_d \dot{\varepsilon} \sigma_0 = \Gamma_d \dot{\varepsilon} \left(\sigma_1 + \eta_0 e^{\frac{Q}{RT}} \dot{\varepsilon} \right) \quad (\text{éq 59})$$

$$\Phi(T_{t+\Delta t}) = \Phi(T_t) + \frac{\partial \Phi(T_t)}{\partial T} (T_{t+\Delta t} - T_t) \quad (\text{éq 60})$$

En insérant l'équation (57) dans l'équation (58), on trouve :

$$\Gamma_d \dot{\varepsilon} \sigma_0 = \Gamma_d \dot{\varepsilon} \sigma_1 + \Gamma_d \eta_0 \dot{\varepsilon}^2 \exp\left(\frac{E}{RT_0}\right) + \Gamma_d \eta_0 \dot{\varepsilon}^2 \frac{E}{RT_0} \exp\left(\frac{E}{RT_0}\right) + \Gamma_d \eta_0 \dot{\varepsilon}^2 \frac{E}{RT_0^2} \exp\left(\frac{E}{RT_0}\right) T_{i,j} \quad (\text{éq 61})$$

Le calcul de l'équation (58) est dans l'annexe 4-2. T_0 est la température initiale qui sera notée par la suite par T_i .

Nous posons :

$$Q(T_i) = \Gamma_d \dot{\varepsilon} \sigma_1 + \Gamma_d \eta_0 \dot{\varepsilon}^2 \exp\left(\frac{E}{RT_0}\right) \left(1 + \frac{E}{RT_0}\right) \quad (\text{éq 62})$$

$$E''_{ij} = \Gamma_d \eta_0 \dot{\varepsilon}^2 \frac{E}{RT_0^2} \exp\left(\frac{E}{RT_0}\right) T_{i,j} \quad (\text{éq 63})$$

Ainsi, l'équation de chaleur discrétisée équation (55) devient :

$$A_{ij} T_{(i-1,j)} + B_{ij} T_{(i+1,j)} + C_{ij} T_{(i,j-1)} + D_{ij} T_{(i,j+1)} + (E'_{ij} + E''_{ij}) T_{(i,j)} = Q(T_i) \quad (\text{éq 64})$$

Avec,

$$A_{ij} = -\frac{\rho c_p v_{ij}^y}{2\Delta y} - \frac{\lambda_y}{\Delta y^2}, \quad B_{ij} = \frac{\rho c_p v_{ij}^y}{2\Delta y} - \frac{\lambda_y}{\Delta y^2}$$

$$C_{ij} = -\frac{\rho c_p v_{ij}^x}{2\Delta x} - \frac{\lambda_x}{\Delta x^2}, \quad D_{ij} = \frac{\rho c_p v_{ij}^x}{2\Delta x} - \frac{\lambda_x}{\Delta x^2}$$

$$E_{ij} = \frac{2\lambda_x}{\Delta x^2} + \frac{2\lambda_y}{\Delta y^2} + \Gamma_d \eta_0 \dot{\varepsilon}^2 \frac{E}{RT_0^2} \exp\left(\frac{E}{RT_0}\right) T_{i,j}$$

$$Q(T_0) = \Gamma_d \dot{\varepsilon} \sigma_1 + \Gamma_d \eta_0 \dot{\varepsilon}^2 \exp\left(\frac{E}{RT_0}\right) \left(1 + \frac{E}{RT_0}\right)$$

- **Discrétisation des conditions aux limites**

Les conditions aux limites pour S_1 :

Pour $1 \leq i \leq I_{\max}$ et $j=1$,

$$T_{(i,1)} = T_i$$

Les conditions aux limites pour S_2 :

Pour $2 \leq j \leq J$ et $i=1$,

$$\lambda_y \frac{T_{(1,j)} - T_{(2,j)}}{\Delta y} = -h_{\text{air}}(T_{(1,j)} - T_{\text{air}}) \quad (\text{éq 65})$$

Les conditions aux limites pour S_3 :

Pour $J+1 \leq j \leq J_{\max}$ et $i=1$,

$$\lambda_y \frac{T_{(1,j)} - T_{(2,j)}}{\Delta y} - \lambda_x \frac{T_{(1,j)} - T_{(1,j-1)}}{\Delta x} = \left(h_c(T_{(1,j)} - T_c) + \frac{b_{\text{tot}}}{b_{\text{tot}} + b_{\text{cy}}} \dot{W}_F \right) \quad (\text{éq 66})$$

Les conditions aux limites pour S_4 :

Pour $J_{\max}+1 \leq j \leq J_{\max}+M_{\max}-1$ et $i=1$,

$$\lambda_y \frac{T_{(1,j)} - T_{(2,j)}}{\Delta y} = -h_{\text{air}}(T_{(1,j)} - T_{\text{air}}) \quad (\text{éq 67})$$

Les conditions aux limites pour S_5 :

Pour $2 \leq i \leq I_{\max}-1$ et $j=J_{\max}+M_{\max}$,

Si la longueur est finie :

$$-\lambda_x \frac{T_{(i, M_{\max}+J_{\max})} - T_{(i, M_{\max}+J_{\max}-1)}}{\Delta x} = h_{\text{air}}(T_{(i, M_{\max}+J_{\max})} - T_{\text{air}}) \quad (\text{éq 68})$$

Les conditions aux limites pour S_6 :

Pour $2 \leq j \leq J_{\max}+M_{\max}$ et $i=I_{\max}$,

$$T_{(I_{\max}, j)} = T_i$$

- **Résolution de l'équation de la chaleur discrétisée**

Après avoir discrétisé tous les éléments de l'équation de chaleur avec les conditions aux limites imposées, le système peut être écrit sous forme matricielle tel que, $KT=Q$ avec, T et Q sont des vecteurs de dimension $\text{Dim} = I_{\max} \times (J_{\max}+M_{\max})$. K est une matrice de dimension : $\text{Dim} \times \text{Dim}$.

On peut utiliser une décomposition LU, pour la résolution du système. Elle consiste à décomposer la matrice K comme produit d'une matrice triangulaire inférieure L et une matrice triangulaire supérieure U . Cette méthode permet de résoudre les problèmes linéaires. Ainsi, on peut écrire $KT=Q$ comme $LU T=Q$ ou $L UT=Q$. On pose, $Y=UT$.

$LY=Q$. Y peut être déterminé par substitutions élémentaires. Puis, le calcul des composantes du vecteur T sera fait, en résolvant le système triangulaire supérieur.

IV.5.3- Résultats de la méthode de différences finies

Afin de comparer la méthode de différences finies et la méthode des éléments finis, les mêmes paramètres sont utilisés.

Pour les paramètres rhéologiques, un comportement viscoélastique est associé au composite et à la résine,

Tous les paramètres utilisés pour la modélisation thermique sont présentés dans les tableaux 4-5 et 4-6. Soit $p = \frac{b_{tol}}{b_{tol} + b_{cy}}$: le coefficient de partage.

Le coefficient de transfert thermique h entre les cylindres et le composite a été choisi après plusieurs calculs numériques en utilisant l'équation de la chaleur discrétisée sans aucune source thermique. En effet, dans un système non isotherme tel que $T_{cylindres} > T_i$, la température du composite doit atteindre rapidement la température de cylindres lors de son contact avec eux.

La viscosité est calculée à partir des résultats de la flexion dynamique en chapitre 2, en utilisant la loi de Cox Merz où $\omega * \eta = \sqrt{E' + E''}$.

Tableau 4- 5 : Paramètres de la modélisation thermique

Matériau	ρ (kg.m ⁻³)	C_p (J.kg ⁻¹ . K ⁻¹)	σ_0 (MPa)	λ (W.m ⁻¹ .K ⁻¹)	μ sur cylindre	η (Pa.s)
Résine	1100	1500	12	0,2	0,35	2,34.10 ⁻⁶
Composite	1400	1450	24	Selon n x : 0,8	Selon y : 0,6	2,87.10 ⁻⁶
Cylindres	7800	---	---	50	---	---
$\omega=3tr.mn^{-1}$		$\Gamma_d=0,9$	$T_i=36$ 5 K	$p=0,3$	$he=1,8m$ m	$hs=1,5m$ m

Tableau 4- 6 : Conditions initiales de la modélisation thermique

	h (W.m ⁻² .K ⁻¹)	T (K)
Contact avec les cylinders	100000	295
Echange avec le milieu	10	373

IV.5.4- Résultats de modèles thermiques

Le calcul thermique pour le composite et pour la résine a été fait en trois étapes : 1) sans tenir en compte d'aucune sources thermique, 2) avec prise en compte de la puissance générée par la déformation plastique et 3) en compte de la déformation plastique et du frottement entre la bande et la calandre. Le calcul est réalisé à l'aide du code MATLAB.

Plusieurs discrétisations verticales et transversales de la bande en composite ont été testées afin d'obtenir la stabilité de calcul, en supposant qu'il n'y a pas de convection au contact des cylindres. La taille de la maille dans le maillage de cette bande permettant la convergence et la précision du calcul du champ de la température, est dans l'épaisseur : $\Delta y = 10^{-4}$ mm et suivant x : $\Delta x = 4,138 \cdot 10^{-5}$, $\Delta x_1 = 2,85 \cdot 10^{-5}$ et $\Delta x_2 = 4,138 \cdot 10^{-5}$ (expliqués dans la figure 4-11).

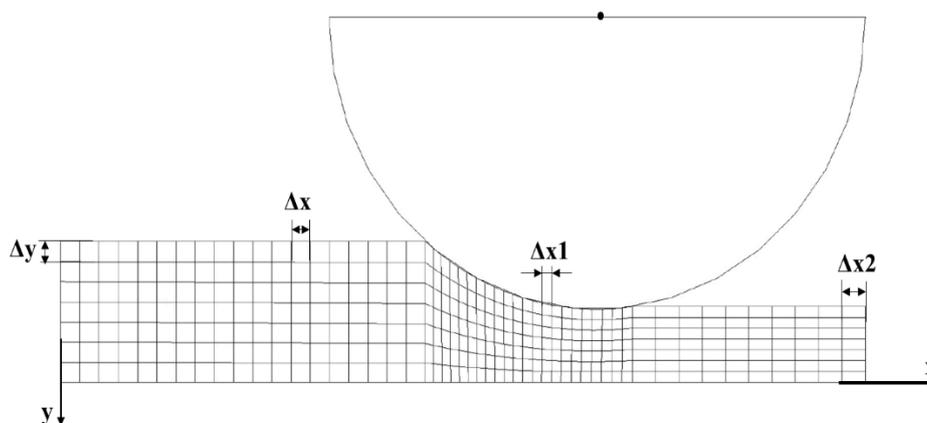


Fig 4- 11 : Maillage de la bande à laminer et ses paramètres

✓ Pour la résine polyester insaturée

- Résultats sans aucune source thermique

La figure 4-12 montre l'évolution de la température dans différents niveaux de la bande en résine en fonction de la position. Nous remarquons que la température de la bande diminue lors de son contact avec l'air. Elle passe de 90°C, température initiale, à 88,3°C.

Une fois que la bande est entrée dans la calandre, la température en surface (courbe bleue) monte rapidement de 88,3°C à 100°C (Température de la calandre). Nous notons que les autres courbes rouge et verte présentant l'évolution de la température dans la résine aux hauteurs initiales $h=1,7$ mm et 1,6 mm, suivent le même chemin que la courbe de surface mais avec un retard. Un bruit est noté à l'instant de l'entrée et de la sortie de la résine dans la calandre, dû à la discontinuité du calcul. En effet, à l'entrée et à la sortie, le calcul est effectué suivant y seulement alors que au contact de la résine avec la calandre, le calcul est suivant les deux directions x et y.

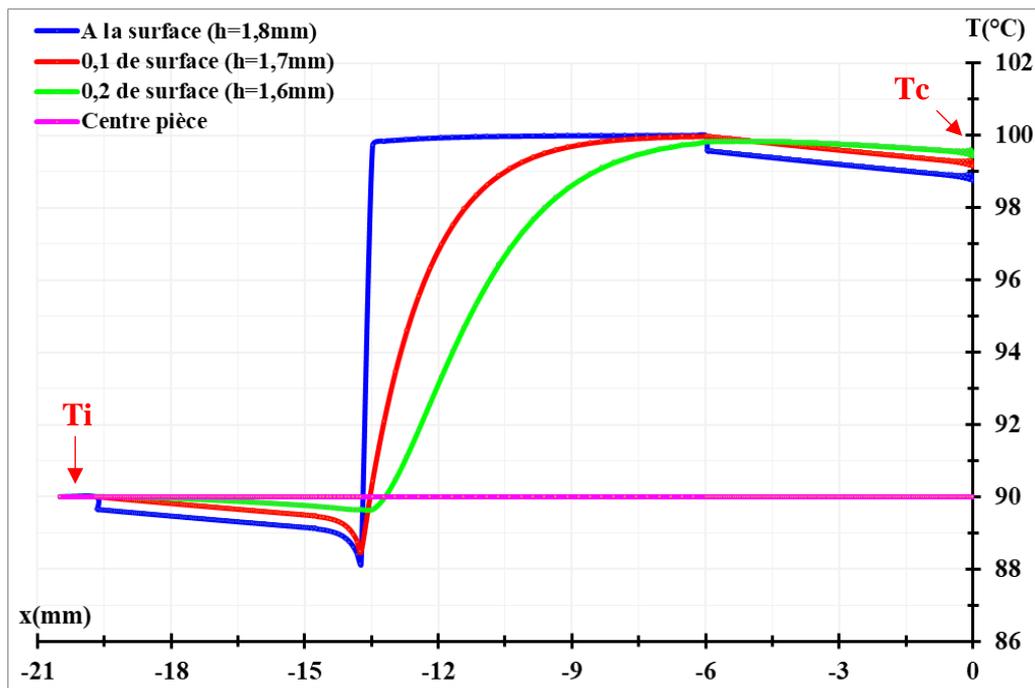


Fig 4- 12 : Evolution de la température sans sources thermiques pour la résine polyester

- **Résultats en tenir en compte la déformation de la résine et ou un frottement**

Les résultats du calcul thermique avec la puissance générée par la déformation viscoélastique en volume et le frottement à 0,1mm de la surface, sont présentés dans la figure 4-13. On observe que la courbe de la température calculée en ajoutant une source volumique (puissance de la déformation viscoélastique) (courbe en vert) a la même allure que celle obtenue sans tenir compte de cette source, avec un écart de 0,1°C car on travaille avec des petites déformations. Avec l'ajout de l'effet du frottement, la résine possède le même profil de température (courbe en rouge) que celui observé sans frottement mais avec une augmentation significative de la température lors de son contact avec les cylindres. L'écart entre ces deux courbes est égal à 2°C. Cette montée de la température est due à l'énergie générée par le frottement à la surface de la résine. Ainsi, la puissance générée par le frottement cylindre/résine est dominante. On peut conclure que l'échauffement par la déformation viscoélastique est négligeable en comparaison à celui qui est généré par le frottement car, dans ce cas du laminage, on travaille avec des petites déformations qui peuvent être purement élastiques.

Un calcul thermique fait en utilisant au lieu de la puissance générée par la déformation viscoélastique, une puissance générée par la déformation plastique de la résine, montre que même cette puissance n'a pas généré un échauffement marquant de la résine lors de son laminage.

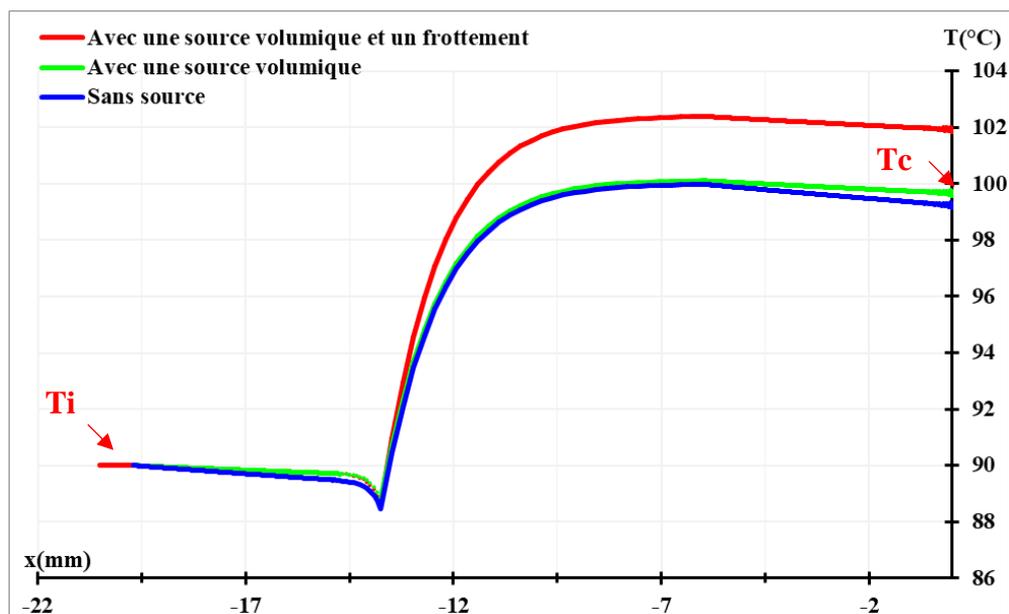


Fig 4- 13 : Comparaison des évolutions de la température à 0,1mm de la surface : sans sources, avec une source volumique (déformation de la résine) puis avec en plus une source surfacique (frottement) pour la résine polyester

✓ **Pour le composite polyester en fibres de verre**

- **Résultats sans aucune source thermique**

Le calcul du champ de température du composite polyester renforcé de fibres de verre est effectué d'abord sans imposer aucune source thermique à ce système. Le résultat de ce calcul est donné par la figure 4-14. Nous observons que le composite a le même comportement thermique au laminage que sa matrice à la surface et à l'intérieur.

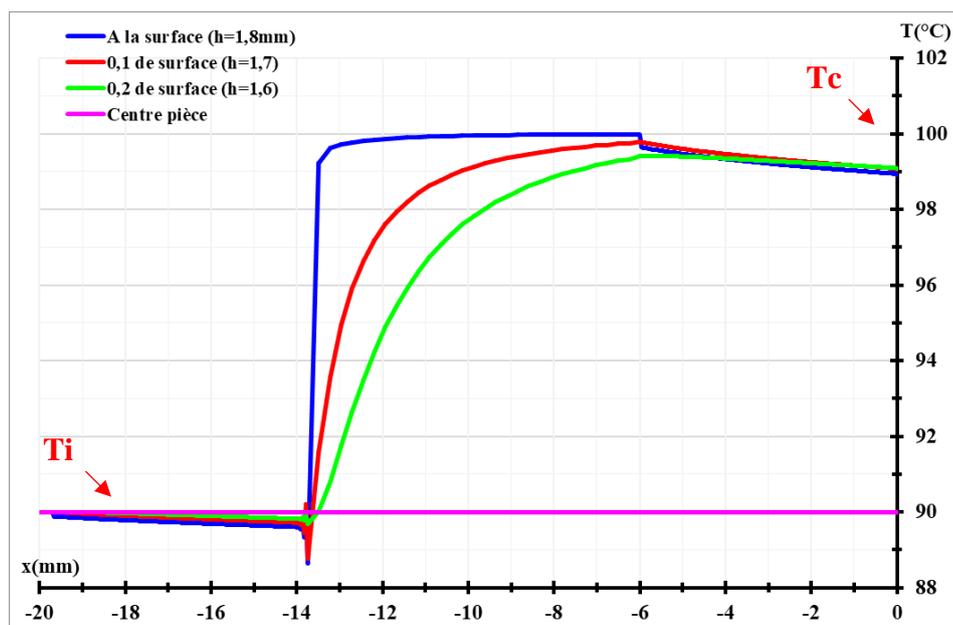


Fig 4- 14 : Evolution de la température sans sources thermiques pour le composite LU1

- Résultats prenant compte de la déformation du composite et du frottement

Les résultats du calcul thermique du composite en tenant compte de la puissance générée à 0,1mm de la surface, par la déformation viscoélastique entraînée par la calandre et du frottement de composite/cylindres, sont présentés dans la figure 4-15. On remarque que globalement le comportement thermique de composite en tenant compte de la déformation viscoélastique (courbe en vert) n'a pas changé en comparant à son comportement sans déformation plastique (courbe en bleu) car on n'est pas dans le cas de des fortes déformations viscoélastiques.

La considération de la déformation viscoélastique et du frottement dans le calcul thermique de composite (courbe en rouge) montre que la température continue à augmenter tout au long de la zone de contact jusqu'à $T=104^{\circ}\text{C} > T_c=100^{\circ}\text{C}$. Cet échauffement est généré principalement par le frottement composite/cylindre. Ainsi, la température maximale obtenue à la fin de contact de composite/calandre est supérieure à celle obtenue dans le cas de résine. Cette différence est due au coefficient de frottement composite /acier qui est supérieur à celui de résine/acier (détaillé dans le chapitre III).

Un calcul thermique en supposant que le composite se déforme plastiquement, montre que la puissance générée par cette déformation ne produit pas un échauffement important du composite. Ce qui peut expliquer par la déformation purement élastique du composite.

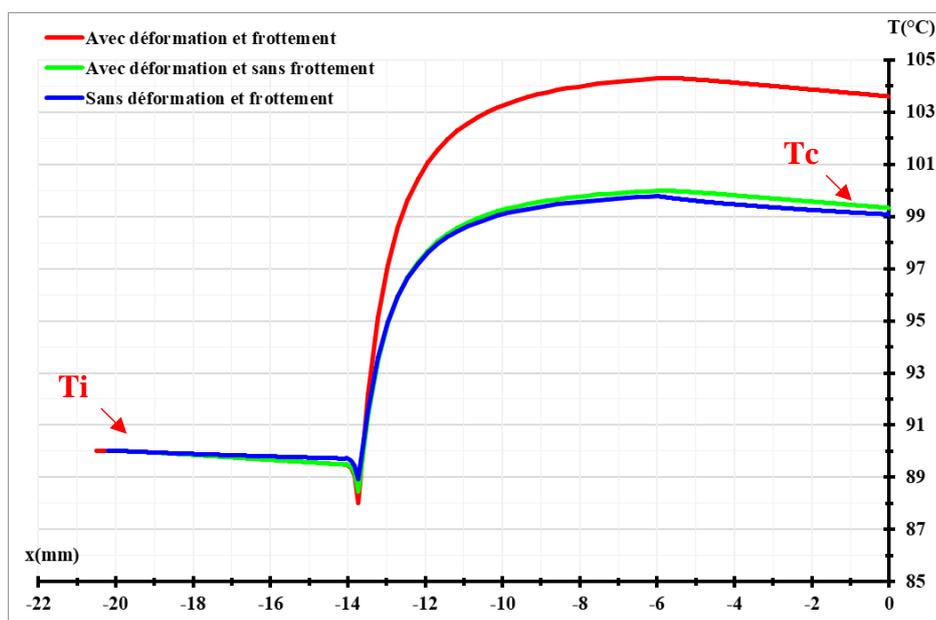


Fig 4- 15 : Comparaison des évolutions de la température à 0,1mm de la surface : sans sources, avec une source volumique (déformation du composite) puis avec en plus une source surfacique (frottement) pour le composite LU1

Conclusion

La résolution des modèles mécaniques du laminage du composite LU1 et de sa matrice, qui sont le modèle de Bland & Ford et le modèle hydrodynamique, permet de calculer la pression appliquée par la calandre lors de leur laminage à chaud, en déterminant son profil qui sera validé dans le chapitre 5 avec les essais expérimentaux.

Pour la modélisation thermique, le calcul avec la méthode de différences finies dans le cas de la résine polyester et du composite LU1 montre que le frottement est le facteur dominant thermiquement, en générant un échauffement important de ces deux matériaux, qui peut aller jusqu'au +4°C de la température de la calandre. Cependant, la puissance générée par la déformation de la résine et du composite (viscoélastique et plastique) ne modifie quasiment pas leur température. C'est dû probablement à leur déformation qui reste purement élastique. Ces résultats thermiques seront validés lors du cinquième chapitre.

Chapitre V : Exploitation des résultats expérimentaux et validation des modèles

V.1- Introduction.....	173
V.2- Résultats expérimentaux et interprétations : modélisation mécanique.....	173
V.2.1- Dispositif et protocole expérimental.....	173
□ Dispositif expérimental du laminage	173
□ Protocole expérimental des essais mécaniques	174
V.2.2- Exploitation des résultats mécaniques et validation des modèles mécaniques ...	175
- Résultats pour la résine	175
- Validation des modèles mécaniques	177
V.3- Mesures thermiques et validation du modèle thermique	178
V.3.1- Protocole expérimental des essais thermiques.....	178
V.3.2- Résultats thermiques et validation du modèle thermique pour la résine	180
- Résultats obtenus avec la résine	180
- Validation du modèle thermique pour la résine	183
V.3.3- Résultats thermiques et validation du modèle thermique pour le composite	184
- Résultats obtenus avec le composite	184
- Validation du modèle thermique pour le composite	186
V.4- Evaluation de l'aptitude du composite et de la résine à être déformés et laminés	188
V.4.1- Evaluation du laminage du composite.....	188
- Comportement mécanique du composite laminé	188
- Evaluation de la réduction de l'épaisseur après laminage.....	191
- Evaluation de la mise en forme du composite par laminage à chaud	195
V.4.2- Evaluation du laminage de la résine	198
- Comportement mécanique de la résine laminée.....	198
- Evaluation de la réduction de l'épaisseur après laminage.....	200
- Evaluation de la mise en forme de la résine par laminage à chaud.....	201
V.4.3- Exploitation de la déformabilité de la résine et laminage du composite de forme complexe	202
Conclusion	204

V.1- Introduction

Dans ce chapitre, le dispositif expérimental et les protocoles utilisés pour le laminage du composite LU1 sont présentés. Des comparaisons entre les résultats obtenus par les modèles décrits au chapitre IV et des mesures seront décrites. Enfin, une exploitation des performances du laminage sera faite afin de déterminer si ce procédé permet d'amincir (réduire l'épaisseur), de mettre en forme (gauchir) ou de redresser (dégauchir) le composite polyester renforcé de fibres de verre, ou sa matrice, dans les conditions qu'on avait déterminées lors de la caractérisation thermomécanique et tribologique.

V.2- Résultats expérimentaux et interprétations : modélisation mécanique

V.2.1- Dispositif et protocole expérimental

✓ Dispositif expérimental du laminage

Le laminage du composite et de la résine a été réalisé à l'aide d'une calandre présentée sur la figure 5-1. Elle est constituée de deux cylindres symétriques munis de résistances chauffantes permettant de travailler jusqu'à **300°C**. Les deux cylindres sont de diamètre **200mm**, de largeur utile **500mm** et de largeur totale **600mm**.

Deux thermocouples par cylindre permettent de contrôler leur température. Des cales de positions permettent de régler, manuellement, l'entrefer entre ces cylindres entre **0,1 mm** et **5 mm** avec une précision de **0,01 mm**. Enfin, la vitesse de rotation est également contrôlée. Elle est comprise entre **1** et **40 tr.mn⁻¹**. La rugosité de cette calandre est égale à **Ra=1,6µm**. Les cylindres sont fabriqués de l'acier X90CrMoV18.

A côté de la calandre, une étuve est mise à disposition. Elle permet de chauffer les échantillons avant leur passage dans la calandre. Pour nous assurer de l'homogénéité de leur température, nous les mettons en chauffe pendant 30mn dans l'étuve avant de les calandrer. La température de cette étuve est contrôlée avec une précision de 2°C.

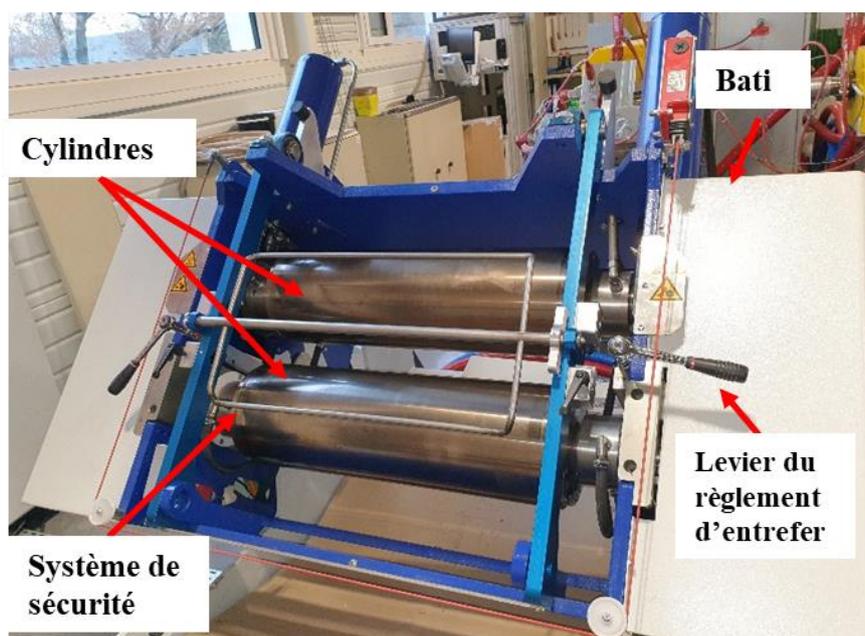


Fig 5- 1 : Photographies de la calandre

✓ Protocole expérimental des essais mécaniques

Le dispositif expérimental utilisé pour les mesures de pression est présenté sur la figure 5-2. Il s'agit d'un capteur piézoélectrique PVDF d'épaisseur **10 μ m** et de température de curie de **135 \pm 5 $^{\circ}$ C**. Mis en court-circuit par l'entrée de la chaîne d'acquisition (boîtier noir), il produit, lorsqu'il est déformé perpendiculairement à son plan, un courant qui est enregistré en fonction du temps. Ce système permet d'enregistrer une grandeur proportionnelle à la force appliquée sur la surface du capteur.

Un film isolant électrique est positionné sur le capteur afin d'éviter tout court-circuit parasite et éliminer au maximum de bruit de mesures. Ce capteur piézoélectrique est monté sur des éprouvettes de résine pour déterminer le profil d'effort appliquée par la calandre au cours du laminage.

Le protocole expérimental de ces tests mécanique est le suivant :

- 1) collage du capteur piézoélectrique sur la pièce à laminier
- 2) pose du film isolant au-dessus du capteur
- 3) connexion du capteur au système d'acquisition
- 4) enregistrement du courant en fonction du temps lors du laminage
- 5) traitement des mesures

La figure 5-2 montre un exemple du montage de ce capteur à la surface d'une plaque de résine.

Les paramètres de tous les tests mécaniques de laminage sont présentés dans le tableau 5-1. On a pris une réduction d'entrefer faible de l'ordre de 10% pour ne pas abimer le capteur.

Tableau 5- 1 : Paramètres de la plaque en résine à laminier

$\omega=1 \text{ tr.mn}^{-1}$	$r=10\%$
$T_{\text{comp}}=87^{\circ}\text{C}$	

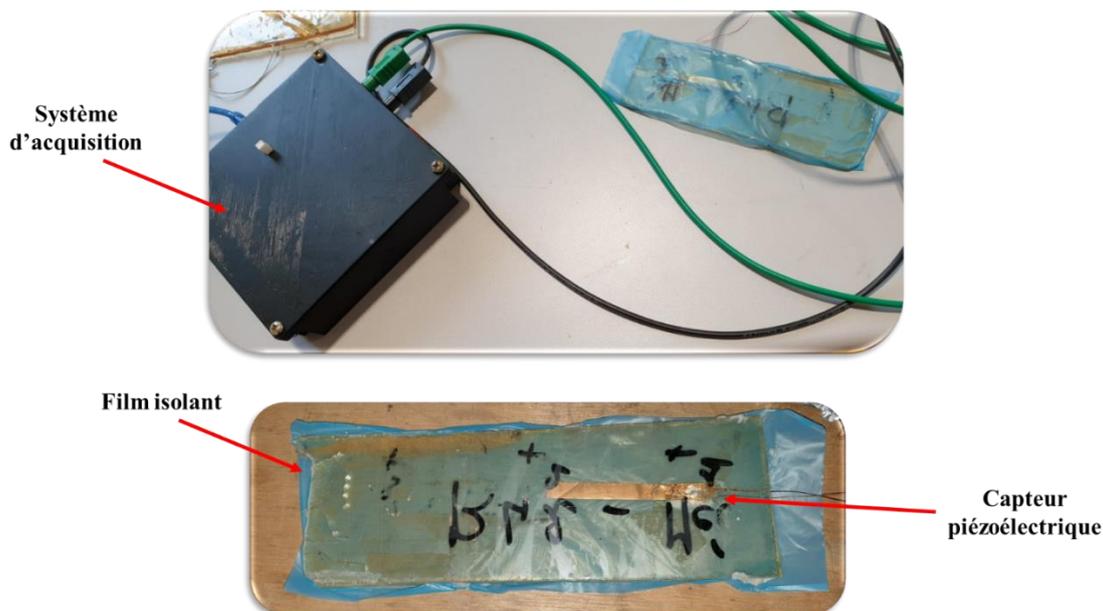


Fig 5- 2 : Système d'acquisition du capteur piézoélectrique et son montage

V.2.2- Exploitation des résultats mécaniques et validation des modèles mécaniques

- Résultats pour la résine

Au cours des essais du laminage à 90°C de la résine polyester, des capteurs piézoélectriques de largeur égale et supérieure à la zone de contact, sont utilisés pour préciser le profil de la pression appliquée par la calandre sur la résine.

La figure 5-3 montre les résultats obtenus lors du passage d'un **capteur piézoélectrique large** dans la calandre à une température 87°C sa vitesse de rotation est égal à $\omega=1 \text{ tr.min}^{-1}$, soit environ 1cm.s^{-1} en vitesse périphérique. Ce capteur est monté sur une plaque en résine polyester de 50 mm de large. Il est de largeur de 20mm.

La mesure est obtenue en enregistrant la tension générée par le courant de décharge du capteur à travers l'impédance d'entrée du système d'acquisition (la fréquence d'échantillonnage est 0.2s).

Le signal brut est trop bruité pour une lecture aisée. Pour améliorer la lisibilité, ce signal est ensuite intégré en fonction du temps via une méthode de trapèzes, ce qui donne une grandeur proportionnelle à la quantité totale de charges produite par le capteur piézoélectrique, Q_c . L'unité utilisée est donc proportionnelle au Coulomb (C).

Nous remarquons que la courbe de charge produite en fonction du temps possède trois zones. La première zone correspond à l'entrée de la résine entre les cylindres de la calandre. Le bruit de mesures et la présence de lignes de bases qu'il a été nécessaire d'enlever ne permettent pas de donner une interprétation sûre de ce palier. Il pourrait être dû à la déformation de l'échantillon induite par le début du laminage. A son entrée dans la zone de contact, la déformation du capteur augmente jusqu'à ce que la totalité de la zone de contact soit sur le capteur. L'augmentation de la déformation et de la surface déformée produit de plus en plus de charges. Lorsque la totalité de la surface de contact est sur le capteur, il n'y a plus de charges produites, la déformation dans la zone d'entrée étant compensée par la relaxation dans la zone de sortie, d'où un palier présent pendant tout le temps où la totalité de la zone de contact est sur le capteur. Lorsque la zone de contact sort du capteur, un courant est produit dans l'autre sens et l'intégrale diminue.

La durée attendue du plateau est de l'ordre de 1.5s (largeur du capteur moins largeur de la zone de contact) et le temps total du signal est de l'ordre de 2.5s (largeur du capteur plus largeur de la zone de contact). Les temps caractéristiques sont qualitativement relevés par ailleurs, ce qui permet de valider les observations. Le courant de retour est insuffisant, probablement à cause de charges parasites produites par le frottement des conducteurs électriques sur les cylindres de la calandre après le passage de l'échantillon dans l'entrefer, phénomène observé lors de mesures de mise au point. Les montées et descentes sont très linéaires (coefficient de corrélation de l'ordre de 0.98).

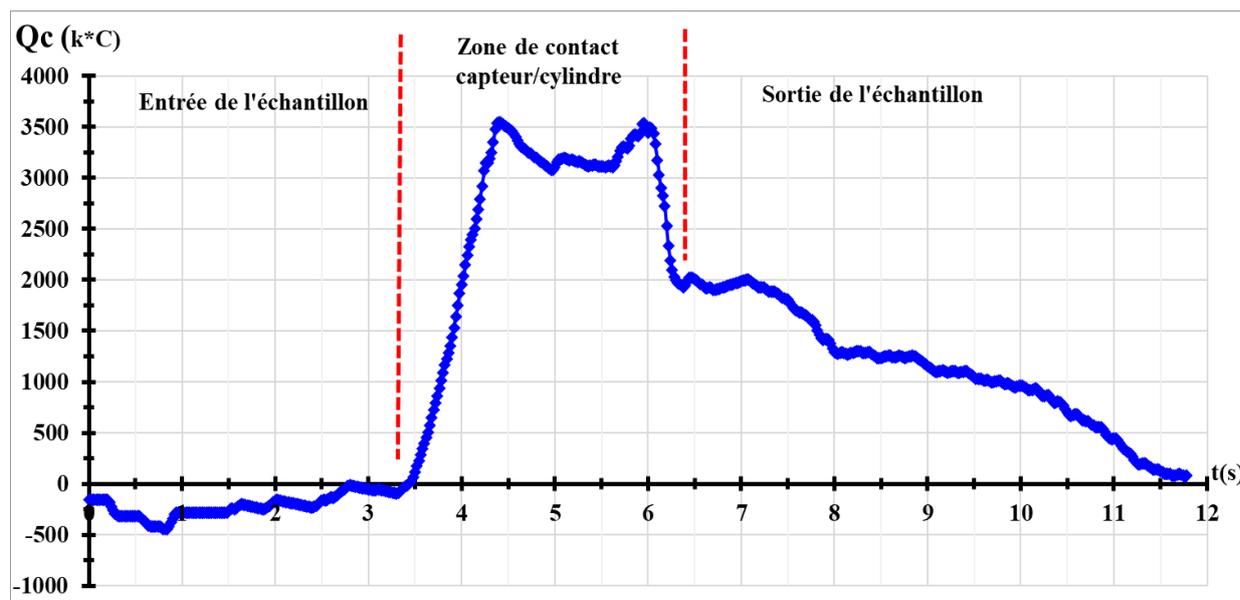


Fig 5- 3 : Profil de pression/tension enregistré pour un capteur large au cours du laminage

La figure 5-4 montre les résultats obtenus lors du passage d'une plaque de résine équipée d'un **capteur piézoélectrique de largeur moyenne** qui est égale à la longueur de contact, dans la calandre. Les paramètres de cet essai sont donnés par le tableau 5-2.

La vitesse de rotation est fixée à $\omega=1 \text{ tr.min}^{-1}$, soit environ 10mm.s^{-1} en vitesse périphérique. Les dimensions de cette plaque sont : $20 \times 50 \times 3,2 \text{ mm}^3$. La longueur de la zone de contact est comprise entre 12,5 et 15 mm, soit un temps de contact d'un point de la surface de l'échantillon avec la calandre de l'ordre de 1.2 s.

Tableau 5- 2 : Paramètres du laminage de la résine

$\omega = 1 \text{ tr.mn}^{-1}$	$e_{p\text{initiale}} = 3,2 \text{ mm}$	$r = 10\%$
$T_{\text{comp}} = 87^\circ\text{C}$	$T_{\text{calandre}} = 104^\circ\text{C}$	

Nous remarquons que la courbe de charge produite, Q_c , en fonction du temps possède également trois zones. La 1^{ère} zone correspond à l'entrée de la résine entre les cylindres de la calandre. Le bruit de mesures observé dans cette zone pourrait être dû à la déformation de l'échantillon au début de son laminage.

A son entrée dans la zone de contact (2^{ème} zone), la déformation du capteur augmente jusqu'à ce que la totalité de la zone de contact soit sur le capteur. L'augmentation de la déformation et de la surface déformée produit de plus en plus de charges jusqu'à elle atteigne son maximum au point neutre. Lorsque la zone de contact sort du capteur (3^{ème} zone), un courant est produit dans l'autre sens et l'intégrale diminue jusqu'au déchargement total du capteur (Q_c tend vers 0).

Le temps du contact du capteur avec les cylindres est de l'ordre de 2,2s qui est quasiment égal au temps total du signal calculé.

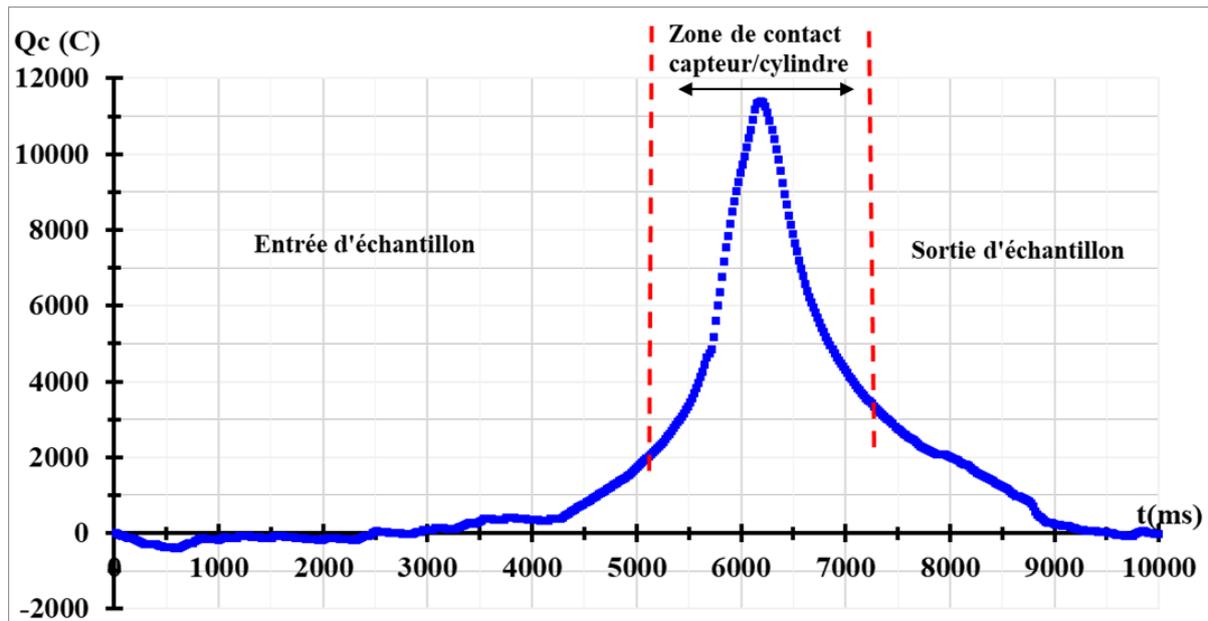


Fig 5- 4 : Profil de pression/tension enregistré pour un capteur large au cours du laminage

- Validation des modèles mécaniques

La validation de la modélisation mécanique réalisée dans le chapitre IV, sera faite, en comparant les profils des contraintes obtenus par la simulation numérique et le capteur piézoélectrique de largeur moyenne.

La figure 5-5 montre le résultat de la comparaison du profil de la pression appliquée par la calandre sur la résine, obtenu par le modèle hydrodynamique et par le capteur.

Chaque courbe de la figure 5-5 est divisée par sa valeur maximale. Nous allons travailler ainsi avec des courbes normalisées car le capteur piézoélectrique a donné des valeurs sous estimées de la contrainte du laminage. Ainsi, les rapports : $Q_c/Q_{c_{max}}$ pour le capteur large et $\sigma_y/\sigma_{y_{max}}$ pour le modèle hydrodynamique, sont présentés dans cette figure par (Y/Y_{max}) , afin de mieux comparer les résultats numériques aux expérimentaux.

La courbe de contrainte obtenue par le modèle hydrodynamique a été intégrée sur la longueur de contact, en utilisant la méthode de moyenne glissante. Puis elle est normalisée.

Nous remarquons que les deux courbes ont le même profil de pression qui a une forme conique. La courbe du capteur moyen (courbe en bleu) et du modèle hydrodynamique (courbe en rouge). Ainsi, nous pouvons conclure que le modèle hydrodynamique permet de décrire le profil de contrainte du laminage réellement appliquée à la résine.

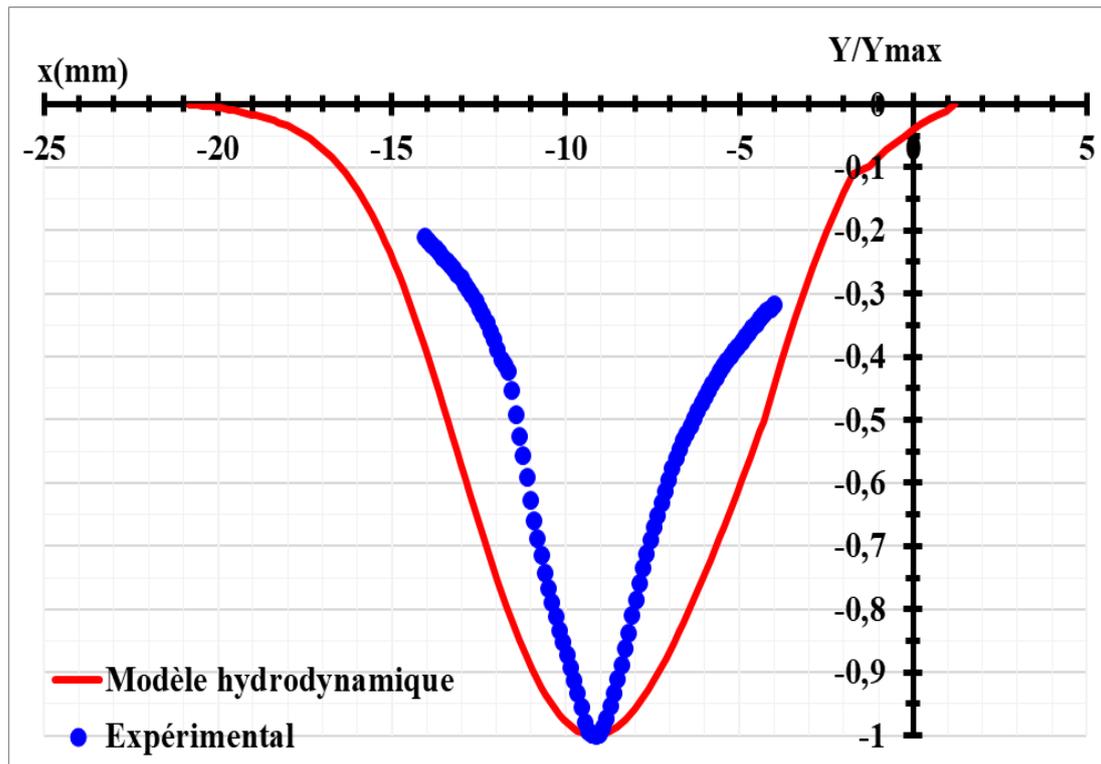


Fig 5- 5 : Comparaison du profil de pression obtenu par le modèle hydrodynamique et l'expérimental

V.3- Mesures thermiques et validation du modèle thermique

V.3.1- Protocole expérimental des essais thermiques

Les essais thermiques du laminage du composite LU1 et de sa matrice ont été faits à différentes températures, en respectant la plage de la température choisie précédemment (80°C-100°C) pour ne pas les abimer en dépassant leur plage de déformation.

Les mesures thermiques effectuées lors du laminage du composite et de sa matrice ont été réalisées dans la plage de température 80-100 °C, dans laquelle la déformation à la rupture du composite est maximale. Ce choix permet de minimiser les risques d'endommagement du matériau.

Ces essais sont assurés par des thermocouples de type K de diamètre $d=125 \mu\text{m}$, qui ont été ainsi insérés dans des échantillons en composite LU1 et en résine polyester pure, réticulée, afin de mesurer, en fonction du temps, les températures à différentes distances de la surface.

Les thermocouples de ces essais thermiques sont insérés dans le composite et la résine lors de leur fabrication. En effet, dans le cas des thermocouples au cœur de la résine, on fabrique une plaque d'épaisseur égale à la moitié de son épaisseur finale. On la laisse réticuler une demi réticulation (elle reste collante). Le thermocouple est alors posé à la surface de cette plaque puis on rajoute de la résine jusqu'à l'obtention de l'épaisseur finale désirée.

Pour les thermocouples qui sont posés à la surface de la résine, on fabrique une plaque en résine avec l'épaisseur désirée puis on pose le thermocouple à la surface en appliquant une légère pression parce qu'ils sont rigides.

Dans le cas de composite, on pose ses plis avec la résine dans l'ordre précisé au chapitre II. Lorsqu'on arrive à la moitié du nombre de couches c'est-à-dire entre la dernière couche du mat 300 g.m⁻² et la première couche du mat 450 g.m⁻², on pose le thermocouple.

Pour les thermocouples à la surface, on le pose de la même façon que pour la résine.

La figure 5-6 montre quelques exemples d'échantillons de résine et de composite qui sont équipés soit avec deux thermocouples (aux extrémités ou au centre et à la paroi ou au milieu).

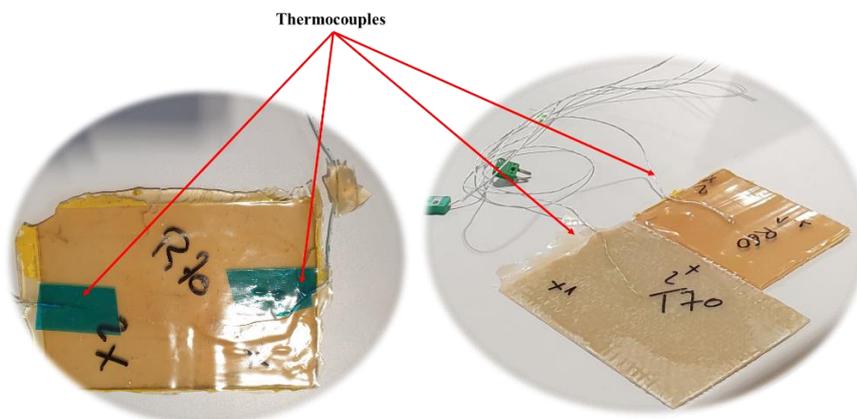


Fig 5- 6 : Exemples d'instrumentation par thermocouples des pièces composites et résines

Le protocole de ces essais, en utilisant le système présenté sur la figure 5-7, est le suivant :

- (1) chauffage de la calandre à T_c et les échantillons à T_i dans l'étuve).
- (2) passage des échantillons chauffés à la température souhaitée dans la calandre, en enregistrant simultanément leurs températures et la température des cylindres.

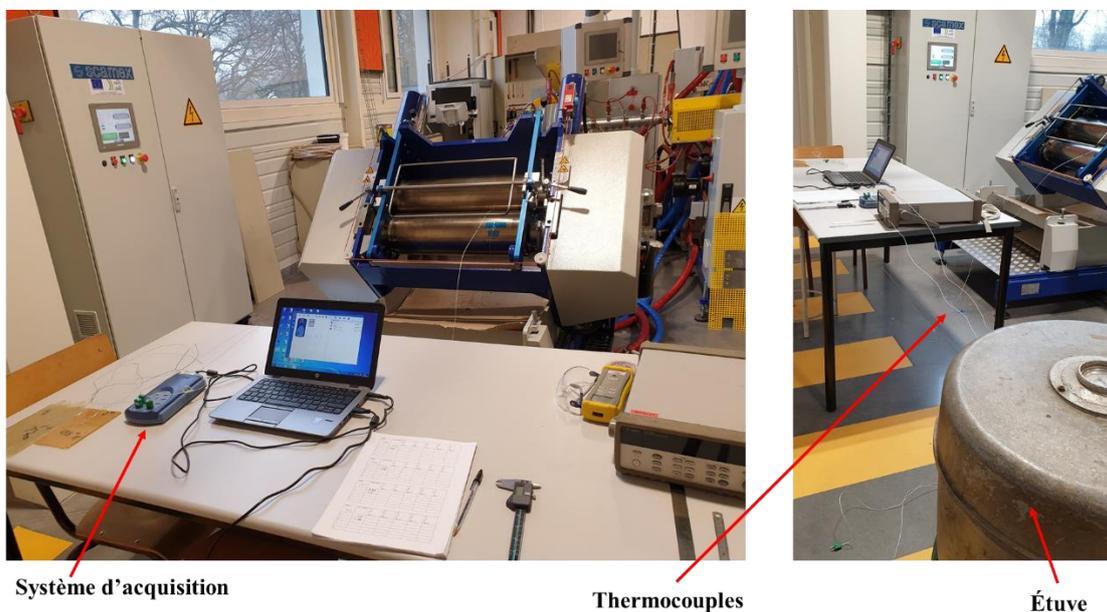


Fig 5- 7 : Système du laminage

Concernant la température des essais de laminage, le tableau 5-3 présente les températures des essais thermiques pour le composite et sa matrice. Nous allons travailler avec un système isotherme et non isotherme pour le composite et la résine.

Des essais du laminage non isotherme du composite à une température proche de leurs T_g auront lieu également afin de traiter l'effet de cette phase de transition sur le calandrage.

La température de la calandre est quasiment constante au cours des essais du laminage du composite et de la résine polyester. Ainsi, la valeur donnée de cette température est celle de la calandre $\pm 0,7^\circ\text{C}$.

Tableau 5- 3 : Protocole des essais thermiques de laminage du composite et sa matrice

Essai	Matériau	T _{éprouvette} (°C)	T _{calandre} (°C)
Non isotherme	Composite	80	Comprise entre 95 et 104
	Résine		
Isotherme	Composite	80	80
	Résine		

V.3.2- Résultats thermiques et validation du modèle thermique pour la résine

- Résultats obtenus avec la résine

Les résultats des essais de laminage de la résine polyester insaturée avec une mesure thermique sont présentés sur les figures 5-8 et 5-9. Les paramètres de cet essai sont dans le tableau 5-4.

Tableau 5- 4 : Paramètres du laminage de la résine

$\omega = 3 \text{ tr.mn}^{-1}$	$e_{p_{\text{initiale}}} = 3,58^{\pm 0.02} \text{ mm}$	$r = 7,8\%$
$T_{\text{comp}} = 85^\circ\text{C}$	$T_{\text{calandre}} = 95^\circ\text{C}$	

La figure 5-8 présente la variation de la température relevée à la surface (courbe en bleu) d'un échantillon de résine polyester lors de son passage dans la calandre, en fonction du temps. Le thermocouple est inséré à **1mm** de la surface de l'échantillon de résine (par rapport au cylindre supérieur). Un relevé de la température des cylindres de la calandre (courbe en violet) y est également présenté. Le thermocouple est positionné à la surface extérieure du cylindre en le collant avec un film résistant à haute température.

On remarque que la température de la calandre est en moyenne à 95°C et la température initiale des échantillons dans l'étuve est 85°C . A la sortie de l'étuve, la température de surface de la résine chute jusqu'à 75°C en 25s en raison du transport de l'éprouvette instrumentée vers la calandre (contact avec l'air). Ensuite elle remonte brutalement jusqu'à 90°C au contact des cylindres à 95°C . Cet échauffement peut être expliqué par la conduction de la chaleur à partir des cylindres, l'augmentation de l'énergie dissipée par la déformation de la résine et le frottement sur le cylindre. Puis, la température de la résine diminue en fonction du temps à sa sortie de la calandre en raison de l'échange radio-convectif avec l'environnement. La mesure

de l'épaisseur finale de l'échantillon après son passage montre qu'elle n'a pas été modifiée ($3,58^{\pm 0,01}$ mm).

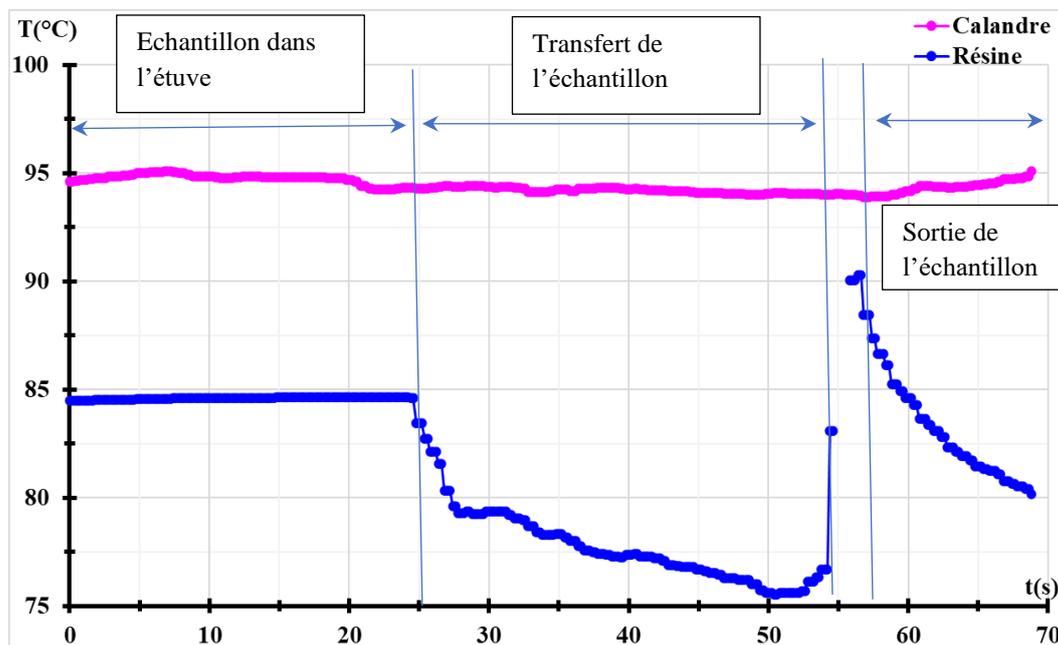


Fig 5- 8 : Relevés de la température à 1mm de la surface de la résine et de la température de surface de la calandre en cours de laminage

Des mesures thermiques lors du laminage de la résine ont été faits avec deux points de mesures (deux thermocouples), en gardant la même température du chauffage et la même vitesse de rotation que le premier essai. L'échantillon de résine est ainsi muni de 2 thermocouples montés aux deux extrémités de la plaque, soit deux points de mesure de la température. Le thermocouple n°1 est en surface (**0,1mm**) et le thermocouple n°2 est à **1,4mm** de la surface de la plaque. Cet échantillon est passé deux fois successivement dans la calandre avec deux réductions d'entrefer différentes. Les réductions de 1^{ère} et de 2^{ème} passe sont respectivement r_1 et r_2 . Les paramètres de cet essai sont détaillés dans le tableau 5-5.

Tableau 5- 5 : Paramètres du laminage de la résine

$\omega = 3 \text{ tr.mn}^{-1}$	$ep_{\text{initiale}} = 4,36^{\pm 0,3} \text{ mm}$	$r_1 = 12\%$
$T_{\text{comp}} = 85^{\circ}\text{C}$	$T_{\text{calandre}} = 102^{\circ}\text{C}$	$r_2 = 17\%$

La figure 5-9 présente les courbes moyennes des points (1) et (2) de deux passes. En effet, l'échantillon de résine est passé deux fois dans la calandre et puisqu'il est équipé de deux thermocouples. Donc, on obtient deux courbes pour chaque thermocouple (ou point). Ainsi, les courbes moyennes obtenues sont la moyenne de la température en chaque point de mesure, de deux passes pour chaque thermocouple. Nous remarquons que le point (1) (courbe en bleu) monte brutalement lors du contact de la résine avec la calandre. La valeur maximale de la température T obtenue lors de 2^{ème} passe ($T=109^{\circ}\text{C}$) est supérieure à celle obtenue au cours de la 1^{ère} passe ($T=106^{\circ}\text{C}$). Cette différence est due à la réduction appliquée. En effet, au cours du

2^{ème} passage, nous avons diminué l'entrefer par rapport au 1^{er} passage. Cette augmentation de la réduction d'entrefer, généré plus de chaleur locale à la zone de contact. Cette chaleur est due probablement à l'énergie dissipée par le frottement et la déformation de la résine, ou à une modification du coefficient d'échange à l'interface cylindre-résine.

Le point (2) (courbe en rouge) a un profil différent de celui qui était obtenu avec le point (1). En effet, la température de la résine monte progressivement jusqu'à sa sortie de la calandre. La température maximale au point (2) lors du 2^{ème} passage est supérieure à celle du 1^{er} passage. En conclusion, la température de la résine dans ces conditions est montée par rapport à sa température initiale, de 25°C à sa surface (soit +6°C plus la Tcalandre) et de 10°C à 1/3 de son épaisseur, lors du contact avec les cylindres. La diffusion de la chaleur conduit à des comportements différents à cœur et en surface, qui sont qualitativement conformes à ce que l'on peut attendre.

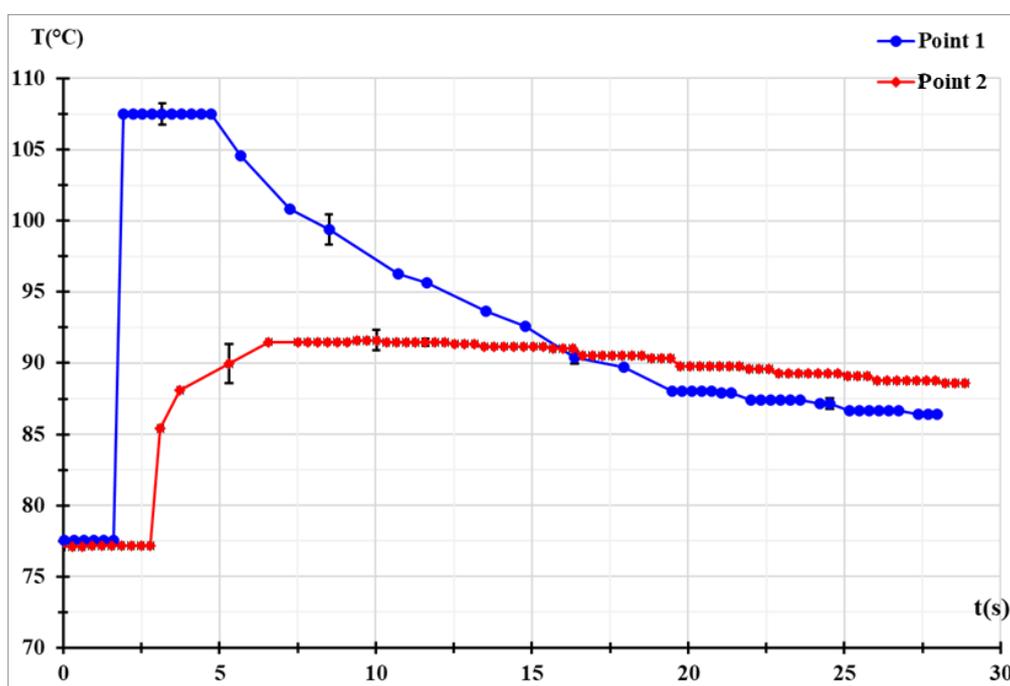


Fig 5- 9 : Mesures de températures de la résine lors de son 2^{ème} et 3^{ème} passage dans la calandre à 104°C

Un test du laminage a été réalisé dans le cas d'un système isotherme à 80°C (calandre chauffée à 80°C et résine chauffée à 80°C), pour étudier l'influence de la température sur la résine. L'échantillon en résine était équipé par un thermocouple à 1,4mm de sa surface. Son épaisseur initiale est égale à 3,5mm. La vitesse de rotation est égale à $\omega=3\text{tr.mn}^{-1}$.

Lors de son passage dans la calandre, la température à cœur de la résine passe de 80,2°C à 82,2°C en 2s. Puis elle chute à sa sortie. Donc, on peut dire que dans un système isotherme à 80°C, la température de la résine polyester augmente de 2°C au cœur. Cette montée est principalement due au transfert de chaleur conductif lié à la déformation de la résine.

- Validation du modèle thermique pour la résine

La validation du modèle de la méthode de différences finies sera faite en deux étapes. La première étape consiste à comparer le profil de la température au cœur de la résine et la 2^{ème} étape permet de comparer la température obtenue à la surface de la résine numériquement et expérimentalement.

Nous considérons pour la 1^{ère} étape le laminage d'un échantillon en résine équipé d'un thermocouple à **0,3mm** de sa surface. Les paramètres de son laminage sont décrits dans le tableau 5-6. Les mêmes paramètres sont utilisés pour la méthode des différences finies.

Tableau 5- 6 : Paramètres de la plaque en résine à laminier

$\omega=1 \text{ tr.mn}^{-1}$	$ep=4,06^{\pm 0,07} \text{ mm}$
$T_{\text{comp}}=87^{\circ}\text{C}$	$r=3\%$
$T_{\text{calandre}}=100^{\circ}\text{C}$	

La figure 5-10 montre la comparaison des résultats numériques (courbe en bleu) et expérimentaux (courbe en rouge). On remarque que l'expérimental correspond très bien à la courbe issue de la modélisation analytique de la position à **0,3mm** sous la surface. Nous notons que les deux courbes sont superposées lors du refroidissement.

Au contact avec la calandre, les deux courbes ont le même profil avec un écart moyen de 0,8°C.

Les mêmes paramètres de laminage (tableau 5-6) sont utilisés pour la 2^{ème} étape de cette validation mais avec un thermocouple posé à la surface de l'échantillon. Il est trouvé que le modèle numérique correspond au résultat expérimental avec un écart moyen 0,5°C. En conclusion, la méthode de différences finies donne des résultats correspondants à l'expérimental. Elle permet ainsi de modéliser thermiquement le laminage de la résine.

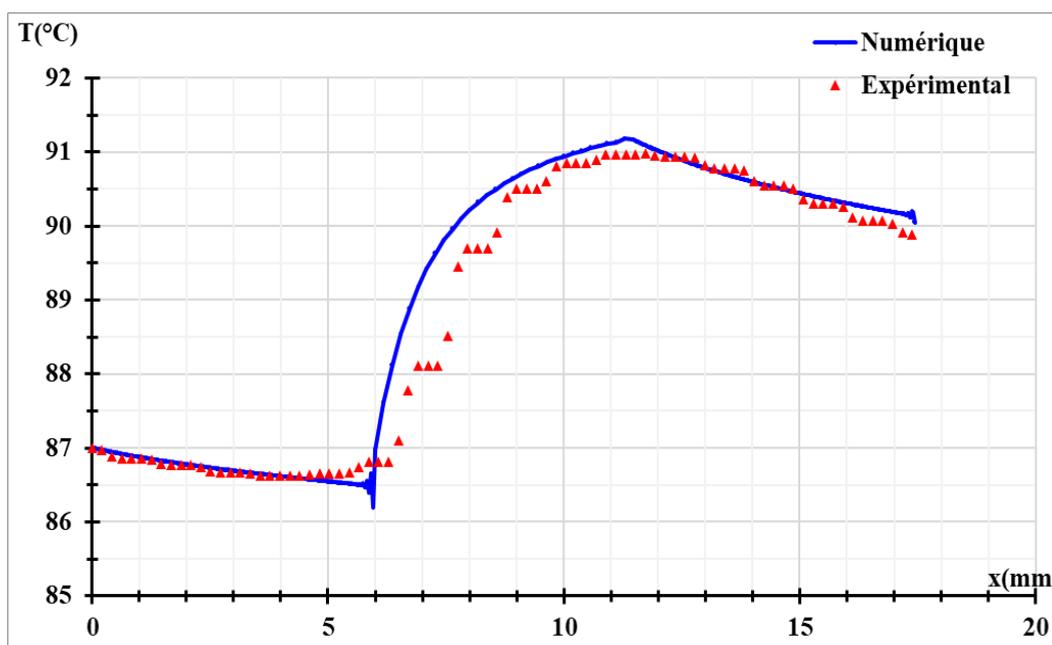


Fig 5- 10 : Comparaison des températures obtenues expérimentalement avec celles issues du modèle analytique pour la résine

V.3.3- Résultats thermiques et validation du modèle thermique pour le composite

- Résultats obtenus avec le composite

Les résultats des tests thermiques du laminage d'un échantillon en composite LU1 sont présentés sur les figures 5-11 et 5-12 dans le cas d'un système non isotherme.

Les conditions de ce test sont détaillées dans le tableau 5-7. Le thermocouple est inséré à **1,5mm** de la surface du composite.

Tableau 5- 7 : Paramètres de la plaque en composite à laminier

$\omega=3 \text{ tr.mn}^{-1}$	$ep=3,27^{\pm 0,02} \text{ mm}$
$T_{\text{comp}}=80^{\circ}\text{C}$	$r=15\%$
$T_{\text{calandre}}=104^{\circ}\text{C}$	

La figure 5-11 présente les mesures de la température de la calandre et d'un échantillon en composite LU1 qui est chauffé à 80°C et laminé à 102°C. Au début, les deux courbes de températures, de la calandre (courbe en violet) et du composite (courbe en bleu), sont stabilisées respectivement à 102°C et à 80°C. A sa sortie de l'étuve, la température du composite chute à 76°C. Ensuite elle monte progressivement à 79°C à la suite de son contact avec les cylindres. Puis elle chute à nouveau à sa sortie de la calandre. Ainsi l'échauffement de la température au centre du composite est égal à 3°C par rapport à sa température initiale. Cet échauffement est dû probablement à la dissipation de la chaleur par le frottement et la déformation du composite, transférée par conduction au cœur du composite. (Expliqué en chapitre IV).

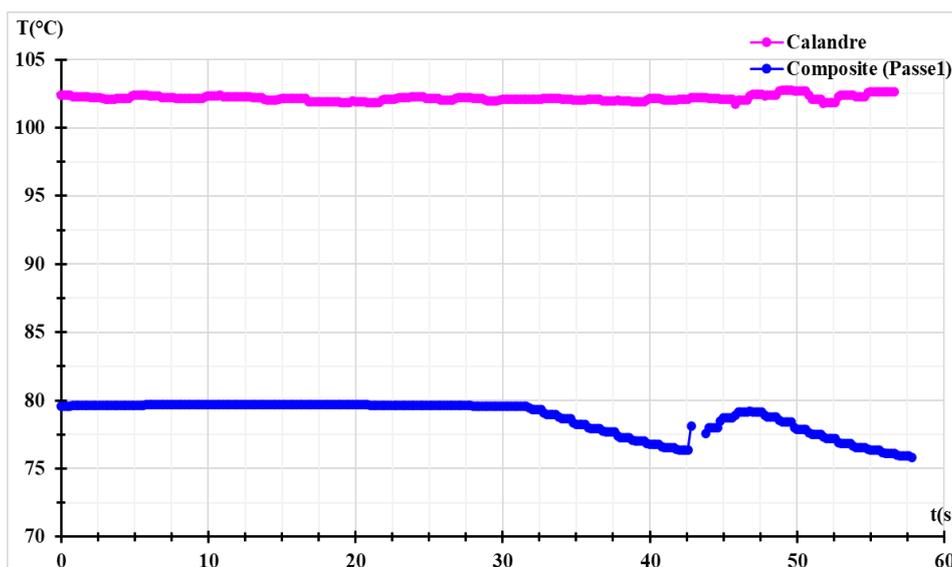


Fig 5- 11 : Mesures des températures du composite et de la calandre lors du premier laminage

Afin de vérifier l'influence de la température initiale de l'échantillon et l'influence de laminages antérieurs, deux autres mesures sont effectuées sur l'échantillon précédent. Les paramètres de réglage de la calandre sont maintenus constants et l'échantillon est étuvé à une température de 83 °C (qui donne 78°C au début du laminage) puis étuvé à 80°C, comme pour le premier passage, (qui conduit à une température initiale de 76,5°C pour le premier essai, la différence est imputable à des variations du temps de transfert entre l'étuve et la calandre).

La figure 5-12 présente les résultats de l'évolution de la température en fonction du temps pour deux passages successifs de cet échantillon avec sa première passe. La température de la 1^{ère} passe est donnée par la courbe en bleu, la 2^{ème} passe est donnée par la courbe en vert et celle de la 3^{ème} passe est donnée par la courbe en rouge. Ces trois courbes commencent à partir de l'introduction du composite dans la calandre. Nous remarquons que les trois courbes de température sont parallèles. La variation de la température initiale de la plaque, à l'échelle de quelques degrés, ne modifie pas suffisamment les propriétés du composite pour observer un effet sur son échauffement à cœur, peut être dominé ici par le transfert conductif depuis les cylindres. Les passages successifs ne modifient pas non plus le comportement thermique.

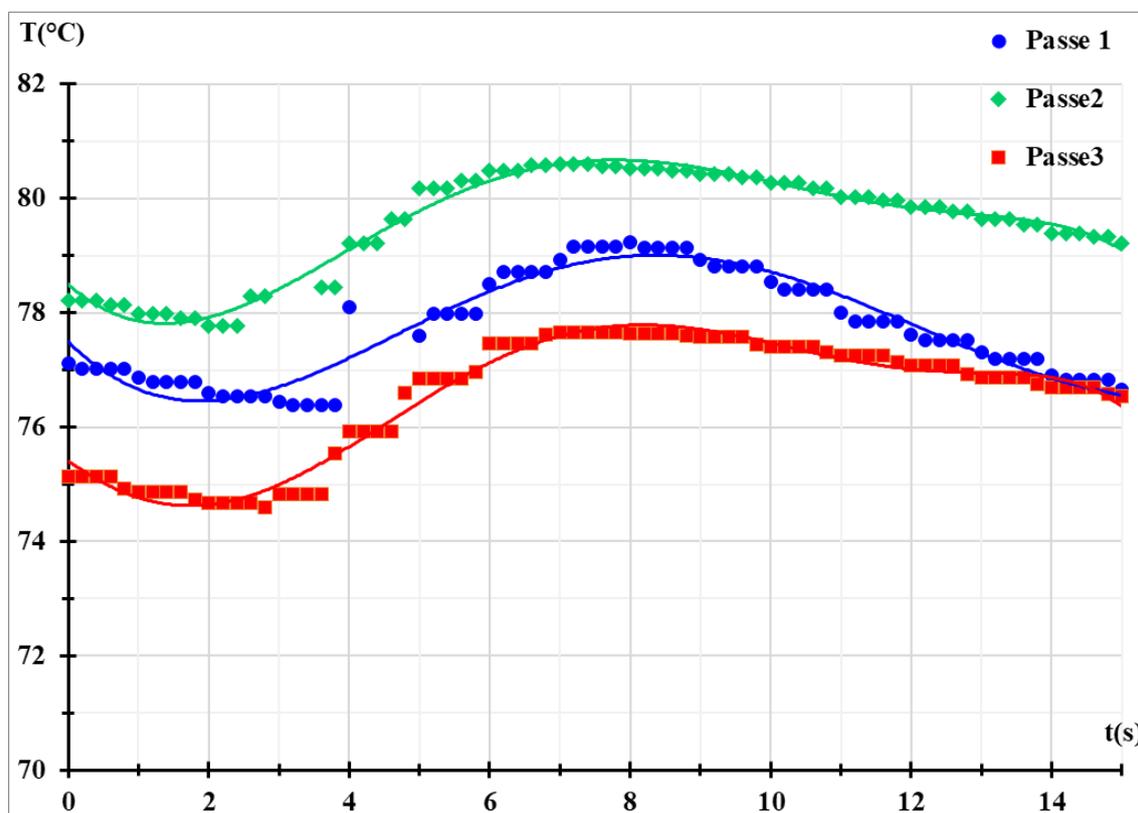


Fig 5- 12 : Mesures de la température au cœur du composite lors des 2^{ème} et 3^{ème} laminages

Les mêmes paramètres de laminage (tableau 5-7) sont utilisés sur un échantillon muni d'un thermocouple situé à **0,2mm** de sa surface. La figure 5-13 présente les températures relevées lors de trois passages successifs obtenues avec quasiment les mêmes températures initiales. Nous remarquons que pour toutes les passes, la température de l'échantillon en composite polyester en fibres de verre a monté globalement de 6°C par rapport à sa température initiale. La reproductibilité est de l'ordre de 0.5°C. Le temps de contact d'un point de la surface du

composite avec le cylindre à cette vitesse de rotation est de l'ordre de 0,4 s, qui est comparable à la durée du palier observé à 85-86°C.

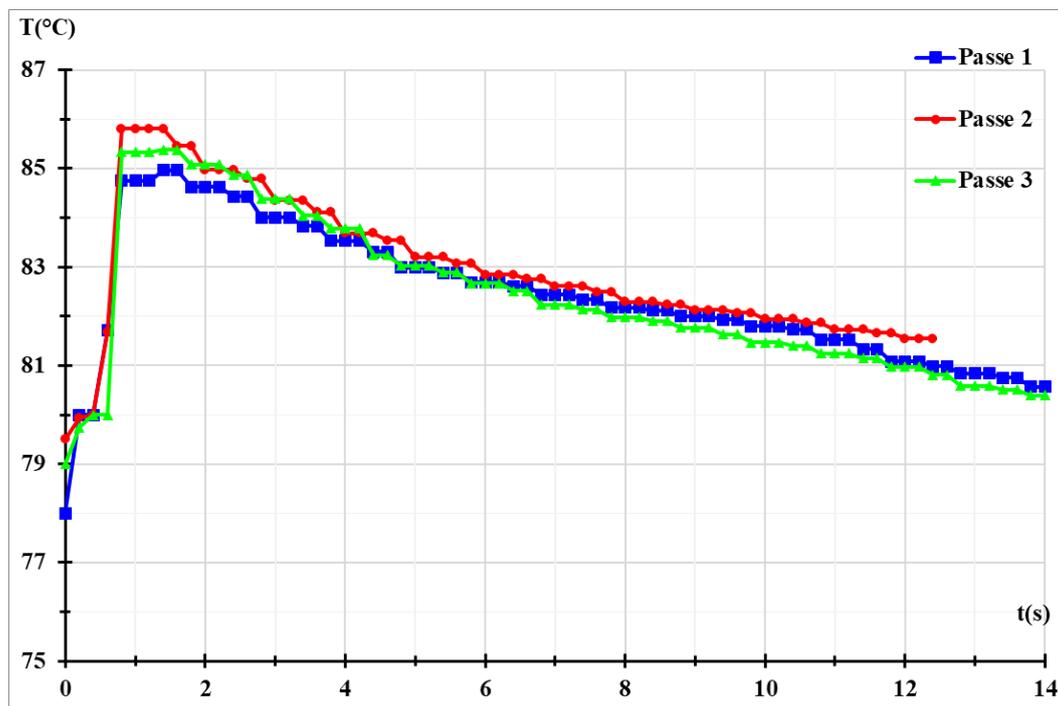


Fig 5- 13 : Relevés de températures lors du laminage à la surface du composite à 80°C

- Validation du modèle thermique pour le composite

Des tests du laminage du composite LU1 ont été réalisés afin de valider le modèle des différences finies pour ce matériau. Les paramètres utilisés sont présentés dans le tableau 5-8.

Tableau 5- 8 : Paramètres du laminage du composite pour le test thermique

$\omega=3\text{tr.mn}^{-1}$	$e_{\text{initiale}}=3,02^{\pm 0,02}\text{mm}$
$T_{\text{comp}}=78^{\circ}\text{C}$	Position du thermocouple = 0,4mm de la surface
$T_{\text{calandre}}=104^{\circ}\text{C}$	$r=7\%$

La figure 5-14 montre que les deux courbes de température calculée numériquement (courbe en bleu) et expérimentale (courbe en rouge), suivent le même chemin avec un écart moyen de 0,3°C. Ainsi, le modèle de la méthode de différences finies permet de décrire le champ de la température à l'intérieur du composite LU1.

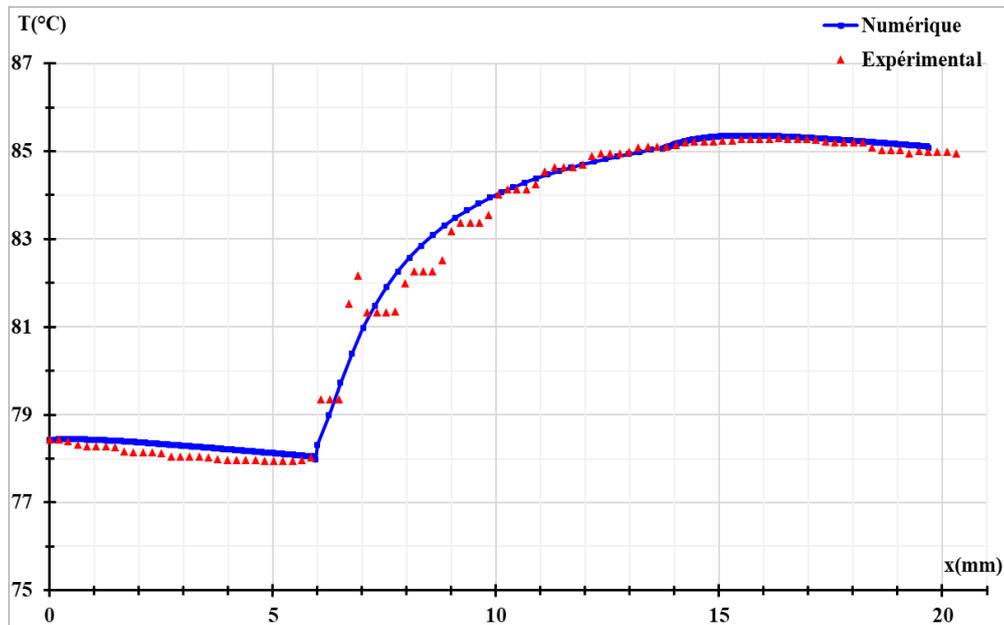


Fig 5- 14 : Courbes de température numérique et expérimentale à 0,4mm de la surface du composite lors de son laminage

Un échantillon de composite muni d'un thermocouple en surface est laminé dans les mêmes conditions (tableau 5-8).

La figure 5-15 montre que la courbe de la température calculée (courbe en bleu) suit au début la courbe obtenue par le thermocouple (courbe en rouge) jusqu'à l'entrée dans la calandre. A ce point, les courbes montent brutalement jusqu'à la température maximale, $T=107^{\circ}\text{C}$. La courbe de la température obtenue expérimentalement possède deux pics correspondant à 110°C et à 107°C . Ce sont des biais de mesures dus à l'écrasement du thermocouple lors de son passage dans la calandre.

En conclusion, le modèle de méthode des différences finies donne des bons résultats de la variation de la température du composite de la surface au cœur, en comparant à l'expérimental. Donc, la méthode de différences finies permet de modéliser le profil de la température du composite et sa matrice lors de leur laminage : modèle thermique validé.

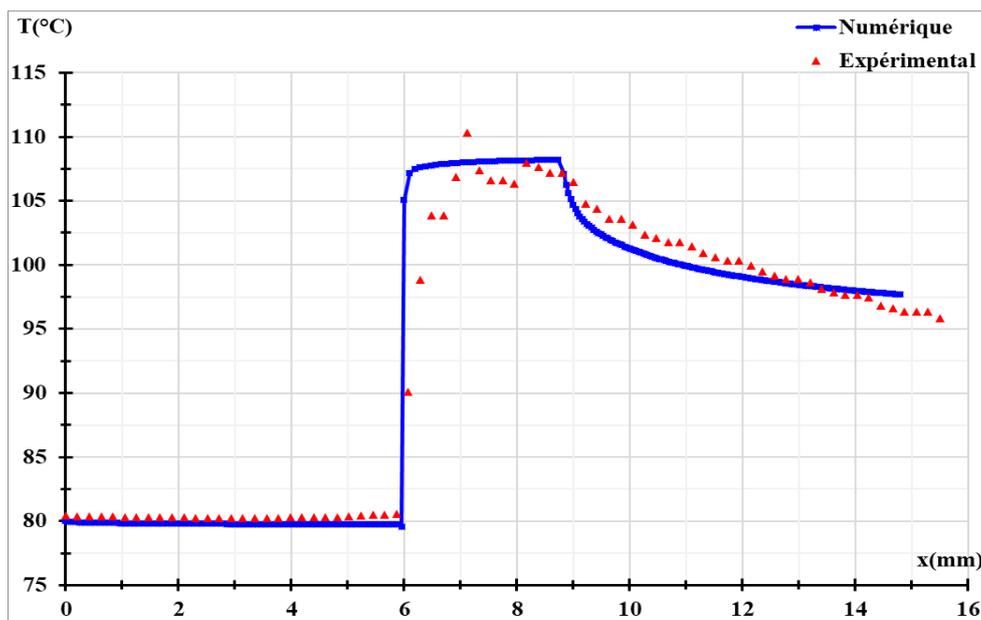


Fig 5- 15 : Courbes de température numérique et expérimentale à la surface du composite au contact avec la calandre lors de son laminage

V.4- Evaluation de l’aptitude du composite et de la résine à être déformés et laminés

L’évaluation du laminage du composite et de la résine permet de déterminer son influence sur leurs propriétés mécaniques et traiter sa faisabilité comme étant un procédé de mise en forme dédiée à réduire l’épaisseur des produits et à les mettre en forme.

Les essais réalisés lors de cette partie sont des essais représentatifs du laminage du composite et de sa matrice, neufs et vieillis. Globalement un échantillon par essai.

V.4.1- Evaluation du laminage du composite

En général, le laminage est un procédé de mise en forme permettant de réduire l’épaisseur de la plaque à laminier. Dans ce cas, nous allons appliquer le laminage pour déterminer si le laminage permet de réduire l’épaisseur du composite LU1 ou de le mettre en forme. Pour cela, des tests de laminage ont été réalisés afin de déterminer l’effet du laminage sur le composite et sa matrice, en étudiant leurs comportements mécaniques avant et après leur laminage.

- Comportement mécanique du composite laminé

Le laminage est testé sur des échantillons en composite neufs et vieillis afin de déterminer son influence sur leurs comportements mécaniques. L’évaluation du comportement mécanique est effectuée en flexion trois points à T_{amb} sur la machine de traction INSTRON ® 5566A. La température d’essai est de 20°C et la vitesse de déplacement imposée est égale à 5mm.mn⁻¹.

✓ Composite neuf

Des échantillons en composite sont testés en flexion après leur laminage. Le tableau 5-9 résume leurs paramètres de laminage.

Tableau 5- 9 : Paramètres des échantillons en composite à tester mécaniquement

Echantillon	Epaisseur initiale (mm)	Réduction (%)	Nombre de passes	ω (tr.mm ⁻¹)	T _{comp} (°C)	T _{calandre} (°C)
Ech 1	3,62 ^{±0,16}	10	10	5	85	103
Ech 2	3,41 ^{±0,26}	26	50			
Ech 3	3,68 ^{±15}	17	20			
Ech 4	3,49 ^{±0,36}	18	20			

La figure 5-16 montre les résultats de flexion 3 points de ces différents échantillons laminés. On remarque que le comportement des échantillons 2 à 4 est différent de celui de l'échantillon 1 et du composite neuf. En effet, tous les échantillons possèdent la même partie élastique alors que pour les échantillons 2 à 4, une zone de déformation apparaît de plus en plus lorsque le nombre de passes ou le taux de réduction augmentent. Cette zone peut indiquer un endommagement interne du composite.

D'autre part, la résistance à la flexion diminue avec l'augmentation du nombre de passes. En effet, le laminage avec des dizaines de passes fatigue le composite. Par exemple, la contrainte à la rupture de l'échantillon 2, après 50 passes avec un même taux de réduction de 26%, est égale à $\sigma_{\max}=165\text{MPa}$. Donc, le composite perd à peu près 49% de sa contrainte à la rupture et 20% de sa déformation à la rupture en flexion, après 50 passes à 26% de réduction. Cette chute de la résistance à la flexion peut être expliquée par l'endommagement de l'interface fibre/résine.

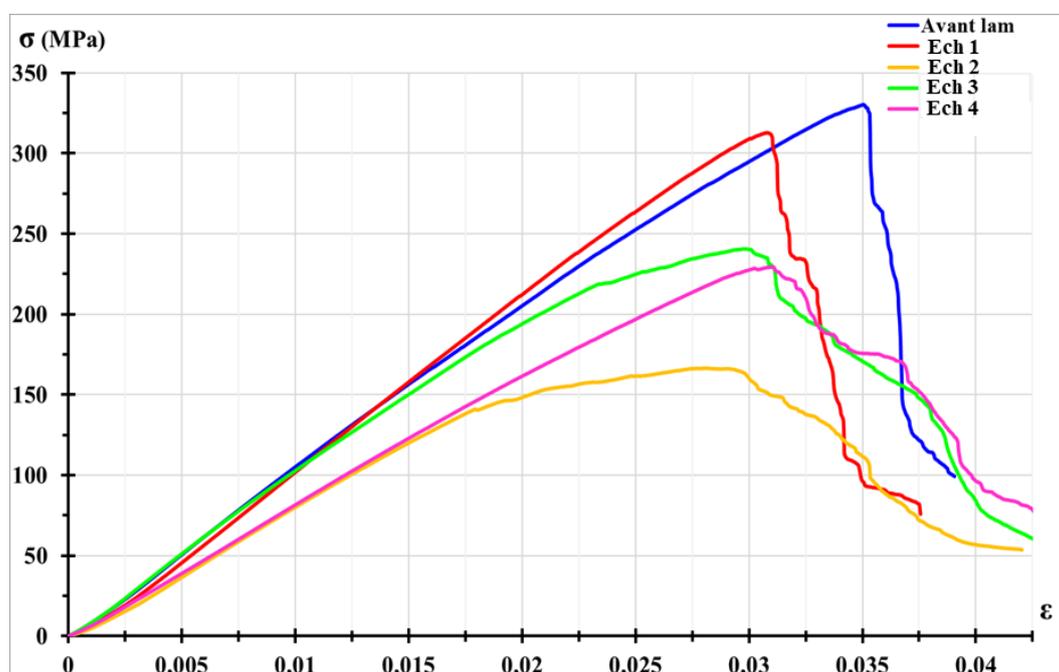


Fig 5- 16 : Essais en flexion 3 points de pièces composites après leur laminage

✓ **Composite vieilli**

Des échantillons en composite chauffés à 80°C préalablement vieillis dans l'eau pendant 2 mois à 80°C et séchés dans l'étuve à 90°C, ont été laminés dans la calandre chauffée à 104°C. Le tableau 5-10 présente les paramètres du laminage de ces échantillons.

Tableau 5- 10 : Paramètres du laminage des échantillons vieillis en composite

Echantillon	Epaisseur initiale (mm)	Réduction (%)	Nombre de passes	Vitesse de rotation (tr.mn ⁻¹)
Ech 1	4,32 ^{±0,12}	9	5	2
Ech 2	4,14 ^{±0,25}			

La figure 5-17 présente les résultats de flexion 3 points de ces échantillons en composite vieillis laminés. On remarque qu'après le laminage, ces échantillons gardent le même comportement mécanique mais ils perdent 12% de leur résistance à la flexion, 5% de leur taux de déformation à la rupture et 4,6% de leur épaisseur après seulement 5 passes avec 9% de la réduction d'épaisseur. Ainsi, le laminage de composite vieilli dégrade ses propriétés mécaniques de 13% avec un taux de réduction de 9% et 5 passes dans la calandre.

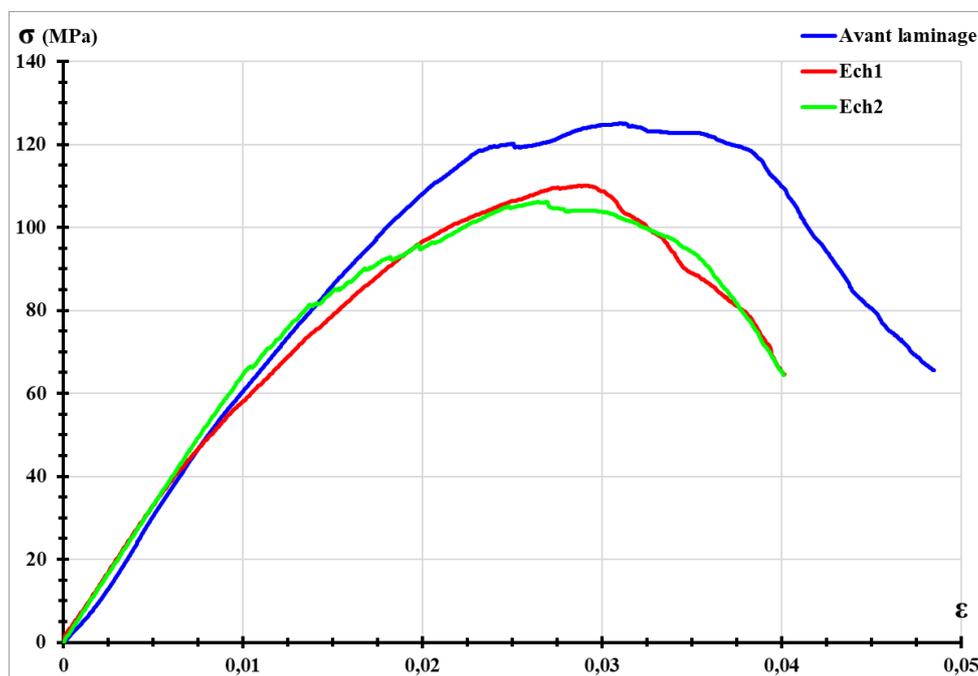


Fig 5- 17 : Essais en flexion 3 points du composite vieilli avant et après son laminage à 80°C

D'autres pièces vieilles en composite sont testées en flexion 3 points sur la machine de traction INSTRON ® 5566A après leur laminage. Le tableau 5-11 les décrit en détail.

La figure 5-18 présente les résultats de la flexion 3 points de ces échantillons. On remarque qu'après 10 passes (éch 1– courbe en vert), le composite perd 7% de sa résistance à la flexion et 34% de sa déformation à la rupture.

Après 20 passes et avec une réduction proche de l'éch 1, l'éch 2 conserve 80% de sa résistance à la rupture et 75% de sa déformation à la rupture. Il est peu différent de l'échantillon 1.

En gardant le même nombre de passe et en doublant la réduction, l'éch 3 perd 32% de sa résistance à la flexion et 14% de sa déformation à la rupture. Donc, on peut conclure que Le taux de réduction d'entrefer a une influence plus importante que le nombre de passes. Des fissures apparaissent à la surface de ces échantillons mais ils n'ont pas cassé.

Tableau 5- 11 : Paramètres de calandrage des échantillons en composite vieillis

Echantillon	Epaisseur initiale (mm)	Réduction (%)		Nombre de passes		Vitesse de rotation (tr.mn ⁻¹)
Ech 1	4,80 ^{±0,08}	7		10		5
Ech 2	4,86 ^{±0,05}	9		20		
Ech 3	4,69 ^{±0,12}	6	20	15	5	

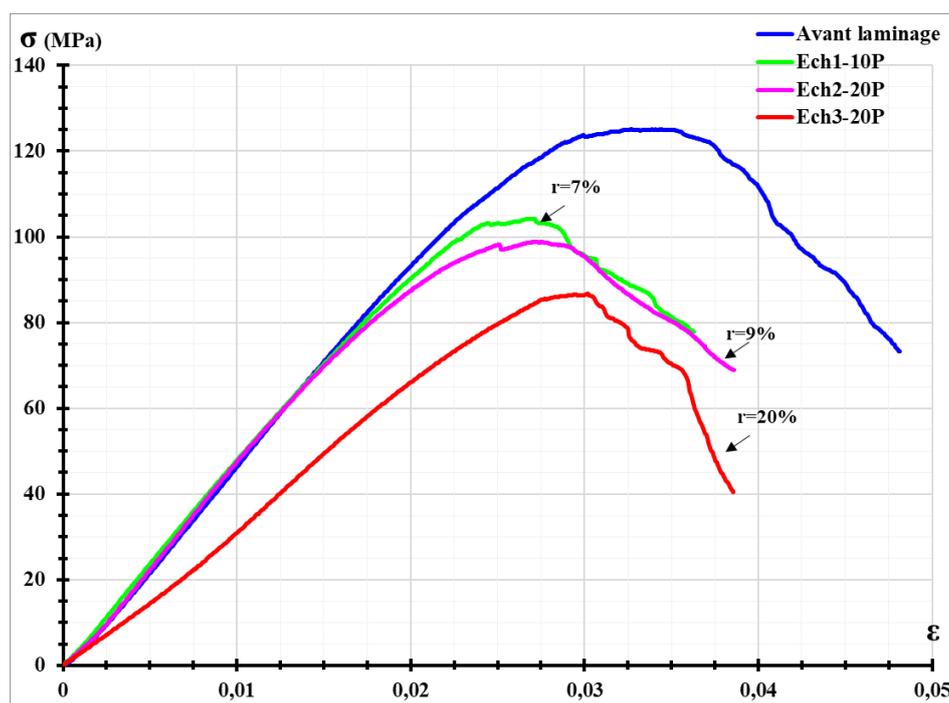


Fig 5- 18 : Essais en flexion 3 points des composites vieillis avant et après leur laminage

- **Evaluation de la réduction de l'épaisseur après laminage**

L'évaluation de la réduction d'épaisseur du composite sera réalisée en changeant à chaque fois un paramètre du laminage qui peut influencer la réduction. Parmi ces paramètres, on peut citer : le taux de réduction (entrefer), la température et la vitesse de rotation.

L'influence de la dimension de l'entrefer est étudiée en laminant une plaque en composite LU1 en imposant toutes les 10 passes, un nouvel entrefer (taux de réduction). Les paramètres de cet essai sont donnés par le tableau 5-12. L'épaisseur est mesurée avec un pied à coulisse en 4 points différents. La position de ces points, leurs épaisseurs initiales ainsi le sens du laminage sont décrits dans la figure 5-19.

Tableau 5- 12 : Paramètres de laminage de la plaque en composite

$\omega=5\text{tr.mn}^{-1}$	$ep_{\text{initiale}}=3,87^{\pm 0,13}\text{mm}$
$T_{\text{comp}}=80^{\circ}\text{C}$	$T_{\text{calandre}}=104^{\circ}\text{C}$

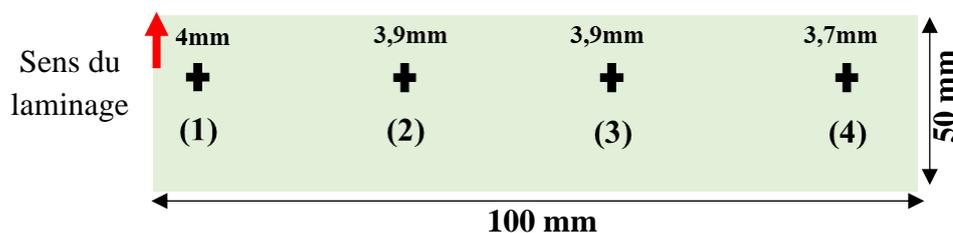


Fig 5- 19 : Exemple du schéma des points sur une pièce composite

La figure 5-20 présente l'évolution de l'épaisseur d'un échantillon en composite LU1, en chaque point de mesures en fonction de nombre de passes dans la calandre. L'entrefer imposé est indiqué pour chacune des mesures. Nous remarquons qu'après 50 passes, seules les épaisseurs des points 2 et 3 (courbe en vert et en bleu) ont diminué de 0,1 mm en comparant à leurs épaisseurs initiales alors que les autres points gardent quasiment les mêmes valeurs d'épaisseur. On note également après 10 passes et 20 passes l'épaisseur en 1, 2 et 3 augmente mais reste dans l'incertitude de mesure.

Après 70 passes, les points 1 et 4 ont perdu 0,04 mm alors que les points 2 et 3 ont perdu 0,12 mm. Cette diminution d'épaisseur n'est pas significative. L'échantillon composite après ces passes est fatigué et abimé en surface.

La figure 5-21 montre des exemples de pièces en composite passées dans la calandre à 80°C après des dizaines de passes. On remarque que les échantillons laminés présentent des fissures aux bords sous formes des rayures dans la direction du laminage. Donc, le laminage du composite neuf à 80°C avec un temps d'application de la contrainte de l'ordre de la seconde ne permet pas de réduire suffisamment son épaisseur même avec des importantes réductions qui peuvent aller jusqu'à 22%.

L'effet de la température sur la réduction d'épaisseur du composite sera déterminé à l'aide des tests de laminage dans une calandre chauffée à 105°C, en utilisant un échantillon en composite neuf chauffé à 100°C. La température de chauffage du composite sera proche de sa température de la transition vitreuse, T_g . Les paramètres utilisés sont détaillés dans le tableau 5-13.

Tableau 5- 13 : Paramètres de laminage de la plaque en composite

$\omega=5\text{tr.mn}^{-1}$	$ep_{\text{initiale}}=3,83^{\pm 0,12}\text{mm}$	r=18%
$T_{\text{comp}}=100^{\circ}\text{C}$	$T_{\text{calandre}}=104^{\circ}\text{C}$	

Les résultats de cet essai montrent que la réduction de l'épaisseur de l'échantillon après 20 passes est de l'ordre de 0,12 mm. Soit une réduction de 3% par rapport à l'épaisseur initiale. Donc, le laminage à la T_g du composite ne permet pas de réduire son épaisseur. Les mêmes tests ont été faits pour le composite LU1 vieilli. Ils donnent les mêmes résultats concernant la réduction de l'épaisseur. Ainsi, l'augmentation de la température du composite, neuf ou vieilli, ne donne pas des réductions importantes de son épaisseur.

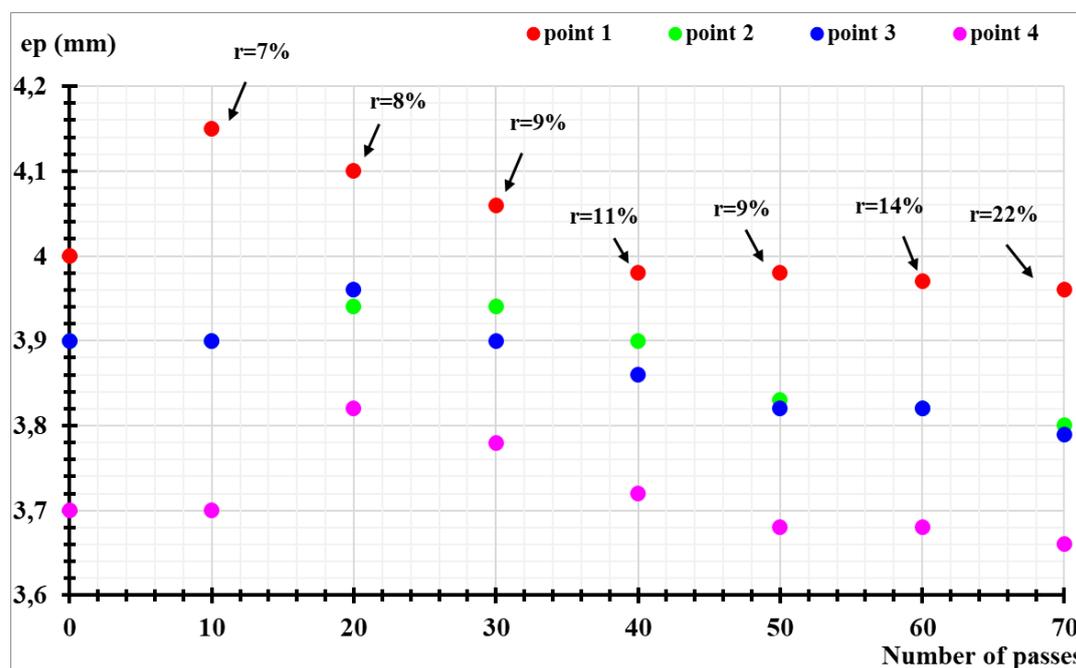


Fig 5- 20 : Evolution de l'épaisseur du composite en fonction de nombre de passes dans la calandre

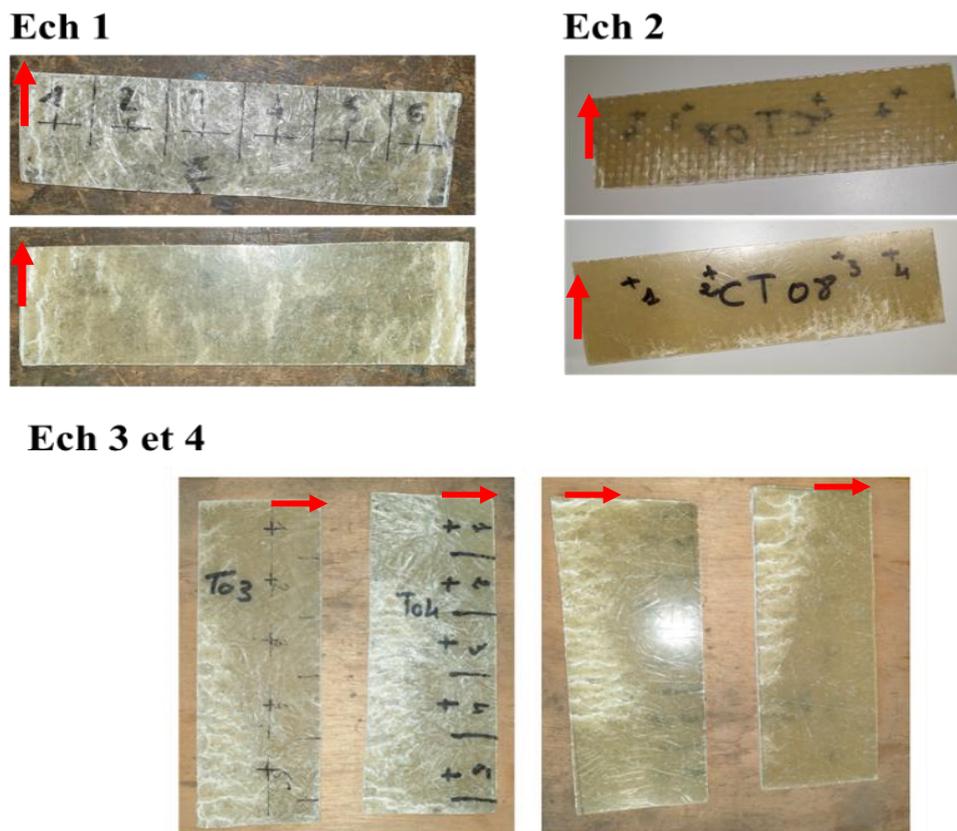


Fig 5- 21 : Photographie des faces des échantillons composite après leur laminage

L'influence de la vitesse de rotation sur la réduction d'épaisseur sera étudiée par un test de laminage du composite neuf. Les paramètres de cet essai sont détaillés dans le tableau 5-14.

Tableau 5- 14 : Paramètres de laminage de la plaque en composite

$r=18\%$	$e_{\text{initiale}}=3,14^{\pm 0,45}\text{mm}$	$\omega 1=5\text{tr.mn}^{-1}$
$T_{\text{comp}}=80^{\circ}\text{C}$	$T_{\text{calandre}}=104^{\circ}\text{C}$	$\omega 2=10\text{tr.mn}^{-1}$

La figure 5-22 présente le résultat de cet essai de laminage avec les deux vitesses de rotation. On remarque qu'après 10 passes avec 5tr.mn^{-1} , les épaisseurs des points 1 et 2 de l'échantillon composite ont diminué de 0,1mm alors que pour le reste des points, l'épaisseur n'a pas changé.

Les 10 passes avec 10tr.mn^{-1} n'ont pas changé les épaisseurs de différents points. Ainsi, l'augmentation de la vitesse de rotation ne possède pas une influence significative sur la réduction de l'épaisseur du composite. D'autres tests de laminage avec les mêmes paramètres ont été réalisés avec une vitesse de rotation de 1tr.mn^{-1} . Les résultats expérimentaux montrent que l'épaisseur du composite n'a pas changé. Ainsi, la vitesse de rotation dans la limite de la calandre qui ne peut pas aller au-dessous de 1tr.mn^{-1} , ne permet pas de réduire l'épaisseur du composite. Cela peut être attribué au caractère viscoélastique du composite qui demande probablement une vitesse de rotation très faible pour arriver à diminuer son épaisseur (voir chapitre II 2.3).

Donc, nous pouvons conclure que le laminage du composite polyester en fibres de verre neuf et vieilli ne donne pas de réductions significatives de son épaisseur, même en modifiant l'entrefer, la température du laminage et la vitesse de rotation de la calandre. En effet, le composite s'abîme avant que les conditions ne permettent une diminution d'épaisseur.

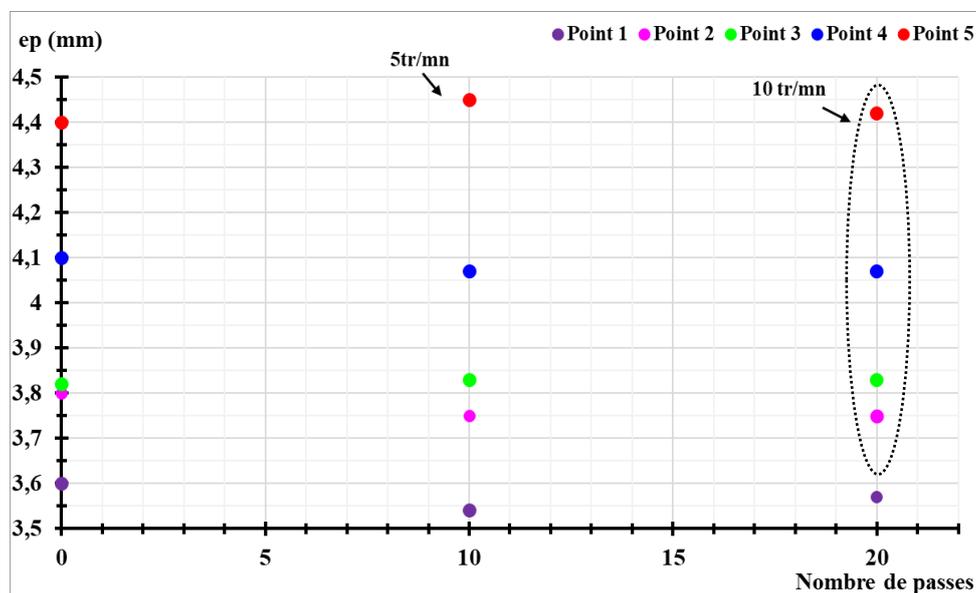


Fig 5- 22 : Evolution de l'épaisseur du composite en fonction de nombre de passes à 120°C

- Evaluation de la mise en forme du composite par laminage à chaud

L'évaluation de la mise en forme de composite par laminage à chaud sera faite en utilisant les résultats des échantillons qui possèdent une forme simple.

Pour le laminage des échantillons de composite vieilli, on remarque qu'après leur laminage, la flèche de ces échantillons qui était nulle avant leur laminage, passe à 9 mm pour une longueur de 150 mm, après 5 passes dans la calandre. Les échantillons restent plans après le préchauffage. La simple élévation de température n'a pas permis de révéler, par relaxation de la résine, un déséquilibre des contraintes internes résultant de la fabrication. Le passage du composite qui n'a pas été maintenu au contact du cylindre dans l'entrefer, a produit la flèche. Le déséquilibre des contraintes internes provoquant la flexion résulte donc du travail mécanique. La figure 5-23 montre un exemple d'échantillon en composite vieilli, avant et après son laminage. Les mêmes résultats ont été observés dans le cas de composite neuf dont la flèche passe de 0 à 3 mm. Après quelques jours de pose sur une table, ces différents échantillons ont gardé leurs flèches. Cette conservation de forme peut être d'origine viscoélastique ou plastique.

En conclusion, nous pouvons retirer de ces essais que le laminage de composite LU1 neuf et vieilli permet de le gauchir (mettre en forme : courbure).



Fig 5- 23 : Observation du profil d'un Composite vieilli avant et après son laminage à 80°C

Un autre essai du laminage a été réalisé sur une pièce en composite qui a une forme complexe (deux courbures suivant deux directions). Le but de cet essai est de vérifier si le laminage permet d'aplatir une forme complexe d'une pièce en composite formé de mats seulement. La flèche de cette pièce est prise en deux points de son centre (suivant les deux directions) et l'altitude en quatre points aux bords. La figure 5- 24 montre le schéma de ces points. La calandre est ouverte à son maximum (5 mm). Les paramètres de laminage de cette plaque sont donnés par le tableau 5-15.

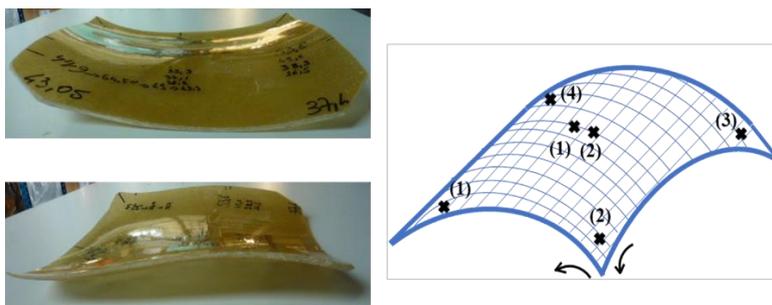


Fig 5- 24 : Exemple du schéma des points sur une pièce composite

Tableau 5- 15 : Paramètres de laminage de la plaque en composite

$\omega=1\text{tr.mn}^{-1}$	$T_{\text{comp}}=80^{\circ}\text{C}$
Nombre de passe =15	$T_{\text{calandre}}=104^{\circ}\text{C}$

Les figures 5-25 et 5-26 présentent l'évolution de la flèche de cette pièce composite en fonction de nombre de passes respectivement en son centre (mesurée à partir du milieu de 2 côtés) et à ses extrémités. On remarque qu'après 15 passes, la flèche au centre de la pièce est diminuée de 1,1mm dans les deux directions (soit une réduction de 3%). Aux bords, l'altitude a diminué en moyenne de $9^{\pm 6}\text{mm}$ (soit une réduction de 20%). Donc, le laminage peut dégauchir le composite qui passe d'une forme complexe à une forme plus plane. Comme mentionné auparavant, le temps de maintien de la déformation est trop faible par rapport aux temps caractéristiques de la matière.

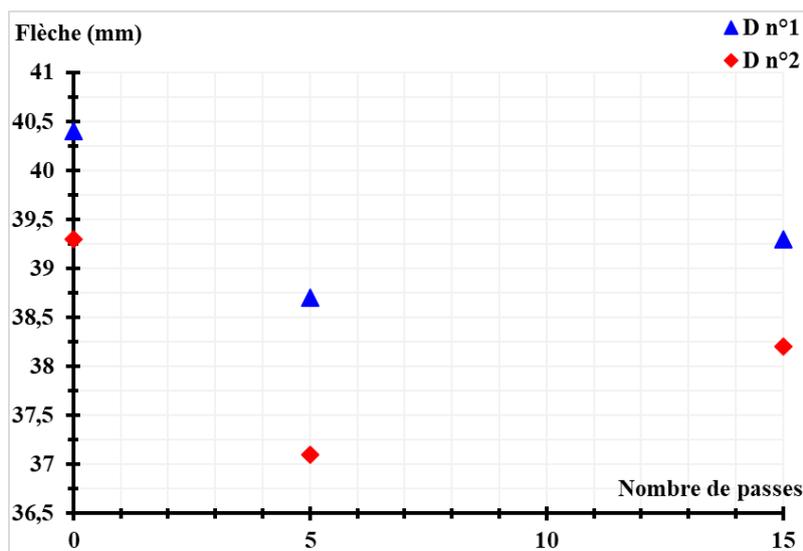


Fig 5- 25 : Evolution de la flèche au centre du composite en fonction de nombres de passes lors de son laminage

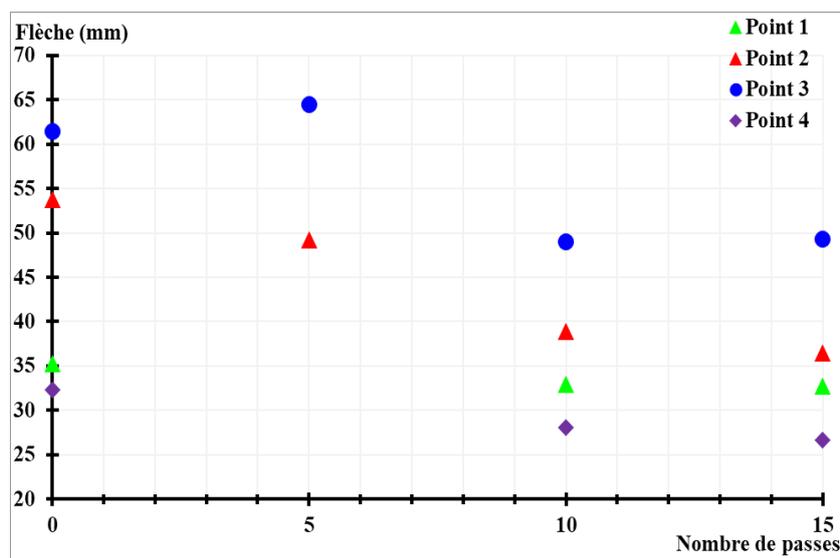


Fig 5- 26 : Evolution de la flèche à les extrémités du composite en fonction de nombres de passes lors de son laminage

Un autre test de deux éprouvettes en composite LU1 a été fait afin de savoir si le composite conserve sa forme après sa mise en forme. Ces éprouvettes sont de dimensions : 150x7,6x3,9 mm³. Leur flèche initiale était inférieure à 0,5 mm, tissu côté convexe.

Une Flexion 4 points de longueur entre appuis extrêmes 140 mm et entre appuis centraux 70mm, a été appliquée à ces éprouvettes mm, en mettant une charge de 20 N par éprouvette (une côté concave et l'autre côté convexe).

On les maintient après à 90°C sous charge pendant 1h. puis, on les refroidit à 30°C sous charge pendant 30 minutes.

Après le refroidissement, la flèche obtenue où la charge appliquée du côté du mat (concave) est égale à 3mm. Ainsi, la flèche initiale a été accrue (éprouvette plus fine que l'autre de 0,1 à 0,2 mm).

La flèche obtenue où la charge appliquée du côté du tissu (convexe) est égale à 2mm. La flèche initiale a été inversée. Au cours de cet essai, aucun endommagement n'a été observé.

Donc la position de tissu quelque soit au centre ou au haut du composite, n'influe pas sa symétrie.

En outre, les rayons de courbure moyens obtenus (évalués sur avec la flèche et la distance entre appuis) sont de l'ordre du mètre.

La forme n'a pas évolué sensiblement en 24 h à la température ambiante. La figure 5-27 montre ces deux éprouvettes après ce test.

Un essai effectué sur deux matériaux composés uniquement de mat et de résine pure, sur une durée de 2 mois, n'a pas montré d'évolution. Après ces deux mois, un réchauffage à 90°C, sans contraintes, redonne presque la géométrie d'origine, d'où l'effet mémoire de forme.



Fig 5- 27 : Eprouvettes en composite après flexion 4 points sous charge à 90°C

V.4.2- Evaluation du laminage de la résine

- Comportement mécanique de la résine laminée

Le comportement mécanique de la résine neuve et vieillie, avant et après laminage est déterminé à l'aide de la flexion 3 points sur la machine de traction INSTRON ® 5566A à la T_{amb} avec une vitesse de déplacement de 5mm.mn^{-1} . Les échantillons de résine sont chauffés à 80°C et passés 5 fois dans la calandre. Leurs paramètres du laminage sont donnés par le tableau 5-16. Pour ces tests, des échantillons de résine neufs et vieillis dans l'eau à 80°C pendant 2 mois, sont laminés.

Tableau 5- 16 : Paramètres de laminage de la plaque en résine

$\omega=2 \text{ tr.mn}^{-1}$	$T_{résine}=80^{\circ}\text{C}$
$r=9\%$	$T_{calandre}=104^{\circ}\text{C}$

✓ Résine neuve

La figure 5-28 présente les résultats de flexion des échantillons en résine avant et après laminage. On remarque que les échantillons en résine laminés (courbe moyenne en rouge) ont perdu en moyenne 43% de leur taux de déformation à la rupture et 46% de leur résistance à la flexion. Ils gardent leur module d'Young (pente à zéro). Ainsi, le laminage à chaud de la résine polyester l'endommage plus que le composite polyester renforcé de fibres de verre.

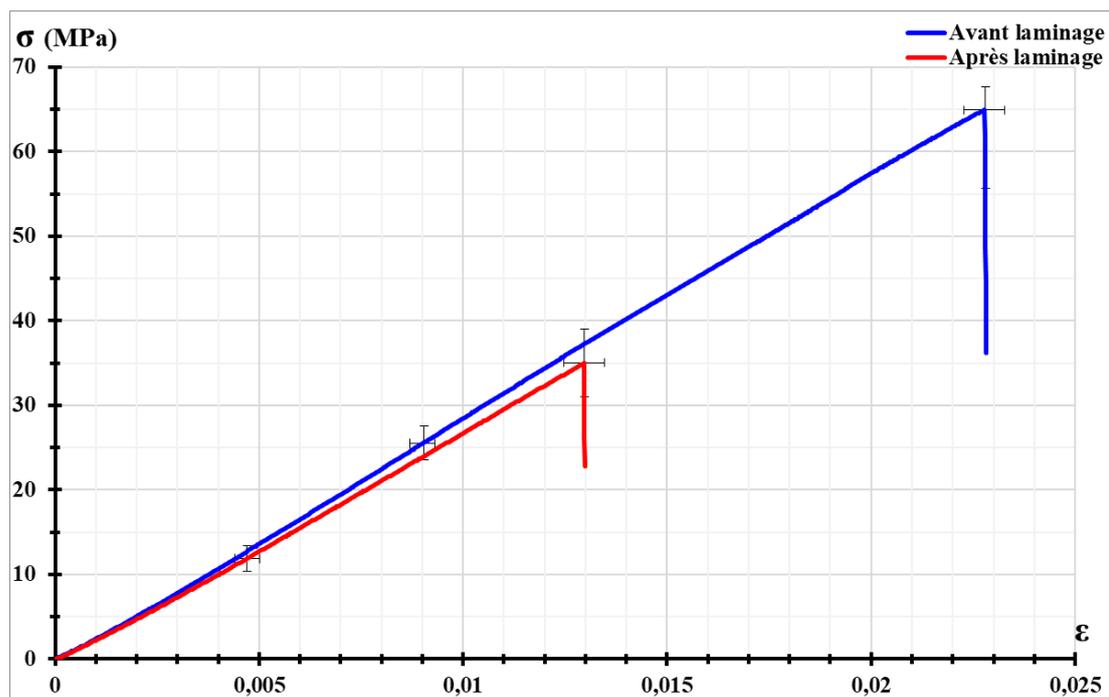


Fig 5- 28 : Flexion de résine neuve avant et après le laminage

✓ **Résine vieillie**

L'évaluation du comportement mécanique de la résine polyester vieillie dans l'eau à 80°C, après son laminage à chaud est assurée par un test de flexion 3 points. Le tableau 5-17 montre les paramètres du laminage.

Tableau 5- 17 : Paramètres de laminage de la plaque en résine

$\omega=1 \text{ tr.mn}^{-1}$	$T_{\text{résine}}=80^{\circ}\text{C}$
$r=9\%$	$T_{\text{calandre}}=104^{\circ}\text{C}$

Les résultats de flexion 3 points de résine vieillie laminée sont présentés dans la figure 5-29. On remarque qu'après le laminage, la résine a perdu 9% de son taux de déformation à la rupture et 53% de sa résistance à la flexion alors que son module en flexion (pente à zéro) est presque égal à celui de la résine non laminée (courbe bleue).

En conclusion, le laminage de la résine polyester, neuve ou vieillie dans les mêmes conditions, dégrade ses propriétés mécaniques plus que le composite LU1. La tendance à la dégradation est plus marquée sur la contrainte à la rupture que sur la déformation à la rupture.

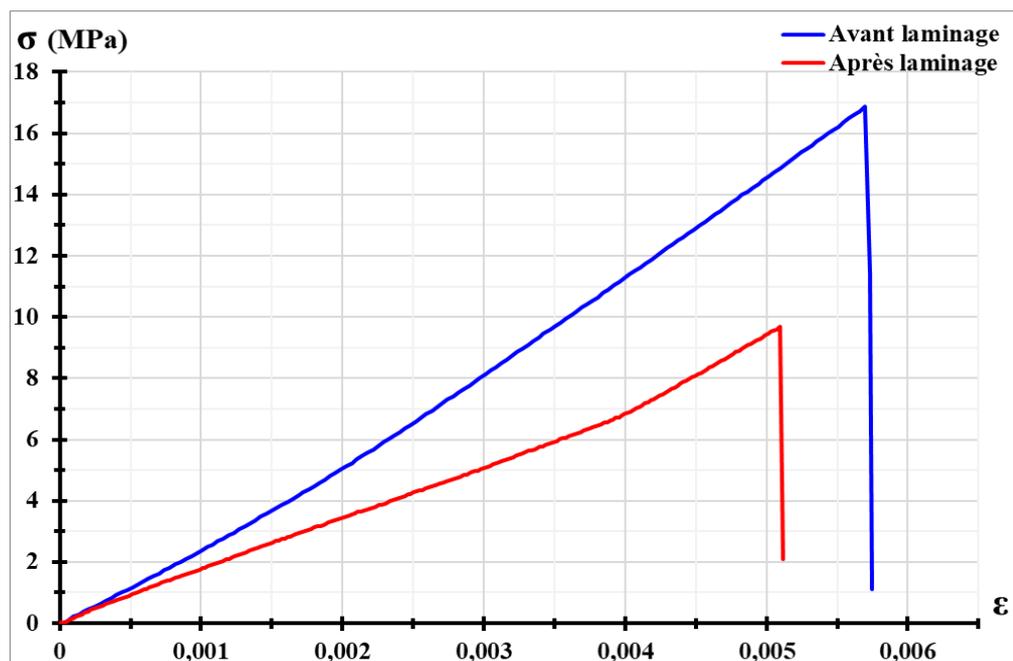


Fig 5- 29 : Flexion de résine neuve avant et après le laminage à 100°C

- Evaluation de la réduction de l'épaisseur après laminage

Des essais laminage de la résine ont été réalisés afin de tester le taux de réduction que l'on peut obtenir avec ce matériau. Pour ce test, quatre points ont été pris sur la plaque de résine à laminer afin de suivre l'évolution de son épaisseur. Les paramètres de son laminage sont présentés dans le tableau 5-18.

Tableau 5- 18 : Paramètres de laminage de la plaque en résine

$\omega=3 \text{ tr.mn}^{-1}$	$T_{\text{résine}}=80^{\circ}\text{C}$
$r=13\%$	$T_{\text{calandre}}=104^{\circ}\text{C}$

La figure 5-30 montre l'évolution de l'épaisseur d'un échantillon en résine en fonction du nombre de passes. On remarque qu'après 25 passes, l'épaisseur mesurée en chaque point à l'incertitude de mesure près, est conservée. On a arrêté ce test à 25 passes car la plaque en résine est cassée aux extrémités comme le montre les photographies sur la figure 5-31. Donc, la réduction de l'épaisseur de la résine dans ces conditions n'a pas été atteinte.

D'autres conditions de laminage qui ont été imposées, tableau 5-19, en changeant la température de laminage et l'entrefer, ont conduit au même constat, le laminage dans les conditions étudiées ne permet pas de réduire l'épaisseur d'une plaque plane.

Tableau 5- 19 : Paramètres de laminage de la plaque en résine

$\omega_1=5 \text{ tr.mn}^{-1}$	$T_{1\text{résine}}=80^{\circ}\text{C}$
$r_1=38\%$	$T_{1\text{calandre}}=104^{\circ}\text{C}$

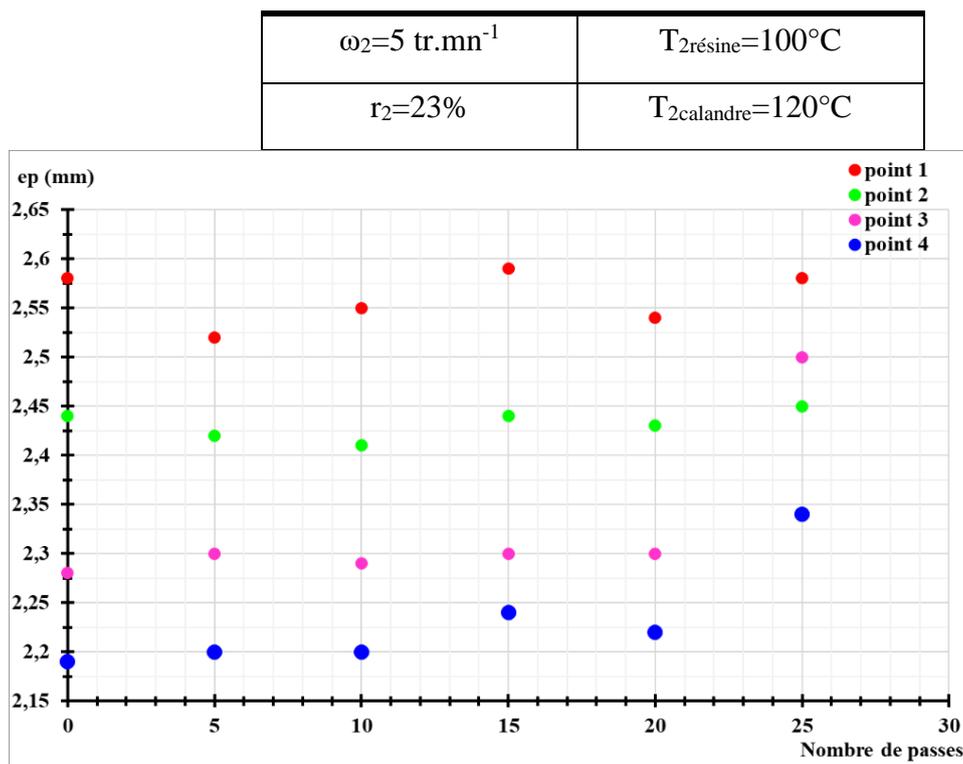


Fig 5- 30 : Evolution de l'épaisseur de la résine à 80°C en fonction du nombre de passes à 3tr.mn⁻¹

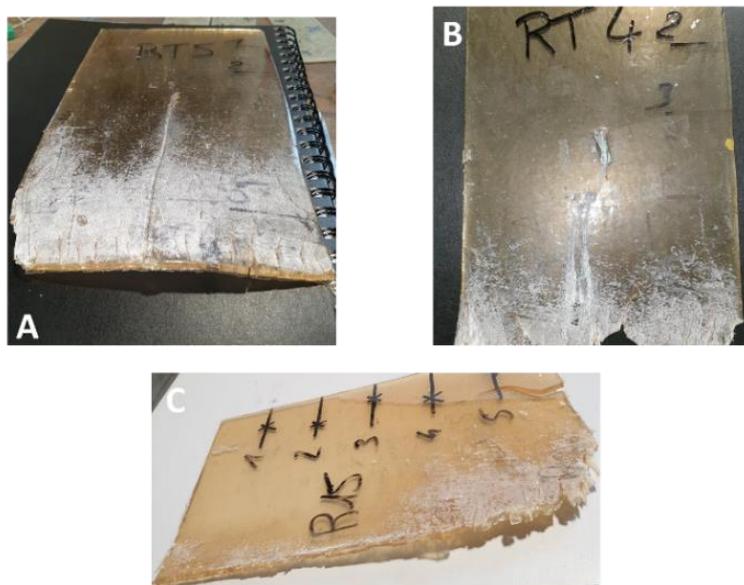


Fig 5- 31 : Echantillons de résine après leur laminage à chaud

- Evaluation de la mise en forme de la résine par laminage à chaud

La mise en forme de la résine polyester par le laminage à chaud a été évaluée en utilisant une plaque de résine qui a déjà une courbure. Son laminage avec les paramètres mentionnés dans le tableau 5-16 permet de modifier sa flèche. En effet, après 3 passes dans la calandre, sa

flèche passe de 1cm à 3cm. La figure 5-32 montre l'évolution de cette flèche avant et après laminage à chaud.

Après quelques jours au repos à température ambiante sa flèche n'a pas changé. Cette conservation de forme peut être d'origine viscoélastique ou plastique.

Finalement, nous pouvons conclure que le laminage à chaud de la résine polyester permet de le mettre en forme (gauchir).



Fig 5- 32 : Plaque en résine avant et après son laminage à 100°C

V.4.3- Exploitation de la déformabilité de la résine et laminage du composite de forme complexe

L'évaluation des performances du laminage du composite LU1 et de sa matrice montre que ce procédé peut mettre en forme ces deux matériaux, les en gauchir ou dégauchir. Mais, il ne garantit pas la réduction de leur épaisseur (redressement). En effet, les performances du laminage à chaud sont liées à la capacité de la résine à se déformer. Cette capacité est pilotée principalement par les deux paramètres que sont la température et la vitesse de déformation. Dans ce travail, un seul paramètre sera étudié qui est la température. Pour cela un test de déformabilité de la résine polyester sera réalisé lors de cette partie afin de déterminer les conditions optimales de son laminage.

Test de déformabilité de la résine :

Le test de déformabilité consiste à mettre une pièce en résine plane dans l'étuve à 90°C, en mettant une charge en son centre pendant 24h, afin de la déformer. La pièce est ensuite amenée à la température ambiante en cinq minutes puis déchargée. La figure 5-33 décrit le protocole de ce test. Ce test a été réalisé pour une plaque en résine neuve et une plaque en résine qui était vieillie à sec en la maintenant pendant un mois à 90°C.

Après avoir appliqué ce test, les différents échantillons sont mis sur une table sans charge pendant 10 h à température ambiante. Ils sont ensuite réchauffés sans charge à 90°C pendant 4h. Les flèches sont mesurées à la fin de chaque étape.

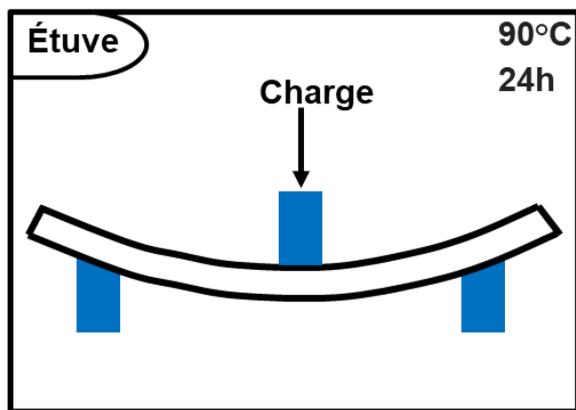


Fig 5- 33 : Protocole d’essai de déformabilité de la résine

Les résultats de cet essai sont donnés par la figure 5-34. La flèche de la résine neuve est identique au début et à la fin de la période de 10 heures à la température ambiante. En réchauffant cette plaque à 90°C pendant 4h, la flèche a perdu 75% de sa valeur initiale. Donc, le chauffage de la résine neuve à 90°C assure un retour fort à sa forme initiale (plane).

La résine vieillie conserve sa flèche après la période de 4 heures à 90°C. Cela est dû au vieillissement hydrolytique qui donne à la résine un caractère plus proche d’un polystyrène thermoplastique et rend la déformation de la résine irréversible (chapitre II). Donc, nous pouvons conclure que le vieillissement à sec ou dans l’eau (hydrolyse) rend la déformation de la résine irréversible. Cela pourrait indiquer la présence d’une petite zone de déformation plastique dans le comportement mécanique de la résine polyester. Ainsi, le vieillissement de la résine permet d’augmenter sa capacité à se déformer à chaud, en minimisant son retour à sa forme initiale.

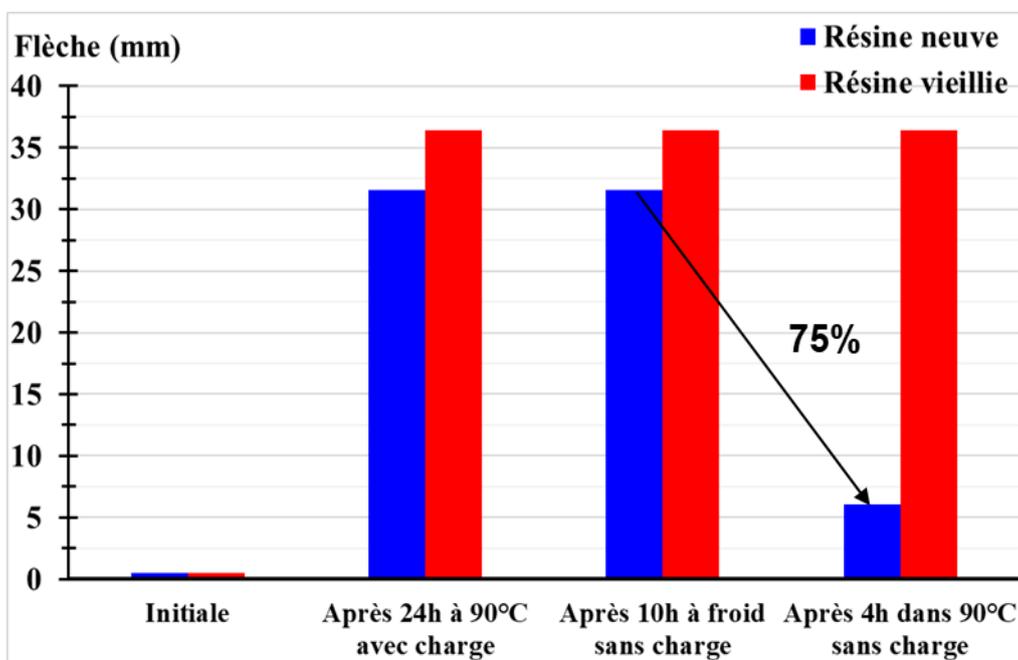


Fig 5- 34 : Résultats du test de déformabilité de la résine

Conclusion

Les essais thermiques de laminage montrent que la température à la surface du composite polyester renforcé de fibres de verre et de sa matrice monte brutalement au contact avec les cylindres de la calandre. Cette montée de température peut aller jusqu'à $+6^{\circ}\text{C}$ pour le composite et $+5^{\circ}\text{C}$ pour la résine polyester insaturée par rapport à la température de la calandre.

Les essais mécaniques et thermiques du laminage du composite permettent de valider les modèles analytiques et numériques utilisés pour la modélisation thermique et mécanique. Il était trouvé que thermiquement la méthode des différences finies donne des bons résultats en présentant le profil réel de la température du composite et de sa matrice. Le modèle mécanique utilisé qui est le modèle hydrodynamique utilisé donne approximativement le même profil de l'effort du laminage du composite et de la résine.

Une évaluation de l'effet du laminage sur le comportement thermomécanique du composite et de sa matrice montre que les composites (respectivement la résine) neuf et vieilli, se dégradent à chaud avec une tendance de perte plus de leur contrainte à la rupture que leur déformation à la rupture.

Le laminage ne donne pas des réductions importantes d'épaisseur du composite LU1 et de la résine polyester mais il aide à les déformer, en les gauchissant en une forme incurvée avec une flèche importante. Cette flèche peut aller jusqu'à 3cm après seulement 3 passes à faible vitesse de rotation (de l'ordre de 2tr.mn^{-1}) et un coefficient de réduction de 10%. Le laminage peut également modifier la flèche du composite inversement, en le redressant (dégauchir). Les mêmes résultats sont trouvés pour le composite vieilli mais avec un taux de déformabilité plus grand car le vieillissement hydrolytique change le comportement du composite et de sa matrice, en rendant leur déformation irréversible.

Références

- [1] M. Kechidi, “Le Marché des matériaux composites Tendances et perspectives des aéro-composites,” <http://revues.univ-tlse2.fr/pum/nacelles>. <http://revues.univ-tlse2.fr/pum/nacelles/index.php?id=919> (accessed Jan. 16, 2021).
- [2] L. Berreur, B. De Maillard, and S. Nösperger, “Etude prospective stratégique sur les matériaux composites.” *L’industrie française des matériaux composites*, 2002. Accessed: Feb. 26, 2020. [Online]. Available: <https://archives.entreprises.gouv.fr/2012/www.industrie.gouv.fr/biblioth/docu/dossiers/sect/pdf/synthese.pdf>
- [3] “Icam : le campus de Nantes en chantier | Région Pays de la Loire.” <https://www.paysdelaloire.fr/mon-conseil-regional/toute-lactu-de-ma-region/les-actualites/icom-le-campus-de-nantes-en-chantier> (accessed Jan. 16, 2021).
- [4] J. Aucher, “Etude comparative du comportement composite à matrice thermoplastique ou thermodurcissable,” *Institut National des Sciences Appliquées de Rouen*, 2009. [Online]. Available: <https://tel.archives-ouvertes.fr/tel-00557897>
- [5] B. Castanié, C. Bouvet, and D. Guedra-Degeorges, “Structures en matériaux composites stratifiés,” *Tech. L’Ingénieur BM5080 V2*, 2013, Accessed: Feb. 26, 2020. [Online]. Available: <https://www.techniques-ingenieur.fr/base-documentaire/mecanique-th7/comportement-mecanique-des-materiaux-42179210/structures-en-materiaux-composites-stratifies-bm5080/>
- [6] J.-M. Berthelot, *Matériaux composites : Comportement mécanique et analyse des structures*. Mans, France: Les Clousures, Chemin des Horts 05290 Vallouise, 2010. Accessed: Feb. 26, 2020. [Online]. Available: <file:///C:/Users/arbina.nouigues/Desktop/mod%C3%A8les%20m%C3%A9caniques%20du%20laminage/Downloads/Composites%20Jean-Marie%20Berthelot.pdf>
- [7] A. Berthereau and E. Dallies, “Fibres de verre de renforcement,” *Tech. L’Ingénieur AM5132 V1*, p. 25, 2008, Accessed: Feb. 26, 2020. [Online]. Available: <https://www.techniques-ingenieur.fr/base-documentaire/materiaux-th11/materiaux-composites-presentation-et-renforts-42142210/fibres-de-verre-de-renforcement-am5132/>
- [8] H. Bouazza, “Recyclage des matériaux composites thermodurcissables à usage naval,” *Université des sciences et de la technologie d’Oran Mohamed Boudiaf*, 2011. Accessed: Jan. 28, 2020. [Online]. Available: http://www.univ-usto.dz/theses_en_ligne/doc_num.php?explnum_id=344
- [9] cetim-ceramat cetim-ceramat, “Composites et recyclage : état de l’art et perspectives.” <https://www.progepi.fr/wp-content/uploads/2017/04/f.-ruch-cetim-ceramat.pdf> (accessed Apr. 08, 2021).

- [10] “Composites et recyclage: état de l’art et perspectives.” Journées promotion Procédés Produits, Cetim Cermat, Nov. 2015. Accessed: Jan. 28, 2020. [Online]. Available: <https://www.progepi.fr/wp-content/uploads/2017/04/f.-ruch-cetim-cermat.pdf>
- [11] “Statistiques mondiales écologiques.” <https://www.planetoscope.com/> (accessed Apr. 08, 2021).
- [12] F. team, “An overview of growth composite indicators,” EU Science Hub - European Commission, Sep. 25, 2017. <https://ec.europa.eu/jrc/en/publication/overview-growth-composite-indicators> (accessed Apr. 08, 2021).
- [13] V. Frerejean, “crecof-guide-du-recyclage-des-composites.pdf.” CReCoF (Comité Recyclage Composites France), 2017. Accessed: Feb. 26, 2020. [Online]. Available: <http://www.agrobiobase.com/sites/default/files/dossiers/fichiers/crecof-guide-du-recyclage-des-composites.pdf>
- [14] “Réglementation déchets : Loi du 15 juillet 1975.” <http://dechetsbtplr.free.fr/texteetreglementation/reglementation.htm> (accessed Apr. 08, 2021).
- [15] G. Oliveux, L.-O. Dandy, and A.-G. Leeke, “Current status of recycling of fibre reinforced polymers: Review of technologies, reuse and resulting properties - ScienceDirect,” *Prog. Mater. Sci.*, vol. 72, pp. 61–99, 2015, Accessed: Jan. 29, 2020. [Online]. Available: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0079642515000316>
- [16] “Recyclage des matériaux composites.” <https://fr.slideshare.net/khawkhitaajellouli/presentation-copo-final> (accessed Feb. 26, 2020).
- [17] Goodship, Management, Recycling and Reuse of Waste Composites - 1st Edition, Vanessa Goodship Elsevier. Elsevier Vanessa Goodship, 2009. Accessed: Jan. 28, 2020. [Online]. Available: <https://www.elsevier.com/books/management-recycling-and-reuse-of-waste-composites/goodship/978-1-84569-462-3>
- [18] G. Oliveux, “Influence des conditions d’hydrolyse sous-critique sur le recyclage des matériaux composites fibres de verre / résine polyester insaturé : influence des conditions et de la structure de la résine sur les cinétiques réactionnelles,” These de doctorat, Nantes, 2012. Accessed: Jan. 25, 2021. [Online]. Available: <http://www.theses.fr/2012NANT2110>
- [19] A. Halloumi, “Modélisation mécanique et thermique du procédé de laminage asymétrique,” École nationale supérieure des mines de Saint-Étienne, 2011. [Online]. Available: <https://tel.archives-ouvertes.fr/tel-00609219/document>
- [20] G. Jacquet, “Etude de la cinétique de recristallisation au cours du laminage à chaud d’aciers inoxydables ferritiques stabilisés,” École nationale supérieure des mines de Saint-Étienne, 2013.

- [21] D. Chevalier, “Contribution à la compréhension du couplage thermomécanique en laminage à chaud sur l’évolution des défauts de coulée,” École nationale supérieure d’arts et métiers, 2016. [Online]. Available: <https://pastel.archives-ouvertes.fr/tel-01548354/document>
- [22] A. Crié, “Caractérisation et lois rhéologiques d’élastomères chargés à basse température pour la simulation du procédé d’extrusion,” phdthesis, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris, 2015. Accessed: Apr. 29, 2021. [Online]. Available: <https://pastel.archives-ouvertes.fr/tel-01201983>
- [23] S. Lukubira and A. Ogale, PROCESSING, MECHANICAL AND MORPHOLOGICAL PROPERTIES OF CALENDERED POLYPROPYLENE-DISCONTINUOUS CARBON FIBER COMPOSITES. 2016.
- [24] J. Wang, Z. Du, and T. Lian, “Extrusion-calendering process of single-polymer composites based on polyethylene,” *Polym. Eng. Sci.*, vol. 58, Feb. 2018, doi: 10.1002/pen.24827.
- [25] A. Jiménez-Suárez, M. Campo, M. Sánchez, C. Romón, and A. Ureña, “Dispersion of carbon nanofibres in a low viscosity resin by calendering process to manufacture multiscale composites by VARIM,” *Compos. Part B Eng.*, vol. 43, no. 8, pp. 3104–3113, Dec. 2012, doi: 10.1016/j.compositesb.2012.04.030.
- [26] “Développement Industrie Plastique, Calandrage.”
- [27] C. P. Hsu and L. J. Lee, “Free-radical crosslinking copolymerization of styrene/unsaturated polyester resins: 1. Phase separation and microgel formation,” *Polymer*, vol. 34, no. 21, pp. 4496–4505, Nov. 1993, doi: 10.1016/0032-3861(93)90156-5.
- [28] A. Zine, “Fatigue multiaxiale des élastomères : vers un critère de dimensionnement unifié,” thesis, Lille 1, 2006. Accessed: Jun. 07, 2019. [Online]. Available: <http://www.theses.fr/2006LIL10057>
- [29] R. Julien, “Comportement mécanique d’élastomères chargés, influence de l’adhésion charge-polymère, influence de la morphologie,” p. 272.
- [30] L. R-P., N. G-E., M. K., B. T., and D. S-C., “Evaluation des Caractéristiques Mécaniques des Matériaux Composites en Fonction de la Température. Application au Composite Epoxyde+Verre,” *J. Mater. Environ. Sci.* 4 (6) (2013) 1034-104, 2013. Accessed: Jun. 07, 2019. [Online]. Available: https://www.researchgate.net/publication/301612996_Evaluation_des_Caracteristiques_Mecaniques_des_Materiaux_Composites_en_Fonction_de_la_Temperature_Application_au_Composite_EpoxydeVerre
- [31] M. Huger, “Elasticité à haute température de matériaux céramiques : effet des hétérogénéités,” Ecole Nationale Supérieure de Céramique Industrielle, 2008.

- [32] Y. Joliff, J. Absi, M. Huger, and J. C. Glandus, “Experimental and numerical study of the elastic modulus vs temperature of debonded model materials,” *Comput. Mater. Sci.*, vol. 44, no. 2, pp. 826–831, Dec. 2008, doi: 10.1016/j.commatsci.2008.04.024.
- [33] M. Ben Hassine, “Modélisation du vieillissement thermique et mécanique d’une protection externe en EPDM de jonctions rétractables à froid,” thesis, École doctorale n° 432 : Sciences des Métiers de l’Ingénieur, 2013. Accessed: Sep. 05, 2019. [Online]. Available: <http://www.theses.fr/2013ENAM0048>
- [34] R. Hentschke, “The Payne effect revisited,” *EXPRESS Polym. Lett.*, vol. 11, no. 4, pp. 278–292, 2017, Accessed: Jun. 07, 2019. [Online]. Available: https://www.google.com/search?q=R.+Hentschke%2C+%C2%AB+The+Payne+effect+revisited+%C2%BB%2C+eXPRESS+Polymer+Letters+Vol.11%2C+No.4%2C+pp+278%E2%80%93292%2C+2017&rlz=1C1GCEU_frFR821FR822&oq=R.+Hentschke%2C+%C2%AB+The+Payne+effect+revisited+%C2%BB%2C+eXPRESS+Polymer+Letters+Vol.11%2C+No.4%2C+pp+278%E2%80%93292%2C+2017&aqs=chrome..69i57.2853j0j4&sourceid=chrome&ie=UTF-8
- [35] J. Renard, “Fatigue des matériaux composites renforcés de fibres continues,” p. 19, 2010.
- [36] M. Shirinbayan, “Étude du comportement mécanique et de l’endommagement de divers matériaux composites smc soumis à des chargements de type dynamique, fatigue et dynamique post-fatigue,” 2017. Accessed: Jun. 07, 2019. [Online]. Available: <https://pastel.archives-ouvertes.fr/tel-01553663>
- [37] S. Liang, “Etude de comportement en fatigue des composites renforcés par fibres végétales: prise en compte de la variabilité des propriétés,” Université de Bourgogne, 2012.
- [38] J. BESSON, “Chapitre XXIII : Endommagement et rupture.” *Matériaux pour l’ingénieur*, p189-p212. Accessed: Sep. 05, 2019. [Online]. Available: <https://docplayer.fr/24537270-Chapitre-xxiii-endommagement-et-rupture.html>
- [39] “Comportement cyclique.” https://www.simulationmatériaux.com/Fatigue/fatigue_des_structures-comportement_cyclique.php (accessed Sep. 05, 2019).
- [40] J. Diani, B. Fayolle, and P. Gilormini, “A review on the Mullins effect,” *Eur. Polym. J.*, pp. 601–612, 2009, doi: 10.1016/j.eurpolymj.2008.11.017.
- [41] Y. L. Chenadec, “Autoéchauffement, fatigue thermomécanique des élastomères,” May 2008, Accessed: Jun. 07, 2019. [Online]. Available: <https://pastel.archives-ouvertes.fr/pastel-00004578>
- [42] S. Cantournet, R. Desmorat, and J. Besson, “Mullins effect and cyclic stress softening of filled elastomers by internal sliding and friction thermodynamics model,” *Int. J. Solids Struct.*, vol. 46, no. 11, pp. 2255–2264, Jun. 2009, doi: 10.1016/j.ijsolstr.2008.12.025.

- [43] G. Chagnon, G. Marckmann, E. Verron, L. Gornet, E. Ostoja-Kuczynski, and P. Charrier, “A new modelling of the Mullins’ effect and viscoelasticity of elastomers based on physical approach,” *Laboratoire de Mécanique et Matériaux : Ecole Centrale de Nantes, Groupe Trelleborg : Société Modyn Nantes*, 2016, 2016.
- [44] G. Marckmann, E. Verron, L. Gornet, G. Chagnon, P. Charrier, and P. Fort, “A theory of network alteration for the Mullins effect,” *J. Mech. Phys. Solids*, vol. 50, no. 9, pp. 2011–2028, 2016, doi: 10.1016/S0022-5096(01)00136-3.
- [45] F. Bueche, “Molecular basis for the mullins effect,” *Journal of Applied Polymer Science*, Vol.IV.10, pp. 107–114, 1960. Accessed: Sep. 05, 2019. [Online]. Available: <https://onlinelibrary.wiley.com/doi/abs/10.1002/app.1960.070041017>
- [46] R. K. Luo, “Mullins damage effect on rubber products with residual strain,” *Int. J. Damage Mech.*, vol. 24, no. 2, pp. 153–167, Mar. 2015, doi: 10.1177/1056789514522504.
- [47] G. Oliveux, J.-L. Bailleull, E. Le Gal La Salle, N. Lefèvre, and G. Biotteau, “Recycling of glass fibre reinforced composites using subcritical hydrolysis: Reaction mechanisms and kinetics, influence of the chemical structure of the resin | Semantic Scholar,” *Polymer Degradation and Stability*, pp. 1–16, 2012. Accessed: Jan. 28, 2020. [Online]. Available: <https://www.semanticscholar.org/paper/Recycling-of-glass-fibre-reinforced-composites-and-Oliveux-Bailleull/ea0dca2b22f820a7996d9b31d25c7b60beaa06c6>
- [48] M. Rouch, “Contribution à la compréhension des mécanismes de vieillissement hydrothermique de matériaux composites unidirectionnels polyester insaturé/fibre de lin,” *phdthesis*, Normandie Université, 2018. Accessed: May 31, 2021. [Online]. Available: <https://tel.archives-ouvertes.fr/tel-01842261>
- [49] N. Brunetière, “Introduction à la tribologie.” *Institut Pprime – Futuroscope*, 2016. Accessed: Feb. 12, 2020. [Online]. Available: http://blogs.univ-poitiers.fr/noelbrunetiere/files/2015/12/tribologie_brunetiere_2016.pdf
- [50] J. Takadoum, *Matériaux et surfaces en tribologie*, Lavoisier-Hermès. 2007. Accessed: Feb. 12, 2020. [Online]. Available: https://www.lalibrairie.com/livres/materiaux-et-surfaces-en-tribologie_0-376498_9782746214675.html
- [51] F. Deleau, “Comportement tribologique et vibro acoustique d’un contact élastomère/verre,” *École centrale de Lyon*, Lyon, 2009.
- [52] J. Voyer, S. Klien, I. Velkavrh, F. Ausserer, and A. Diem, “Static and Dynamic Friction of Pure and Friction-Modified PA6 Polymers in Contact with Steel Surfaces: Influence of Surface Roughness and Environmental Conditions,” *Lubricants*, vol. 7, no. 2, p. 17, Feb. 2019, doi: 10.3390/lubricants7020017.
- [53] A. Mimaroglu, H. Unal, and T. Arda, “Friction and wear performance of pure and glass fibre reinforced poly-ether-imide on polymer and steel counterface materials,” *Wear*, vol. 262, no. 11, pp. 1407–1413, May 2007, doi: 10.1016/j.wear.2007.01.015.

- [54] S. Basseville, O. Vernhet, and G. Cailletaud, “Une modélisation du troisième corps dans le cas du fretting,” in 8e Colloque national en calcul des structures, Giens, France, May 2007, pp. 327–332. Accessed: May 25, 2021. [Online]. Available: <https://hal.archives-ouvertes.fr/hal-01488166>
- [55] L. Boissonnet, B. Duffau, and P. Montmitonnet, “Etude expérimentale et modélisation de l'évolution couplée du frottement et de l'usure dans un contact entre une surface métallique et un revêtement polymère,” undefined, 2011, Accessed: May 25, 2021. [Online]. Available: </paper/Etude-exp%C3%A9rimentale-et-mod%C3%A9lisation-de-l%27%C3%A9volution-Boissonnet-Duffau/7ec2d1b27d06150a80ab3bf7efcfc2cc26838a31>
- [56] D. M. Nuruzzaman, M. A. Chowdhury, Md. M. Rahman, Md. A. Kowser, and B. K. Roy, “Experimental Investigation on Friction Coefficient of Composite Materials Sliding Against SS 201 and SS 301 Counterfaces,” *Procedia Eng.*, vol. 105, pp. 858–864, Jan. 2015, doi: 10.1016/j.proeng.2015.05.106.
- [57] G. Mehoub, “Adhesive wear and frictional behaviour of glass fibre reinforced thermoset composites,” University of Southern Queensland, USQ Project, Jun. 2013. Accessed: Feb. 12, 2020. [Online]. Available: <https://eprints.usq.edu.au/23886/>
- [58] T. Tsukizoe and N. Ohmae, “Friction and wear of advanced composite materials,” *Fibre Sci. Technol.*, vol. 18, no. 4, pp. 265–286, Jan. 1983, doi: 10.1016/0015-0568(83)90021-0.
- [59] F. Ahmadijokani, A. Shojaei, M. Arjmand, Y. Alaei, and N. Yan, “Effect of short carbon fiber on thermal, mechanical and tribological behavior of phenolic-based brake friction materials,” *Compos. Part B Eng.*, vol. 168, pp. 98–105, Jul. 2019, doi: 10.1016/j.compositesb.2018.12.038.
- [60] K. Friedrich, J. Karger-Kocsis, and Z. Lu, “Effects of steel counterface roughness and temperature on the friction and wear of PE(E)K composites under dry sliding conditions,” *Wear*, vol. 148, no. 2, pp. 235–247, Aug. 1991, doi: 10.1016/0043-1648(91)90287-5.
- [61] S. Bahadur and Y. Zheng, “Mechanical and tribological behavior of polyester reinforced with short glass fibers,” *Wear*, vol. 137, no. 2, pp. 251–266, May 1990, doi: 10.1016/0043-1648(90)90138-Z.
- [62] S. Qu, J. Penaranda, and S.-S. Wang, “Elevated-Temperature Wear and Friction of PTFE/PEEK Composite,” in *American Society for Composites - Thirty-second Technical Conference*, West Lafayette, Indiana, 2017, vol. 0. doi: 10.12783/asc2017/15385.
- [63] D. Muhammad and M. Asaduzzaman, “Friction and Wear of Polymer and Composites,” in *Composites and Their Properties*, N. Hu, Ed. InTech, 2012. doi: 10.5772/48246.
- [64] K. Tanaka, Y. Yamada, and S. Ueda, “Effect of temperature on the friction and wear of heat-resistant polymer-based composites,” *J. Synth. Lubr.*, vol. 8, no. 4, pp. 281–294, 1992, doi: 10.1002/jsl.3000080404.

- [65] D. Muhammad Nuruzzaman, M. Asaduzzaman Chowdhury, and M. Lutfar Rahaman, "Effect of duration of rubbing and normal load on friction coefficient for polymer and composite materials," *Ind. Lubr. Tribol.*, vol. 63, no. 5, pp. 320–326, Jan. 2011, doi: 10.1108/00368791111154931.
- [66] B. Vishwanath, A. P. Verma, and C. V. S. Kameswara Rao, "Effect of matrix content on strength and wear of woven roving glass polymeric composites," *Compos. Sci. Technol.*, vol. 44, no. 1, pp. 77–86, Jan. 1992, doi: 10.1016/0266-3538(92)90027-Z.
- [67] M. Klaassen, E. G. de Vries, and M. A. Masen, "Friction in the contact between skin and a soft counter material: Effects of hardness and surface finish," *J. Mech. Behav. Biomed. Mater.*, vol. 92, pp. 137–143, Apr. 2019, doi: 10.1016/j.jmbbm.2019.01.006.
- [68] P. Montmitonnet, "Laminage - Objectifs et enjeux de la modélisation," *Tech. L'Ingénieur M3065 V2*, 2016, Accessed: Feb. 26, 2020. [Online]. Available: <https://www.techniques-ingenieur.fr/base-documentaire/materiaux-th11/mise-en-forme-des-metaux-lubrification-laminage-et-emboutissage-42477210/laminage-m3065/>
- [69] P. Saadati and H. Haghghat, "An upper bound analysis of sandwich sheet rolling process," vol. 9, pp. 608–618, 2017.
- [70] H. L. Dang, "Modélisation simplifiée des processus de laminage," Université Paris Est, 2013.
- [71] P. Montmitonnet, "Laminage à chaud -Théorie du laminage," *Tech. L'Ingénieur M7840 V1*, 1991.
- [72] E. Mitsoulis, "Numerical simulation of calendering viscoplastic fluids - ScienceDirect," no. 154, pp. 77–88, 2008, Accessed: Feb. 26, 2020. [Online]. Available: <https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S0377025708000335>
- [73] B. Attaf, *Pales d'éoliennes: procédés de fabrication, procédures de qualification, réparation et recyclage*. 2012. doi: 10.13140/RG.2.2.27905.10084.
- [74] L. Chevalier, "Conception, fabrication et validation structurale des coques d'un catamaran de type Class-C," masters, École de technologie supérieure, 2018. Accessed: May 05, 2021. [Online]. Available: <https://espace.etsmtl.ca/id/eprint/2181/>
- [75] F. DAGHIA and L. GENDRE, "Quelques Procédés de Mise en Forme Des Composites," université paris saclay, 2011. Accessed: May 05, 2021. [Online]. Available: <https://fr.scribd.com/document/358146618/6546-Quelques-Procédés-de-Mise-en-Forme-Des-Composites-Ens>
- [76] Y. Perrot, "Influence des propriétés de la matrice sur le comportement mécanique de matériaux composites verre/polyester utilisés en construction navale de plaisance - Cas des résines polyester limitant les émissions de styrène," Université de Bretagne Sud, 2006. Accessed: Jun. 07, 2019. [Online]. Available: <https://archimer.ifremer.fr/doc/00000/2485/>

- [77] “Résine polyester pré-accélérée,” CMS France - Outillages et matériaux composites pour professionnels et particuliers. <https://www.cms-france.fr/resine-polyester/861-resine-polyester-5kg-pre-acceleree.html> (accessed Apr. 15, 2020).
- [78] Y. Perrot, C. Baley, and P. Davies, INFLUENCE DES RESINES POLYESTER FORMULEES POUR LIMITER LES EMISSIONS DE STYRENE SUR LA TENUE AU VIEILLISSEMENT DE MATERIAUX COMPOSITES UTILISES EN MILIEU MARIN. INFLUENCE OF LOW STYRENE EMISSION POLYESTER RESINS ON THE AGING BEHAVIOUR OF COMPOSITES IN A MARINE ENVIRONMENT. 2007.
- [79] H. N. Dhakal, Z. Y. Zhang, and M. O. W. Richardson, “Effect of water absorption on the mechanical properties of hemp fibre reinforced unsaturated polyester composites,” *Compos. Sci. Technol.*, vol. 67, no. 7, pp. 1674–1683, Jun. 2007, doi: 10.1016/j.compscitech.2006.06.019.
- [80] S. Giljean, A. Ibrahim, and G. L’Hostis, “Influence du mode de polymérisation de composites verre/polyester sur leur comportement mécanique,” 2017, p. 6.
- [81] F. DAGHIA and L. GENDRE, “Modélisation des comportements des composites : l’élasticité anisotrope - CultureSciences de l’Ingénieur - éducol STI,” université paris saclay. Accessed: May 07, 2021. [Online]. Available: https://eduscol.education.fr/sti/si-ens-cachan/ressources_pedagogiques/modelisation-des-comportements-des-composites-lelasticite-anisotrope
- [82] Z. Boufaïda, “Analyse des propriétés mécaniques de composites taffetas verre/matrice acrylique en relation avec les propriétés d’adhésion des fibres sur la matrice,” phdthesis, Université de Lorraine, 2015. Accessed: May 07, 2021. [Online]. Available: <https://hal.univ-lorraine.fr/tel-01751805>
- [83] L. Gornet, “Généralités sur les matériaux composites,” Sep. 2008, Accessed: May 27, 2021. [Online]. Available: <https://cel.archives-ouvertes.fr/cel-00470296>
- [84] N. Billon, “CHAPITRE XVII : COMPORTEMENT MECANIQUE DES POLYMERES,” p. 8.
- [85] J. Richeton, S. Ahzi, K. S. Vecchio, F. C. Jiang, and R. R. Adharapurapu, “Influence of temperature and strain rate on the mechanical behavior of three amorphous polymers: Characterization and modeling of the compressive yield stress,” *Int. J. Solids Struct.*, vol. 43, no. 7, pp. 2318–2335, Apr. 2006, doi: 10.1016/j.ijsolstr.2005.06.040.
- [86] P. J. Roe and M. P. Ansell, “Jute-reinforced polyester composites,” *J. Mater. Sci.*, vol. 20, no. 11, pp. 4015–4020, Nov. 1985, doi: 10.1007/BF00552393.
- [87] T. Chaussée, “Elastomères renforcés modèles : effet de la physico-chimie d’interface à structure constante sur les propriétés viscoélastiques,” Theses, Université Pierre et Marie Curie - Paris VI, 2008. Accessed: May 10, 2021. [Online]. Available: <https://tel.archives-ouvertes.fr/tel-00811904>

- [88] H. Chandekar, V. Chaudhari, S. Waigaonkar, and A. Mascarenhas, “Effect of chemical treatment on mechanical properties and water diffusion characteristics of jute-polypropylene composites,” *Polym. Compos.*, vol. 41, no. 4, pp. 1447–1461, 2019, doi: 10.1002/pc.25468.
- [89] F. Gouanvé, S. Marais, A. Bessadok, D. Langevin, and M. Métayer, “Kinetics of water sorption in flax and PET fibers,” *Eur. Polym. J.*, vol. 43, no. 2, pp. 586–598, Feb. 2007, doi: 10.1016/j.eurpolymj.2006.10.023.
- [90] J. Cocaud, A. Céline, S. Freour, and F. Jacquemin, *Vers une méthodologie d’identification des paramètres de diffusion d’eau dans les polymères et composites*. 2017.
- [91] M. A. Mbacke, “Caractérisation et modélisation du comportement mécanique des composites tressés 3D : Application à la conception de réservoirs GNV,” phdthesis, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris, 2013. Accessed: May 10, 2021. [Online]. Available: <https://pastel.archives-ouvertes.fr/pastel-00960667>
- [92] C. Putignano, T. Reddyhoff, and D. Dini, “The influence of temperature on viscoelastic friction properties,” *Tribol. Int.*, vol. 100, pp. 338–343, Aug. 2016, doi: 10.1016/j.triboint.2016.03.018.
- [93] K. C. Ludema and D. Tabor, “The friction and visco-elastic properties of polymeric solids,” *Wear*, vol. 9, no. 5, pp. 329–348, Sep. 1966, doi: 10.1016/0043-1648(66)90018-4.
- [94] E.-Z. Lajtai, “A theoretical and experimental evaluation of the Griffith theory of brittle fracture,” *Tectonophysics*, vol. 11, no. 2, pp. 129–156, 1971, Accessed: Jan. 29, 2020. [Online]. Available: <https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/0040195171900606>
- [95] J.-F. Agassant and Université Pierre et Marie Curie (Paris / 1971-2017), “le Calandrage des matières thermoplastiques,” [s.n.], S.l., 1980.
- [96] F. Costes, “Modélisation thermomécanique tridimensionnelle par éléments finis de la coulée continue d’aciers,” Ecole des Mines de Paris, 2004. Accessed: Feb. 26, 2020. [Online]. Available: https://www.researchgate.net/publication/29973305_Modelisation_thermomecanique_tridimensionnelle_par_elements_finis_de_la_coulee_continue_d'aciers
- [97] A. Hacquin, P. Montmitonnet, and J.-P. Guillerault, “A steady state thermo-elastoviscoplastic finite element model of rolling with coupled thermo-elastic roll deformation,” vol. 60, pp. 109–116, 1996, Accessed: Feb. 26, 2020. [Online]. Available: <https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/0924013696023151>

Annexe 2- 1

Loi des mélanges pour calcul du module d'Young du composite LU1 :

Dans la direction des fibres, le module du composite est calculable avec un modèle en parallèle :

Soit E_c : module du composite

E_f : module des fibres en verre, $E_f = 70$ GPa

E_m : module de la matrice, $E_m = 1,7$ GPa à T_{amb} et $E_m = 10$ MPa à 150°C

V_f : fraction volumique des fibres, $V_f = 0,17$

V_m : fraction volumique de la matrice, $V_m = 0,83$

Alors, $E_c = V_m E_m + V_f E_f$

E_c , peut être estimé avec trois hypothèses différentes :

1/ Toutes les fibres sont continues et orientées dans la direction de la traction (module maximum), le module du composite sera :

- à la température ambiante, $E_c = 0,83 \cdot 1700 + 0,17 \cdot 70000 = 16000$ MPa
- à 150°C , $E_c = 0,83 \cdot 10 + 0,17 \cdot 70000 = 14000$ MPa

2/ Seules sont prises en comptes dans le calcul de E_c les fibres du tissu orientées dans la direction de traction (module minimum) :

Le pourcentage des fibres dans la direction de la traction (la moitié des fibres contenues dans le tissu, évalué à partir des pourcentages massiques) sera $\frac{150}{1900} = 0,08$, soit $V_f = 0,17 \cdot 0,08 = 0,014$.

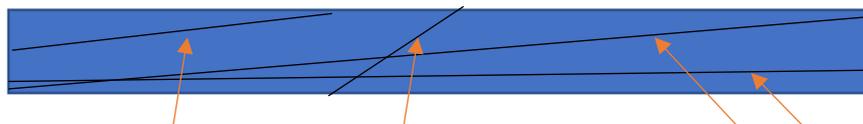
Le module du composite sera :

- à la température ambiante, $E_c = 0,986 \cdot 1700 + 0,014 \cdot 70000 = 2700$ MPa
- à 150°C , $E_c = 0,986 \cdot 10 + 0,014 \cdot 70000 = 1000$ MPa

3/ Estimation de la contribution des mats :

Si on considère que toutes les fibres sont droites et assez longues pour relier un côté de l'éprouvette à un autre, compte tenu des dimensions de l'éprouvette, seules les fibres faisant un angle de l'ordre de $\arctan\left(\frac{15}{150}\right) = 0,1$ rad relieront les deux extrémités soumises à une contrainte (figure annexe 2-1) La division de cette quantité par π donne la fraction de fibres du mat effectivement utiles, soit 3,18% à calculer sur la fraction de fibres du mat, soit $\frac{1600}{1900} =$

0,8 . Ainsi, le mat rajoute un pourcentage de fibre et donc de rigidité de $0,17 \cdot 0,8 \cdot 0,032 = 0,004$



Fibres ne contribuant pas à la raideur en

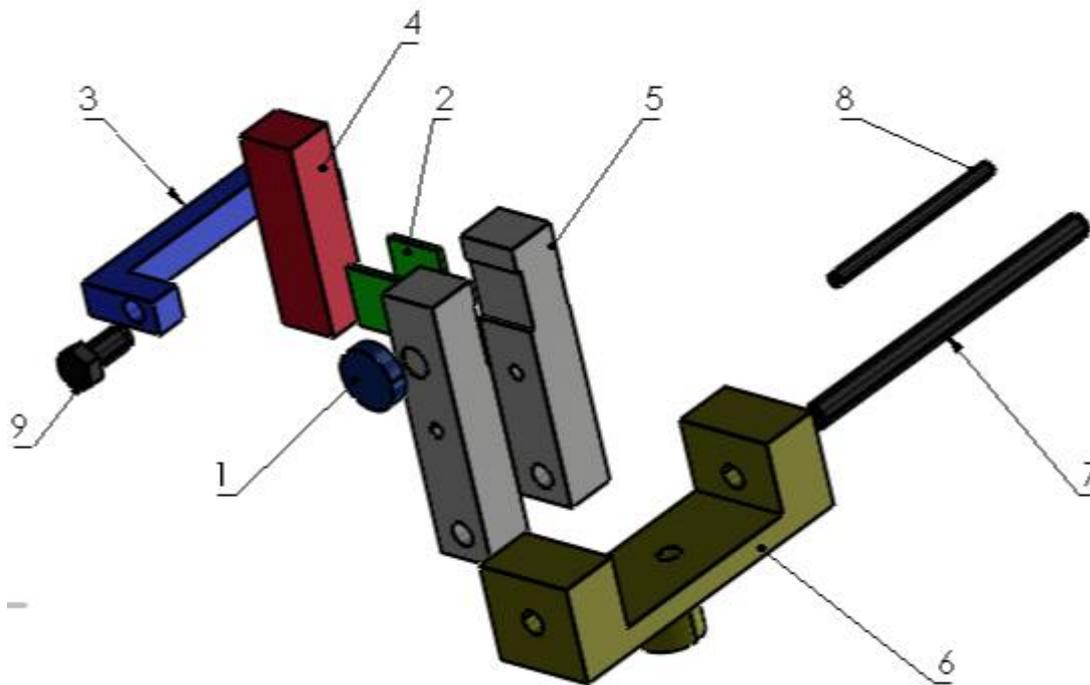
Fibres contribuant à la raideur en traction

Cette fraction n'est pas significative par rapport à celle du tissu. Multiplier par 6 l'effet obtenu avec le tissu est plus en accord avec les données expérimentales à 20°C au détriment de la description à 150°C (retenu pour le tableau récapitulatif). Ce modèle pourrait être modifié, à température donnée, en tenant compte de la fraction volumique plus faible des fibres qui ne contribuent pas à la raideur en traction. Toutefois, cela ne corrigera pas l'effet de la température sur le module du composite. Une tentative d'explication pourrait se trouver aux points de contacts des différentes mèches du composite dont la rotation relative pourrait être facilitée par le ramollissement de la résine ainsi que par le redressement des fibres initialement courbées, le comportement du renfort se rapprochant de celui d'un mat sans résine. La question de la façon d'obtenir la loi de comportement du composite par homogénéisation à partir des lois des composants se pose alors et sort du cadre de ce travail.

Tableau récapitulatif

Module (MPa)	Expérimental	Hypothèse 1	Hypothèse 2	Hypothèse 3
20 °C	7700	13000	2300	10231
120 °C	1700	12000	1000	9117
150 °C	1100	12000	1000	9108

Annexe 3- 1



No. ARTICLE	NUMERO DE PIECE	DESCRIPTION	QTE
1	Force sensor		1
2	Composite		2
3	Clamp		1
4	Central steel piece		1
5	Steel support		2
6	Table base		1
7	Pin 1		1
8	Pin 2		1
9	ISO_4016_M20x80_STEEL L_GRADE_C_HEXAGON_ HEAD_BOLT		1

Annexe 3- 2

Matériau	Type de test	Nombre moyen d'essais
Composite	étude de température	20
	étude de l'épaisseur	14
	étude de la rugosité	16
	étude de la vitesse de glissement	10
	étude de la force normale	16
Résine	étude de température	20
	étude de l'épaisseur	14
	étude de la rugosité	16
	étude de la vitesse de glissement	10
	étude de la force normale	16

Annexe 4- 1

Le flux de chaleur qui passe à travers la surface s'écrit sous la forme :

$$\phi = -\lambda \left(\frac{d\theta}{dx} \right)_{x=0^+} = 2\lambda \left(\frac{\theta_s - \theta_i}{e} \right) = 2\lambda \frac{\Delta\theta_s}{e}$$

Le flux de la bande de largeur dx et d'épaisseur e_{ban} , en calculant son énergie interne, est :

$$\int_0^t \phi_{\text{ban}} dt = \frac{1}{3} \rho_{\text{band}} c_{\text{ban}} \Delta\theta_s e_{\text{ban}}$$

La sommation de ces deux derniers termes, en les multipliant par $2\lambda_{\text{ban}} \frac{\Delta\theta_s}{e_{\text{ban}}}$, donne :

$$\underbrace{\frac{2}{3} \lambda_{\text{ban}} \rho_{\text{band}} c_{\text{ban}} (\Delta\theta_s)^2}_{\varepsilon_{\text{ban}}^2} = \underbrace{2\lambda_{\text{ban}} \frac{\Delta\theta_s}{e_{\text{ban}}}}_{\phi_{\text{ban}}} \int_0^t \phi_{\text{ban}} dt = \phi_{\text{ban}} \int_0^t \phi_{\text{ban}} dt$$

Avec : ε_{ban} : l'effusivité thermique du matériau désignant sa capacité à échanger de l'énergie thermique avec son environnement.

Donc,

$$\frac{2}{3} \varepsilon_{\text{ban}}^2 (\Delta\theta_s)^2 = \frac{1}{2} \frac{d}{dt} \left| \int_0^t \phi_{\text{ban}} dt \right|^2$$

La même démarche à appliquer pour les cylindres et on trouve à la fin :

$$\frac{2}{3} \varepsilon_{\text{cyl}}^2 (\Delta\theta_s)^2 = \frac{1}{2} \frac{d}{dt} \left| \int_0^t \phi_{\text{cyl}} dt \right|^2$$

La substitution de $\frac{2}{3} (\Delta\theta_s)^2$ de l'équation dans l'équation donne :

$$\frac{d}{dt} \left| \frac{\int_0^t \phi_{\text{ban}} dt}{\varepsilon_{\text{ban}}^2} \right|^2 = \frac{d}{dt} \left| \frac{\int_0^t \phi_{\text{cyl}} dt}{\varepsilon_{\text{cyl}}^2} \right|^2$$

Donc, d'après l'équation, on déduit que

$\frac{\phi_{\text{cyl}}}{\varepsilon_{\text{cyl}}} = \frac{\phi_{\text{ban}}}{\varepsilon_{\text{ban}}}$ et avec l'équation $\phi = \phi_{\text{ban}} + \phi_{\text{cyl}}$, on obtient l'expression de ϕ_{cyl} et de ϕ_{ban} :

$$\phi_{\text{cyl}} = \frac{\varepsilon_{\text{cyl}} \phi}{\varepsilon_{\text{cyl}} + \varepsilon_{\text{ban}}}$$

$$\phi_{\text{ban}} = \frac{\varepsilon_{\text{ban}} \phi}{\varepsilon_{\text{cyl}} + \varepsilon_{\text{ban}}}$$

Annexe 4- 2

Soit :

$$\Phi = \Gamma_d \dot{\epsilon} \sigma_0 = \Gamma_d \dot{\epsilon} \left(\sigma_1 + \dot{\epsilon} \eta_0 \exp\left(\frac{E}{RT_0}\right) \right)$$

$$\Phi(T_{t+\Delta t}) = \Phi(T_t) + \frac{\partial \Phi(T_t)}{\partial T} (T_{t+\Delta t} - T_t)$$

Avec un développement au premier ordre du terme d'Arrhenius autour de T_0 :

$$\frac{\partial \Phi(T_t)}{\partial T} = \dot{\epsilon} \eta_0 \frac{E}{RT_0^2} \exp\left(\frac{E}{RT_0}\right)$$

$$T_{t+\Delta t} - T_t = 1 - \frac{T_{i,j}}{T_0}$$

Ainsi

$$\Phi(T_{t+\Delta t}) = \Gamma_d \dot{\epsilon} \sigma_0 = \Gamma_d \dot{\epsilon} \sigma_1 + \Gamma_d \dot{\epsilon} \sigma_1 + \Gamma_d \eta_0 \dot{\epsilon}^2 \exp\left(\frac{E}{RT_0}\right) \left(1 + \frac{E}{RT_0}\right) -$$

$$\Gamma_d \eta_0 \dot{\epsilon}^2 \frac{E}{RT_0^2} \exp\left(\frac{E}{RT_0}\right) T_{i,j}$$

Titre : Recyclage des pièces en composite polyester en fibres de verre de grandes dimensions par laminage

Mots clés : recyclage, composite polyester/verre, laminage, frottement, thermomécanique

Résumé : Le recyclage des matériaux composites est une problématique de plus en plus prégnante pour le développement de la filière. L'objectif de cette étude est de trouver une alternative aux méthodes de recyclage reconnues des composites thermodurcissables, particulièrement lorsqu'ils sont de grande taille. Un nouveau procédé de recyclage des composites à matrice polyester renforcée fibres de verre est ainsi étudié dans ce travail : le laminage avec une calandre chauffée, à une température à laquelle une modification significative des propriétés mécaniques de la résine est observée. Il s'agit donc d'une méthode thermomécanique qui a comme but la mise en forme de composite (par gauchissement ou dégauchissement) à une température aux alentours de sa température de transition vitreuse. Dans un premier temps, les caractérisations thermomécaniques et tribologiques du composite et de sa matrice ont été réalisées dans différentes conditions.

Ces caractérisations permettent de fixer les paramètres et les conditions du procédé retenu pour les appliquer à notre composite. Dans un second temps, le comportement mécanique en laminage est modélisé analytiquement par la méthode des tranches en utilisant les modèles de Bland & Ford et le modèle hydrodynamique. Une modélisation mécanique obtenue par éléments finis est comparée aux précédentes. Le couplage thermique est modélisé par une méthode de différences finies. Enfin, les résultats expérimentaux du laminage du composite sont comparés aux résultats donnés par les modèles analytiques ainsi qu'à ceux de la modélisation thermomécanique. Il a été trouvé que le laminage permet de modifier la forme de pièces réalisées avec notre composite thermodurcissable ou avec de la résine seule, en les redressant ou gauchissant. En revanche, il n'a pas été possible de diminuer l'épaisseur des plaques laminées à cause de leur viscoélasticité.

Title: Recycling of large-dimension fiberglass polyester composite parts by rolling

Keywords: recycling, glass fibers/polyester composite, rolling, friction, thermomechanical

Abstract: The composite materials recycling is facing many problems. The objective of this study is to find an alternative process to current recycling solutions for thermosetting composites, particularly for big parts like boats or wind turbine blades. A new method adapted to the recycling of unsaturated polyester glass fibers reinforced composite is studied in this work: the rolling at a temperature at which the mechanical properties of the resin are significantly modified. It is a thermomechanical process. At first, the convenient thermomechanical and tribological characterizations of the chosen unsaturated polyester glass fibers composite and its matrix are carried out under different conditions. They were used to set the parameters and the conditions of this process adapted

to the composite and the resin. Secondly, the rolling is modeled mechanically by the slice method using the Bland & Ford and the hydrodynamic models. A finite element model is compared to the analytical calculations. The thermal model is calculated using a finite difference method. Finally, the experimental results of the rolling of the composite, at the convenient temperature, are compared to the results given by the mechanical and thermal models. It was found that the rolling allows forming the thermoset composite or its matrix. However, reducing the thickness of the composite was not possible