



HAL
open science

Moulage par transfert de resine de composites structuraux (C/Ep) : influence des paramètres du procédé et de constitution sur le comportement sous impact et la résistance en compression après impact

Florentin Berthet, Pierre Devos, Fabrice Schmidt, Thierry Ansart

► To cite this version:

Florentin Berthet, Pierre Devos, Fabrice Schmidt, Thierry Ansart. Moulage par transfert de resine de composites structuraux (C/Ep) : influence des paramètres du procédé et de constitution sur le comportement sous impact et la résistance en compression après impact. *Revue des composites et des matériaux avancés = Journal of Composite and Advanced Materials*, 1998, 8 (1), p.25-52. hal-01847834

HAL Id: hal-01847834

<https://hal.science/hal-01847834>

Submitted on 27 Mar 2019

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

Moulage par transfert de résine de composites structuraux (C/Ep)

Influence des paramètres du procédé et de constitution sur le comportement sous impact et la résistance en compression après impact

Florentin Berthet * — Pierre Devos * — Fabrice Schmidt *
Thierry Ansart **

* *École des Mines d'Albi-Carmaux, Centre Matériaux
Campus Jarlard, Route de Teillet, F-81013 Albi CT cedex 09*

** *Centre d'Essais Aéronautique de Toulouse
23 avenue Henri Guillaumet, F-31056 Toulouse cedex*

RÉSUMÉ. Cette étude est une évaluation expérimentale de l'incidence des conditions de mise en œuvre et de constitution (taux et type de liant, couture, pression, température) pour le moulage par transfert de résine sur des grandeurs mesurées (résistance en compression après impact, surface endommagée, déplacement maximum du plan moyen de l'éprouvette, profondeur d'empreinte) au cours et suite à un impact basse énergie (<30J) et basse vitesse (<4,2ms⁻¹) de composites structuraux carbone/époxy. Le type de liant utilisé pour réaliser la préforme s'avère crucial pour obtenir de bonnes propriétés résiduelles en compression. En outre cette étude démontre clairement que la masse de l'impacteur utilisé est très influente sur la profondeur d'empreinte laissée par l'impact.

ABSTRACT. This study consists in an experimental evaluation of influence of process and constitution conditions (binder type and level, stitching, pressure, temperature) for resin transfer molding on measured quantities (post impact compression strength, damaged surface, maximum deflection, impact depth) during and after a low energy (<30J) and low velocity (<4,2ms⁻¹) impact on structural carbon/epoxy composites. The type of binder used to built preforms is essential to get optimal post impact compression strength. Moreover this study demonstrates clearly that mass of the drop weight has a significant influence on the impact depth left behind impact.

MOTS-CLÉS : impact, moulage transfert résine, injection sur renfort, R.T.M., fibre carbone, couture, liant, plan expérience.

KEY WORDS: impact, resin transfer moulding, R.T.M., carbon fiber, stitching, binder, experimental design.

1. Introduction

Les composites structuraux sont sensibles à un impact accidentel basse énergie. Un tel impact provoque des dommages internes (cachés) dont les conséquences sont désastreuses sur les propriétés de résistance en compression. Une solution pour réduire ces dommages consiste à coudre le stratifié dans l'épaisseur. Une synthèse du problème de la couture des composites renforcés par des fibres de carbone a été réalisée par Dransfield et al. [DRA 94].

Le procédé de moulage par transfert de résine (R.T.M. *Resin Transfer Moulding*) permet de fabriquer des composites à matrice organique cousus plus performants que ceux à base de préimprégné. En effet, la couture endommage moins une préforme sèche qu'un empilement de préimprégnés.

La liaison entre les paramètres de fabrication et de composition, et les propriétés mécaniques finales du composite reste méconnue. C'est un problème dont l'importance apparaît, notamment dans le cas d'un changement de matériau (liant), ou lorsque l'on rencontre une anomalie dans le cycle de fabrication.

C'est pourquoi un travail pour évaluer cette liaison a été entrepris pour des composites structuraux (à base de tissu U.D. en fibre T800H) éventuellement cousus. Le comportement en compression après impact est utilisé comme critère qualitatif.

2. Présentation du procédé

Le procédé de moulage par transfert de résine, également appelé injection sur renfort ou encore R.T.M. (pour *Resin Transfer Moulding*) permet la fabrication de composites organiques à moule fermé. Dans le secteur aéronautique, pour des applications structurales ces composites sont constitués de renforts à base de fibre de carbone et d'une résine généralement de la famille des époxydes.

Ce procédé comprend deux étapes principales : le **préformage** et l'**injection-réticulation**.

Le **préformage** consiste à réaliser un squelette de la pièce à partir de renforts secs. La cohésion de ce squelette est garantie par un liant présent sous forme de poudre à la surface des plis de tissus servant à constituer la préforme. La présence de liant permet de réaliser des préformes de géométrie complexe.

L'**injection-réticulation** consiste à transformer la préforme en pièce composite. L'imprégnation du renfort par la résine se fait dans un moule (parfois avec assistance par le vide). La résine est chauffée tout au long du procédé de mise en œuvre. Elle voit dans un premier temps sa viscosité chuter avec l'augmentation de sa température, puis avec l'avancement de la réaction et l'augmentation de la taille des chaînes macromoléculaires sa viscosité va augmenter. Ces deux phénomènes déterminent la fenêtre de mise en œuvre dans laquelle la résine a une viscosité permettant l'injection. La pièce est cuite dans le moule de manière à lui donner une consistance suffisante pour permettre son démoulage. Les propriétés mécaniques optimales sont obtenues grâce à un cycle supplémentaire de post-cuisson.

3. Position du problème

Le problème de la liaison entre les paramètres de mise en œuvre et les propriétés mécaniques de composites organiques carbone/époxy est peu abordé dans la littérature scientifique.

Yu et al. ont étudié, numériquement et en utilisant des algorithmes génétiques, les conditions de mise en œuvre d'une résine époxy et d'une résine polyester insaturée pour optimiser simultanément le temps de cycle et la différence de température maximale (une quantification de l'uniformité de la température dans le composite) [YU 97].

Kuttenkeuler et Grenestedt [KUT 95] ont étudié l'influence de la pression d'injection, du niveau de vide, de la température du moule et du régime de cuisson (temps et température) sur les propriétés en traction, en traction trouée, en compression trouée et sur les énergies de création de nouvelles surfaces en mode I et en mode II. Ces études montrent que les propriétés liées à la fibre sont peu sensibles aux conditions de mise en œuvre.

L'influence du liant sur la conservation des propriétés mécaniques à chaud (cisaillement et compression trouée) a été montrée au cours de travaux antérieurs [BER 97 (a)].

Une étude précédente avait également été faite pour des composites à base de tissu carbone 2D [BER 97(b)]. Cette étude avait montré l'influence de la taille des mèches (nombre de filaments) et de la température du moule et de la préforme sur l'initiation du dommage d'impact et le comportement en compression après impact en fonction de l'énergie incidente.

Pour faire suite à ces travaux nous avons réalisé une étude sur des matériaux structuraux réalistes cousus ou non et avec deux types et deux taux de liants. La finalité de l'étude est d'évaluer l'incidence de la mise en œuvre par R.T.M. sur le comportement du matériau au cours et suite à un impact basse énergie et basse vitesse.

4. Théorie

La méthode des plans d'expérience consiste à choisir une matrice X (dont les lignes représentent les expériences et les colonnes les variables explicatives) telle que $(X'X)^{-1}$ possède des termes diagonaux minimums (variance des coefficients faible) et des termes non diagonaux également minimums (facteurs décorrélés si ces termes sont nuls). Ainsi on garantit une qualité de résultats optimale à moindre coût. La détermination de la matrice X adaptée au modèle recherché se fait en utilisant des tables (type Taguchi) ou des algorithmes. L'analyse repose sur la régression multilinéaire et les tests statistiques.

4.1. Régression multilinéaire

Soient $p+1$ vecteurs de \mathbb{R}^n x_1, x_2, \dots, x_p, y .
 x_1, x_2, \dots, x_p sont les variables explicatives. y est la variable à expliquer. Soit X la matrice n lignes $p+1$ colonnes dont les colonnes sont $1, x_1, x_2, \dots, x_p$, on cherche à approcher y par un modèle linéaire sous la forme $Y = X\beta + e$ avec β : vecteur de \mathbb{R}^{p+1} et e : vecteur de \mathbb{R}^n dit vecteur des résidus.

La solution aux moindres carrés qui minimise la norme du vecteur résidu est donnée par $\beta = (X'X)^{-1}X'Y$ (vecteur des coefficients du modèle estimés).

le vecteur estimé par régression s'exprime $Y^* = X\beta$.

La variance de β est donnée par $V(\beta) = \sigma^2(X'X)^{-1}$.

avec σ^2 terme diagonal de la matrice variance $\sigma^2 I$ [SAP90].

4.2. Test d'adéquation du modèle

Soit R le coefficient de corrélation multiple

$$R^2 = \frac{\sum_i (y_i - \bar{y})^2 - \sum_i (y_i - \hat{y}_i)^2}{\sum_i (y_i - \bar{y})^2} \quad [1]$$

Si les $\beta_j = 0$ $j = 1 \dots p$ (β_0 quelconque) alors

$$\frac{R^2}{1-R^2} \left(\frac{n-p-1}{p} \right) \quad [2]$$

suit une loi de Fisher-Snedecor à p et $n-p-1$ degrés de liberté $F(p; n-(p+1))$.

Cela nous permet de tester l'hypothèse $\beta_j = 0$ $j = 1 \dots p$ et le modèle.

Si la valeur calculée est supérieure à $F(0,05; p; n-p-1)$ alors on doit rejeter l'hypothèse selon laquelle tous les coefficients (sauf β_0) sont nuls.

4.3. Test de signification des facteurs

On teste la nullité du $j^{\text{ème}}$ coefficient β_j . Si le $j^{\text{ème}}$ coefficient est nul alors

$$\frac{\beta_j}{s_j} \quad [3]$$

suit une loi de Student à $n-p-1$ ddl ($t(n-(p+1))$), avec s_j racine carrée de l'estimation sans biais de la variance de β_j (erreur type sur β_j).

Si le rapport est supérieur en valeur absolue à $t(0,05; n-p-1)$ alors le coefficient β_j est jugé significatif (S) c'est-à-dire significativement différent de 0, sinon le coefficient est jugé non significatif (NS) et il peut être considéré comme nul. Si le rapport est supérieur en valeur absolue à $t(0,01; n-p-1)$ alors le coefficient β_j est jugé très significatif (TS).

5. Choix des paramètres

Le choix des paramètres et des niveaux que nous avons pris en compte dans le plan d'expériences s'arrête à la liste suivante :

- Température du moule : 100°C, 120°C, 140°C ;
- Pression d'injection : 1Bar, 1,5 Bar, 2 Bars ;
- Pression de maintien : 2Bars, 3Bars ;
- Type de liant : liant standard, liant spécial RTM6 ;
- Taux de liant : 11g/facc/m², 17g/facc/m² ;
- Couture : cousu ou non cousu.

Compte tenu des temps courts d'injection (2 à 4 minutes) et des dimensions des espaces dans lesquels la résine s'écoule, la température de l'ensemble moule+préforme est le paramètre contrôlant la viscosité de la résine.

La pression d'injection contrôle avec la température, la vitesse de l'écoulement de la résine au travers de la préforme.

Le type de liant est un paramètre dont l'effet est inconnu au départ de l'étude.

Le taux de liant présent à la surface des plis est potentiellement responsable de modifications de propriétés de la résine et de l'interphase (volume aux propriétés particulières entre la fibre et la résine).

La bibliographie rapporte l'efficacité de la couture transverse pour répondre au problème posé par l'endommagement provoqué par un impact basse énergie-basse vitesse.

5.1. Matériaux

Le tissu utilisé est de type unidirectionnel à base de fils de carbone T800H 6K (de référence E3809 de Brochier S.A.). La répartition en masse de ce tissu est de 98 % pour la chaîne et de 2 % pour la trame. On le désigne comme un tissu quasi unidirectionnel.

La résine injectée est de la résine époxy monocomposant RTM6 de CIBA-Composites.

Le fil de couture est du T1000.

6. Expérimentation

L'impact provoque :

- l'apparition d'un dommage sous la forme d'une zone délaminée en sous-stratifiés ;
- l'apparition d'une empreinte laissée par la forme semi hémisphérique de l'impacteur ;
- le fléchissement de l'éprouvette.

6.1. Plan d'expériences

Le tableau 1 identifie les configurations utilisées pour la fabrication des plaques. Les plaques sont cuites 75 minutes à 160°C dans le moule et 120 minutes à 180°C en autoclave. Les conditions d'impact sont décrites dans le tableau 2.

Repère CBAT	Type de Liant	Taux g/F/m ²	Couture	Pression d'injection (bars)	Temp. Moule (°C)	Pression Maintien (bars)
5277	Spécial RTM6	11	Non cousu	2	120	2
5278	Standard	17	Cousu	1,5	120	2
5279	Standard	17	Cousu	2	140	2
5280	Standard	11	Non cousu	1	140	2
5281	Spécial RTM6	17	Non cousu	1	100	2
5282	Spécial RTM6	11	Cousu	1,5	100	2
5283	Standard	11	Non cousu	1	100	3
5284	Standard	11	Non cousu	1,5	140	3
5285	Spécial RTM6	11	Cousu	2	100	3
5286	Spécial RTM6	17	Cousu	1	140	3
5287	Standard	17	Non cousu	2	100	3
5288	Spécial RTM6	17	Non cousu	1,5	120	3
5289	Standard	11	Cousu	1	120	3
5290	Spécial RTM6	11	Cousu	2	140	3

Tableau 1. Matrice d'expériences

Repère	Energie Théorique (J)	Masse de l'impacteur (kg)
-1	10	2,55
-2	20	2,55
-3	23	2,55
-4	25	6,68
-5	27	6,68
-6	30	6,68

Tableau 2. Conditions d'impact

Kvf = 55 % en 4,8mm pour un drapage quasi-isotrope [45/0/-45/90]_{4s}

7. Description des essais

L'essai utilisé est un essai de type chute de masse guidée (figure 1) avec les paramètres qui suivent :

Impacteur hémisphérique de diamètre 16 mm

Masse : de 0 à 25J 2,55 kg

au-delà de 25J 6,68 kg

Instrumentation : accéléromètre et capteur de proximité

Dimensions de l'éprouvette : 150 (direction 0°) x 100 mm

CND : C-SCAN amplitude et profondeur

Compression résiduelle : outillage anti flambage : Type BOEING

Les niveaux d'énergie théoriques choisis sont 10, 20, 23, 25, 27 et 30 J.

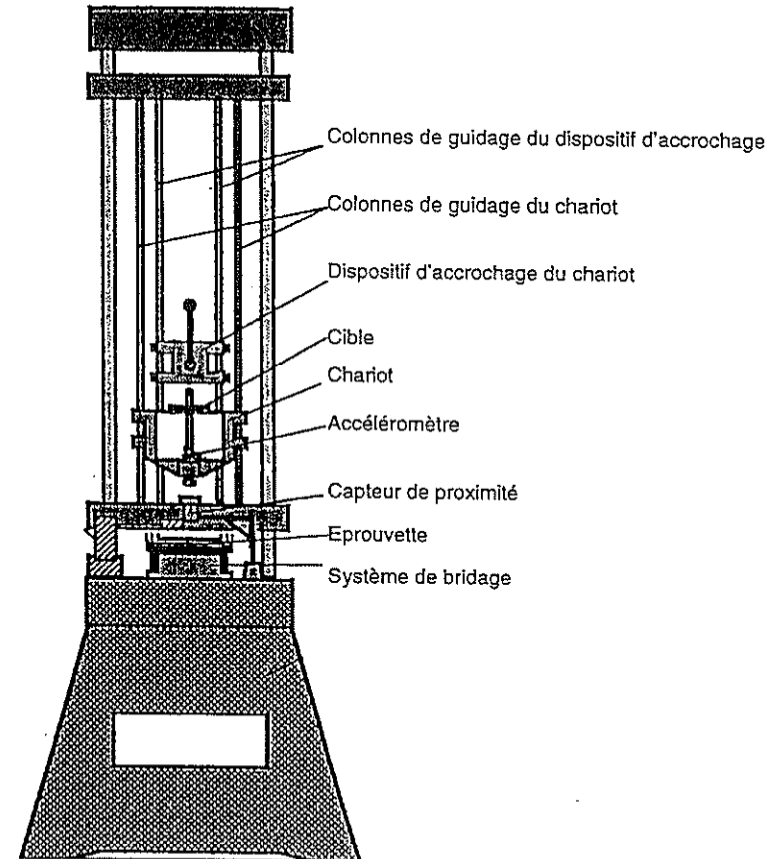


Figure 1. Dispositif de chute de masse guidée

8. Résultats

Remarque

1. La plaque 5278 a été rebutée suite à un problème d'injection.
 2. Pour les éprouvettes 5277-5 et 5285-3 les données correspondantes en vitesse et en énergie (indisponibles) ont été remplacées par la moyenne des valeurs rencontrées sur les 11 autres essais pour la hauteur de chute correspondante (21,96 et 24,82 J).

Pour ces 2 éprouvettes, on peut calculer la vitesse initiale à l'aide de la relation :

$$E_{i \max} = \frac{1}{2} m V_0^2 + mgC_{\max} \quad [4]$$

$E_{i \max}$: énergie incidente maximum = énergie mécanique de l'impacteur (J).

C_{\max} : course maximale de l'impacteur (entre le contact impacteur/éprouvette et la position de déflexion maximale de la plaque)

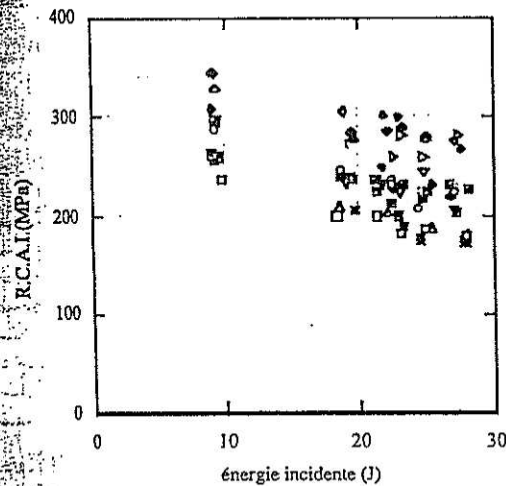
V_0 : vitesse initiale de l'impacteur (juste avant le choc)

M : masse de l'impacteur

g : accélération de la pesanteur

3. Les résultats d'essais au cours du choc de l'éprouvette 5280-6 sont indisponibles. On peut estimer l'énergie incidente (énergie maximale calculée) de cette éprouvette (27,33J). Par contre, le déplacement maximum est manquant.

La figure 2 illustre la décroissance de la résistance résiduelle en compression avec l'énergie incidente.



- p5277
- ◇ p5279
- p5280
- ▲ p5281
- ▣ p5282
- ◆ p5283
- p5284
- ▼ p5285
- p5286
- ◆ p5287
- ✕ p5288
- ▷ p5289
- p5290

Figure 2. Résistance résiduelle en compression après impact (R.C.A.I) en fonction de l'énergie incidente pour différentes conditions de fabrication (cf. tableau 1)

8.1. R.C.A.I.

Après une analyse approfondie des résultats, nous avons identifié les facteurs utilisés dans notre modèle (tableau 3).

FACTEURS

TYPE : Type de liant
 TAUX : Taux de liant
 COU : Couture
 Intcoupou : interaction couture-type de liant
 PINJ : Pression d'injection
 P^2 : carré de la pression d'injection
 T_m : température du moule
 T^2 : carré de la température du moule
 E_i : énergie incidente
 E_p : épaisseur de la plaque

Tableau 3. Facteurs utilisés dans le modèle

8.1.1. Codage des variables

Les variables sont codées de façon à les ramener sur un intervalle [-1;1] pour que les effets liés aux facteurs soient directement et simplement comparables.

Pour les variables quantitatives (pressions, températures, taux de liant) les niveaux bas sont codés -1, les niveaux centraux sont codés 0 et les niveaux hauts sont codés +1.

Exemple de la température du moule (T_m) :

100°C : codé -1

120°C : codé 0

140°C : codé +1

Pour les variables qualitatives :

Couture : Non cousu codé -1

Cousu codé +1

Type de liant Standard codé -1

Spécial RTM6 codé +1

Pour l'énergie incidente on réalise le changement de variable suivant

$$E_{i \text{codé}} = \frac{(E_i - \frac{E_{i \max} + E_{i \min}}{2})}{\frac{E_{i \max} - E_{i \min}}{2}} = \frac{E_i - 18,445}{9,585}$$

8. Résultats

Rémarque

1. La plaque 5278 a été rebutée suite à un problème d'injection.
2. Pour les éprouvettes 5277-5 et 5285-3 les données correspondantes en vitesse et en énergie (indisponibles) ont été remplacées par la moyenne des valeurs rencontrées sur les 11 autres essais pour la hauteur de chute correspondante (21,96 et 24,82 J).

Pour ces 2 éprouvettes, on peut calculer la vitesse initiale à l'aide de la relation :

$$E_{i \max} = \frac{1}{2} m V_0^2 + mg C_{\max} \quad [4]$$

- E_{\max} : énergie incidente maximum = énergie mécanique de l'impacteur (J).
 C_{\max} : course maximale de l'impacteur (entre le contact impacteur/éprouvette et la position de déflexion maximale de la plaque)
 V_0 : vitesse initiale de l'impacteur (juste avant le choc)
 M : masse de l'impacteur
 g : accélération de la pesanteur

3. Les résultats d'essais au cours du choc de l'éprouvette 5280-6 sont indisponibles. On peut estimer l'énergie incidente (énergie maximale calculée) de cette éprouvette (27,33J). Par contre, le déplacement maximum est manquant.

La figure 2 illustre la décroissance de la résistance résiduelle en compression avec l'énergie incidente.

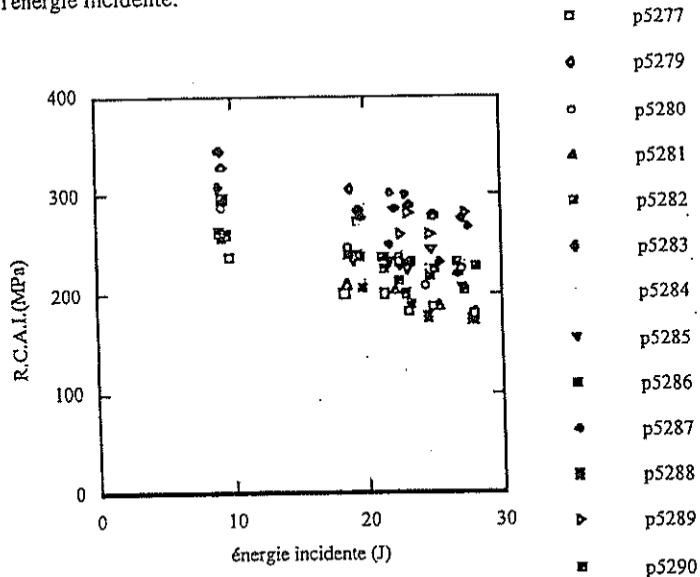


Figure 2. Résistance résiduelle en compression après impact (R.C.A.I) en fonction de l'énergie incidente pour différentes conditions de fabrication (cf. tableau 1)

8.1. R.C.A.I.

Après une analyse approfondie des résultats, nous avons identifié les facteurs utilisés dans notre modèle (tableau 3).

FACTEURS

TYPE : Type de liant
 TAUX : Taux de liant
 COU : Couture
 Intcoupou : interaction couture-type de liant
 PINJ : Pression d'injection
 P^2 : carré de la pression d'injection
 T_m : température du moule
 T^2 : carré de la température du moule
 E_i : énergie incidente
 E_p : épaisseur de la plaque

Tableau 3. Facteurs utilisés dans le modèle

8.1.1. Codage des variables

Les variables sont codées de façon à les ramener sur un intervalle [-1;1] pour que les effets liés aux facteurs soient directement et simplement comparables.

Pour les variables quantitatives (pressions, températures, taux de liant) les niveaux bas sont codés -1, les niveaux centraux sont codés 0 et les niveaux hauts sont codés +1.

Exemple de la température du moule (T_m) :

100°C : codé -1

120°C : codé 0

140°C : codé +1

Pour les variables qualitatives :

Couture : Non cousu codé -1

Cousu codé +1

Type de liant Standard codé -1

Spécial RTM6 codé +1

Pour l'énergie incidente on réalise le changement de variable suivant

$$E_{i \text{codé}} = \frac{(E_i - \frac{E_{i \max} + E_{i \min}}{2})}{\frac{E_{i \max} - E_{i \min}}{2}} = \frac{E_i - 18,445}{9,585}$$

L'interaction entre la couture et le type de liant est obtenue par multiplication des variables codées couture et type de liant.

8.1.2. Grandeurs de régression

	Coefficients	Erreur-type	Statistique t Coeff/Erreur-type	Sign.?
Constante	257,49	1,58	163,44	TS
Type de liant	-30,66	1,50	-20,46	TS
Taux de liant	10,06	1,53	6,59	TS
Couture	16,59	1,50	11,07	TS
interaction couture- type de liant	3,75	1,53	2,46	TS
Pression d'injection	5,54	1,62	3,43	TS
Température du moule	-5,09	1,65	-3,09	TS
Energie incidente	-36,29	2,29	-15,86	TS

Tableau 4. Tableau des grandeurs statistiques de régression pour la R.C.A.I.

$$t(0,05,70) = 1,667$$

$$t(0,01,70) = 2,381$$

Test du R^2

$$R^2 = 0,914 \quad 106,8 > F(0,05;7;70) = 2,14 \text{ le modèle est donc jugé utile.}$$

La droite ajustée à nos données par la méthode des moindres carrés a pour équation (cf. première colonne du tableau précédent).

$$RCAI(\text{MPa}) = 257,5 - 36,3 * E_i - 30,7 * \text{TYPE} + 10,6 * \text{TAUX} + 16,59 * \text{COU} + 5,54 * \text{PINJ} - 5,09 * T_m + 3,75 * \text{Intcoupou}$$

La figure 3 permet de comparer aisément les valeurs mesurées de la R.C.A.I. aux valeurs déduites du modèle.

8.1.3. Interprétation des résultats

Tous les facteurs présents dans le modèle sont jugés très significatifs (tableau 4). En effet, toutes les valeurs absolues de la statistique t sont supérieures à $t(0,01;70) = 2,38$. Les coefficients du modèle permettent de comparer directement les influences des différents facteurs entre eux (figure 4). Le type de liant, la couture, le taux de liant, la pression d'injection, la température du moule et l'interaction entre la couture et le type de liant interviennent par ordre d'importance décroissante.

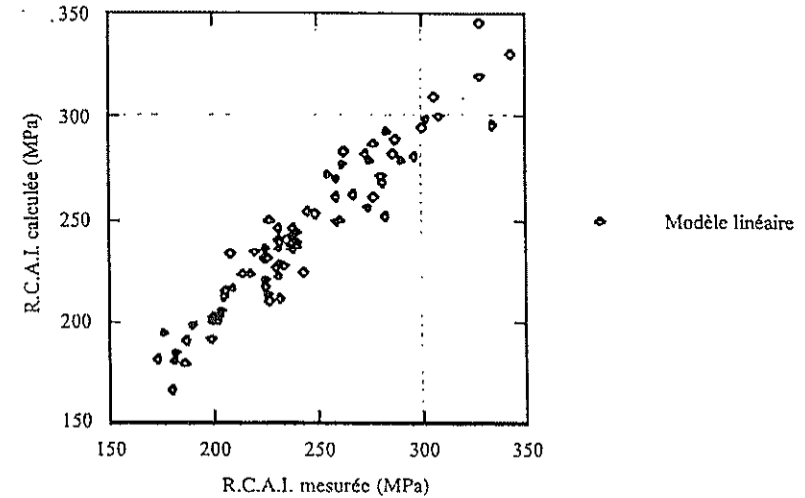


Figure 3. Comparaison du modèle aux mesures (R.C.A.I.)

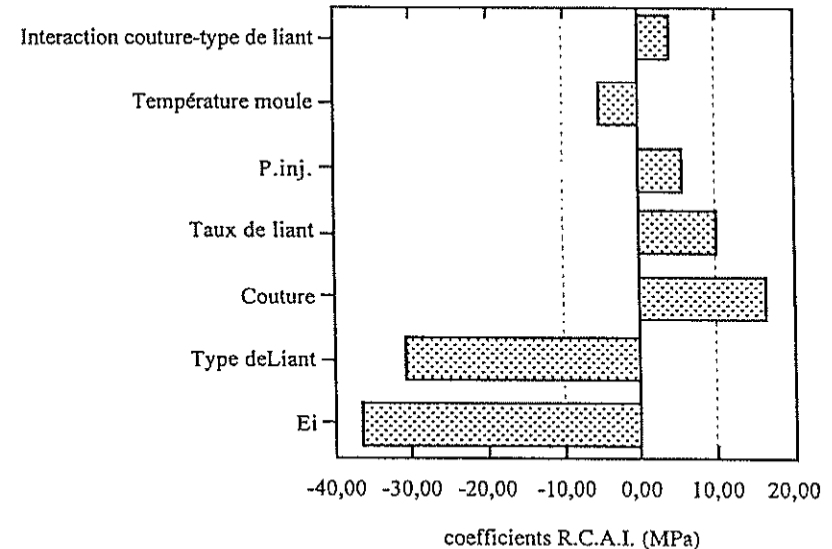


Figure 4. Effets des différents facteurs sur la R.C.A.I. (MPa)

Influence du type de liant utilisé

Le liant spécial RTM6 donne de plus mauvais résultats en R.C.A.I. que le liant standard (-61,2 MPa).

Influence de la couture

La couture améliore sans surprise la R.C.A.I.. La couture du composite améliore la R.C.A.I. de deux fois le coefficient correspondant soit 33,2 MPa. Néanmoins, l'influence relative de la couture par rapport à celle du type de liant utilisé est remarquable. C'est un résultat dont on ne pouvait pas se douter à priori.

Influence du taux de liant

Un taux de liant important améliore la R.C.A.I..
Un des moyens reconnus pour améliorer le comportement aux chocs d'une résine est d'y disperser une phase plus souple. Le liant se retrouve dans la résine et agit de cette façon pour améliorer les propriétés de résistance à la propagation des fissures de la résine. La zone endommagée sous une énergie d'impact donnée est réduite et la résistance résiduelle en compression est améliorée. Ce résultat confirme l'intérêt du contrôle du liant.

Influence de la température du moule

L'augmentation de la température du moule a tendance à faire chuter la R.C.A.I.

Influence de la pression d'injection

La pression d'injection présente un effet bénéfique sur la R.C.A.I. Cette influence peut s'interpréter en fonction de la concurrence des écoulements microscopiques et macroscopiques. Une pression plus importante s'accompagne d'un nombre plus important de ponts de fibre entre les couches du composite, ce qui donne une amélioration de la ténacité de la résine renforcée de quelques filaments de carbone déplacés par l'écoulement.

La résistance en compression après impact est fortement corrélée à la surface endommagée. C'est pourquoi nous allons analyser maintenant les résultats obtenus pour la surface endommagée dans sa connexion à la mise en œuvre. Nous comparerons ensuite les résultats obtenus en R.C.A.I. à la surface endommagée.

8.2. Surface endommagée

Les variables et le codage sont identiques à ceux du modèle de la R.C.A.I.

8.2.1. Modèle

Pour pouvoir faire la comparaison entre la surface endommagée et la résistance résiduelle en compression on ajoute une interaction significative entre la couture et le type de liant.

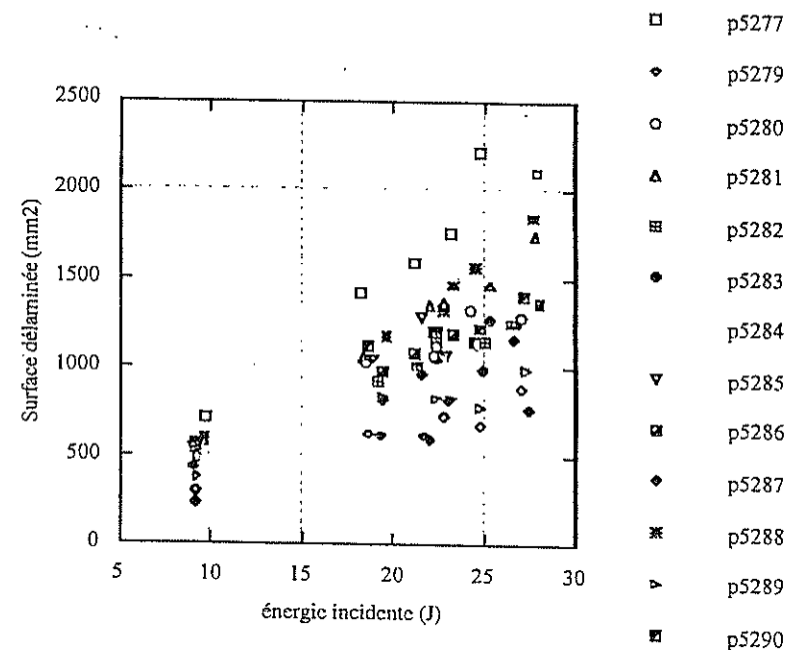


Figure 5. Surface délaminée en fonction de l'énergie incidente pour différentes conditions de fabrication

	Coefficients	Erreur-type	Statistique t	Signification?
Constante	842,93	28,75	29,32	TS
Type de liant	195,36	24,81	7,87	TS
Taux de liant	-124,54	15,38	-8,10	TS
Couture	-167,92	18,33	-9,16	TS
P_{inj}^2	61,26	30,68	2,00	S
T.moule	66,49	15,01	4,43	TS
Int. cou pou	-62,15	13,79	-4,51	TS
Int. Couture Ei	-83,61	20,68	-4,04	TS
Epaisseur	104,69	48,34	2,17	S
E_1	450,79	20,86	21,61	TS

Tableau 5. Tableau de signification statistique des différents facteurs

- Si |statistique| (valeur absolue) > $t(0,05,68) = 1,667$ le facteur est significatif.
Si |statistique| > $t(0,01,68) = 2,38$ le facteur est très significatif.

Tous les facteurs du sous-modèle sont significatifs ($Pinj^2$ ou épaisseur) ou très significatifs (les autres).

Test du R^2

$R^2 = 0,93$ $103,13 > F(0,05;9;68) = 2,02$ le modèle est jugé utile

La droite ajustée à nos données par la méthode des moindres carrés a pour équation (cf. première colonne du tableau précédent).

Surface endommagée (mm^2) = $842,93 + 450,79 * E_i + 195,36 * TYPE - 124,54 * TAUX - 167,92 * COU - 62,15 * Intcoupou + 61,26 * Pinj^2 + 66,49 * T_m - 83,61 * Int.Cou.Ei + 104,69 * Ep$.

Le modèle concernant la surface endommagée est adapté à être comparé au modèle pour la résistance résiduelle.

8.3. Comparaison de la R.C.A.I et de la surface endommagée

La comparaison peut se faire directement sur la base des résultats expérimentaux obtenus. On remarquera la liaison étroite entre surface endommagée et résistance en compression résiduelle après impact (figure 6).

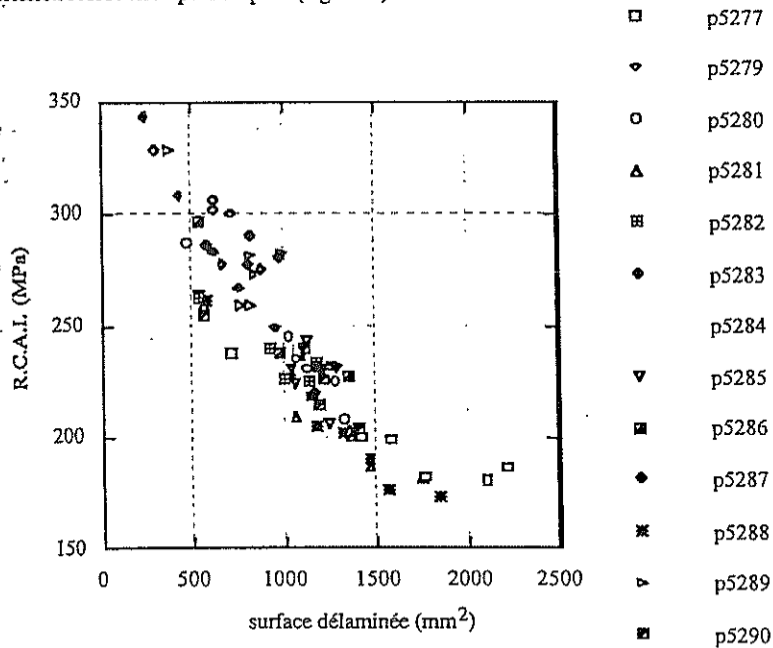


Figure 6. Résistance résiduelle en compression après impact (R.C.A.I) en fonction de la surface endommagée pour différentes conditions de fabrication

La comparaison peut être réalisée sur la base des coefficients des modèles obtenus (tableau 6).

	Coefficients Surf.délam.	Coefficient R.C.A.I.
Constante	842,93	257,49
Type de liant	195,36	-30,66
Taux de liant	-124,54	10,06
Couture	-167,92	16,59
$Pinj^2$	61,26	-
Pression d'injection	-	5,54
Température moule	66,49	-5,09
Interaction couture-type de liant	-62,15	3,75
Int. Couture-énergie incidente	-83,61	-
Épaisseur	104,69	-
énergie incidente	450,79	-36,29

Tableau 6. Table des coefficients pour la surface endommagée

Les facteurs qui favorisent l'étendue de la surface endommagée sont pénalisants pour la résistance en compression après impact. Rappelons que cette liaison étroite a fait dire à Prichard et Hogg [PRI90] que « l'essai de compression était une méthode complexe et coûteuse de mesure de la surface endommagée » (traduit de l'anglais).

On peut tirer de cette loi une méthode de calcul de la résistance résiduelle en compression connaissant la surface endommagée analogue à la méthode développée par Prichard et Hogg. Il faut nous intéresser en premier lieu au problème de concentration de contrainte.

8.3.1. Calcul de la concentration de contrainte en bord de zone affaiblie

Soit une zone endommagée circulaire (de rayon a) incluse dans une zone non endommagée (saine) (figure 7). Les deux zones sont considérées comme isotropes et sont définies par leurs modules d'Young et leurs coefficients de Poisson respectifs.

Pour calculer la concentration de contrainte en bord de zone endommagée on peut utiliser le modèle développé par Upadhyay et al. [UPA96]. Upadhyay et al. ont proposé une expression des contraintes dans la résine en bord d'une fibre circulaire incluse qui peut être adaptée pour prédire la rupture d'une plaque comportant une zone endommagée. Ce modèle a été développé pour des matériaux isotropes.

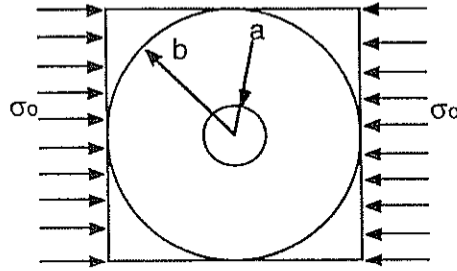


Figure 7. élément de volume représentatif comprenant une zone endommagée de rayon a sous contrainte uniaxiale

Pour le composite sain les contraintes et les déplacements sont donnés par

$$\sigma_r = \frac{\sigma_0}{2} \left[\frac{A}{1-\nu_f} \left(\frac{a}{r} \right)^2 + \frac{N}{D(1-\nu_f)} + \left\{ \frac{S}{T} - 3B \left(\frac{a}{r} \right)^4 + 4B \left(\frac{a}{r} \right)^2 \right\} \cos(2\theta) \right] \quad [5]$$

$$\sigma_\theta = \frac{\sigma_0}{2} \left[-\frac{A}{1-\nu_f} \left(\frac{a}{r} \right)^2 + \frac{N}{D(1-\nu_f)} - \left\{ \frac{S}{T} - 3B \left(\frac{a}{r} \right)^4 \right\} \cos(2\theta) \right] \quad [6]$$

$$\tau_{r\theta} = -\frac{\sigma_0}{2} \left[\frac{S}{T} + 3B \left(\frac{a}{r} \right)^4 - 2B \left(\frac{a}{r} \right)^2 \right] \sin 2\theta \quad [7]$$

$$U = \frac{\sigma_0 r}{2E_1} \left[-\frac{(1+\nu_1)A}{(1-\nu_f)} \left(\frac{a}{r} \right)^2 + (1-\nu_1) \frac{N}{D(1-\nu_f)} + \left\{ (1-\nu_1) \frac{S}{T} + (1+\nu_1) B \left(\frac{a}{r} \right)^4 + 4B \left(\frac{a}{r} \right)^2 \right\} \cos 2\theta \right]$$

$$V = -\frac{\sigma_0 r}{2E_1} \left[(1+\nu_1) \frac{S}{T} - (1+\nu_1) B \left(\frac{a}{r} \right)^4 - 2(1-\nu_1) B \left(\frac{a}{r} \right)^2 \right] \sin 2\theta \quad [8]$$

où U et V sont respectivement les composantes radiales et tangentielles du déplacement.

σ_r , σ_θ , $\tau_{r\theta}$, sont les composante radiales, tangentielles et de scission du tenseur des contraintes. Les différentes constantes sont définies par :

$$S = E_1(1+\nu_2) + E_2(3-\nu_1)$$

$$T = E_1(1+\nu_2) + E_2(3-\nu_1) + \{E_1(1+\nu_2) - E_2(1+\nu_1)\} \{3\nu_f^2 - 4\nu_f\}$$

$$N = E_1(1+\nu_2) + E_2(1+\nu_1)$$

$$D = E_1(1-\nu_2) + E_2 \left(\frac{1+\nu_f}{1-\nu_f} + \nu_1 \right) \quad [9]$$

$$\Lambda = \frac{E_2(1-\nu_1) - E_1(1-\nu_2)}{D}$$

$$B = \frac{E_2(1-\nu_1) - E_1(1-\nu_2)}{T}$$

E_i et ν_i Module d'Young et coefficient de poisson respectivement, $i = 1$ pour la zone endommagée et $i = 2$ pour le composite sain.

$$\nu_f = \left(\frac{a}{b} \right)^2 \quad [10]$$

Pour le composite endommagé, on peut écrire :

$$\sigma_r = \frac{\sigma_0}{2} \left[1 + \Lambda + \frac{4E_2}{T} \cos 2\theta \right]$$

$$\sigma_\theta = \frac{\sigma_0}{2} \left[1 + \Lambda - \frac{4E_2}{T} \cos 2\theta \right] \quad [11]$$

$$\tau_{r\theta} = -\frac{\sigma_0}{2} \left[\frac{4E_2}{T} \right] \sin 2\theta$$

$$U = \frac{\sigma_0 r}{2E_2} \left[(1-\nu_2)(1+\Lambda) + 4(1+\nu_2) \frac{E_2}{T} \cos 2\theta \right]$$

$$V = -\frac{r\sigma_0}{2E_2} \left[4(1+\nu_2) \frac{E_2}{T} \sin 2\theta \right] \quad [12]$$

D'après l'équation [5] la contrainte en bord de zone endommagée pour le composite sain est :

$$\sigma_\theta \left(\theta = \frac{\pi}{2}; r = a \right) = \frac{\sigma_0}{2} \left[-\frac{A}{1-\nu_f} + \frac{N}{D(1-\nu_f)} + \left\{ \frac{S}{T} - 3B \right\} \right] \quad [13]$$

La zone endommagée est remplacée par une zone circulaire de rayon a et de même surface

$$a = \sqrt{\frac{S}{\pi}} \quad [14]$$

$$B = 50\text{mm}$$

La zone endommagée est modélisée par une zone de rigidité réduite évoluant avec la taille de la zone endommagée.

$$E_2 = (1 - k \cdot a) E_1$$

$$k = 0,029 \text{ (valeur d'ajustement)}$$

$$\text{surcontrainte} = \frac{\sigma_\theta \left(\theta = \frac{\pi}{2}; r = a \right)}{\sigma_0} \quad [15]$$

La représentation graphique de cette dernière équation et des données expérimentales en fonction de la surface endommagée donne la figure 8.

La figure 8 illustre la capacité d'un tel modèle à rendre compte simplement de l'endommagement lié à l'impact. Ce modèle peut sembler abstrait. En fait, ses bases physiques sont simples. La rigidité en compression de la zone endommagée décroît avec l'endommagement de cette zone et donc par extension avec la taille de la zone endommagée.

Si nous prolongeons la logique de Prichard et Hogg [PRI 90], il est intéressant de disposer dès l'impact d'une indication de l'endommagement du matériau. Pour cela une indication utile est apportée par le déplacement maximum au cours de l'impact.

8.4. Déplacement maximum

La durée du choc d'une masse m (impacteur) et d'un ressort de raideur k (plaque) peut se calculer analytiquement en résolvant l'équation 16

$$mg - k(t)x = m\ddot{x} \quad [16]$$

$$\text{Si } k \text{ est constante la durée du choc s'exprime : } t = \pi \sqrt{\frac{m}{k}} \quad [17]$$

$$\text{et le déplacement de l'impacteur est donné par : } x_{\max} = v_0 \sqrt{\frac{m}{k}} \quad [18]$$

avec v_0 : vitesse de l'impacteur au moment du choc (à $t = 0$).

Si la raideur du ressort évolue avec le temps, on peut résoudre numériquement l'équation différentielle du mouvement 16 pour obtenir une expression de la durée du choc et du déplacement maximum. Le problème est que l'on ne connaît pas l'évolution de la raideur avec le temps.

Les équations précédentes nous apprennent cependant que le déplacement et la durée du choc sont des fonctions décroissantes de la raideur de la plaque. A mesure que la raideur de la plaque diminue, la durée et le déplacement maximum augmentent. On attend donc de l'analyse du déplacement maximum des informations sur les paramètres conditionnant l'endommagement du composite sous impact.

Nous prenons comme estimateur du déplacement maximum le déplacement maximum mesuré au cours de l'essai (depmax.) diminué de la profondeur d'empreinte (P.E.). Cela correspond au déplacement maximal du plan moyen de la plaque impactée.

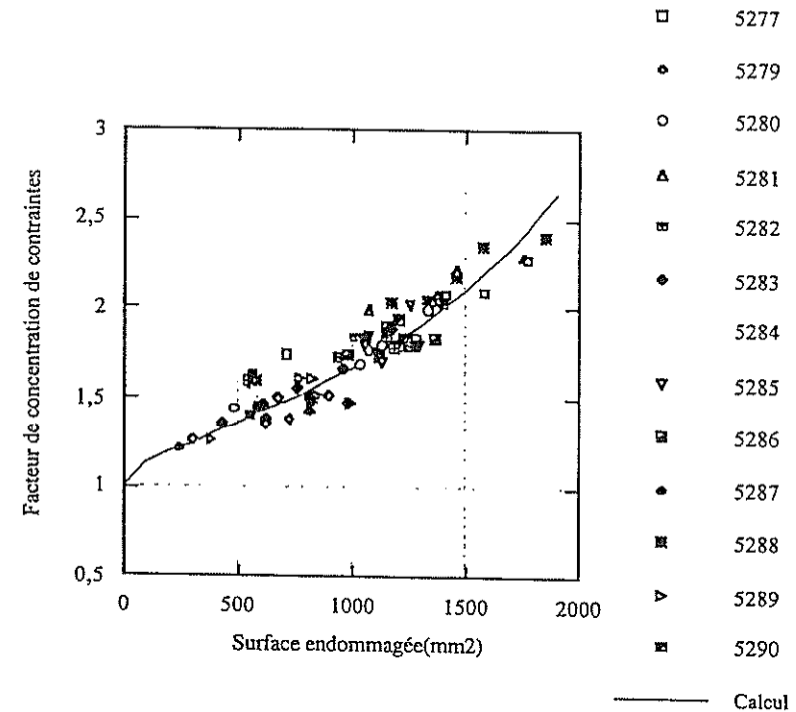


Figure 8. Comparaison Calcul/Expérience pour la R.C.A.I.

8.4.1. Régression multilinéaire

Nous cherchons à analyser $\ln(\text{depmax-Prof.Emp.})$ en fonction des facteurs suivants :

FACTEURS

Ln(vo)
 Masse
 Epaisseur³ (codée sur -1;1)
 T.moule
 T.moule² (carré de la variable codée Tmoule)
 Pression d'injection
 Pinj² (carré de la variable codée pression d' injection)
 Interaction couture-type de liant
 Couture
 Taux de liant
 Type de liant

Tableau 7. Facteurs utilisés dans le modèle

	Coefficients	Erreur-type	Statistique t	Significatif?
Constante	1,241	0,004	306,611	TS
Type de liant	0,015	0,003	4,514	TS
Taux	-0,013	0,002	-6,269	TS
Couture	-0,004	0,002	-1,704	S
Pres.inj.	-0,007	0,002	-3,544	TS
Epaisseur ³	-0,023	0,007	-3,298	TS
Masse	0,236	0,002	99,064	TS
Ln(vo)	0,250	0,003	80,134	TS

$t(0,05,66) = 1,67$ et $t(0,01,66) = 2,38$

Tableau 8. Tableau de signification statistique des différents facteurs

Le tableau 8 montre que la température du moule, le carré de la pression d'injection et l'interaction entre la couture et le type de liant ne sont pas statistiquement significatifs.

La couture a un effet significatif, les autres facteurs ont des effets très significatifs.

Test du R²

$R^2 = 0,994$ $1040,1 > 1,98 = F(0,05;10;66)$ le modèle est jugé utile et la figure 9 illustre cette tendance.

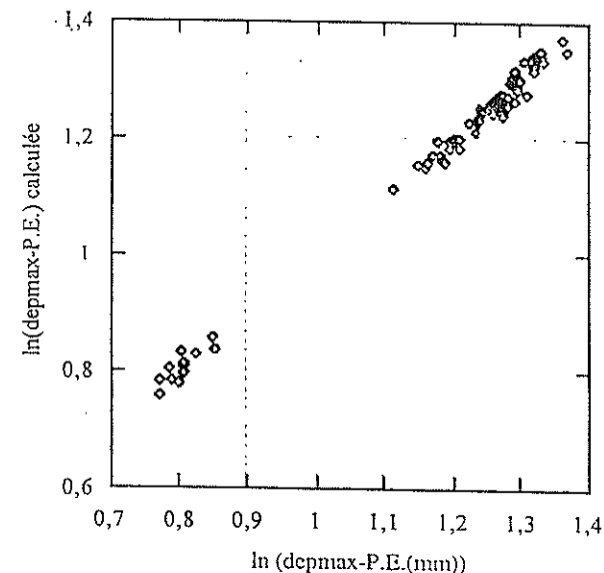


Figure 9. Comparaison du modèle au calcul

Nous représentons également les effets des différents facteurs significatifs grâce à la figure 10.

8.4.2. Interprétation des résultats

Le déplacement maximum du plan moyen de la plaque donne un indice de l'endommagement du matériau. A vitesse et masse imposées, le déplacement maximum du plan moyen de la plaque est une fonction décroissante :

- du cube de l'épaisseur de la plaque (raideur du ressort équivalent à la plaque) ;
- du taux de liant (limitant l'extension de la zone endommagée par la présence d'une phase plus souple dans la résine) ;
- de la pression d'injection (augmentation de la rigidité de la plaque).

Inversement, le déplacement maximum est une fonction croissante du type de liant. Le liant spécial RTM6 conduit à un déplacement maximal du plan moyen plus important. C'est la traduction d'un endommagement plus important dans le cas du liant spécial RTM6 (cf. Surface endommagée). Par extension, le taux, le type et la pression d'injection conditionnent l'endommagement du matériau.

Dans l'approche R.C.A.I. au B.V.I.D. (*Barely Visible Impact Damage*), un paramètre influent est la profondeur d'empreinte ; ainsi nous réalisons une nouvelle analyse en nous intéressant à ce paramètre.

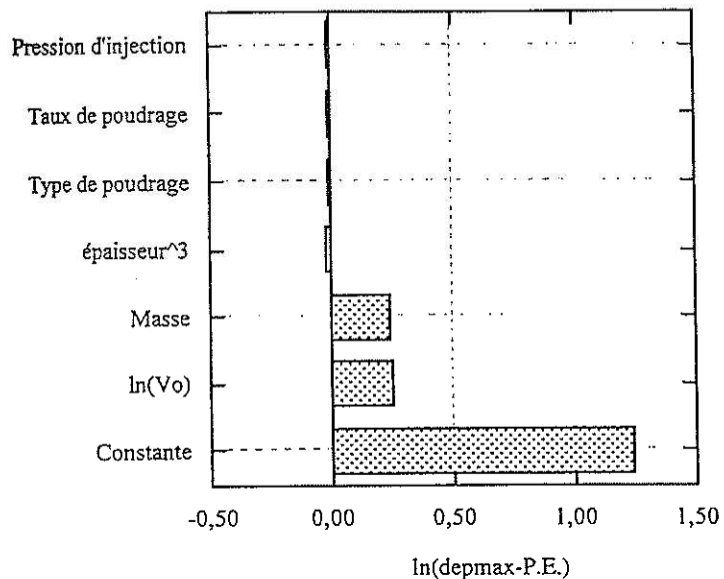


Figure 10. Effets des différents facteurs significatifs

8.5. Profondeur d'empreinte

Les résultats expérimentaux prennent la forme de la figure 11.

L'observation du graphique de la figure 11 nous suggère une interaction entre l'énergie incidente et la masse de l'impacteur. La variation de la profondeur d'empreinte avec l'énergie incidente est différente si la masse de l'impacteur est différente. Rappelons que la masse de 2,55 kg correspond aux points à 10, 20 et 23 joules et que la masse de 6,69 kg correspond aux points à 25, 27, et 30 J. On observe sur le graphique une rupture de pente. Il y a donc interaction entre la masse et l'énergie incidente. Nous prendrons par conséquent ce facteur en compte dans l'analyse. La figure 12 relie la vitesse initiale de l'impacteur au moment du choc et la profondeur d'empreinte. Elle nous permet d'identifier la nécessaire prise en compte d'une interaction.

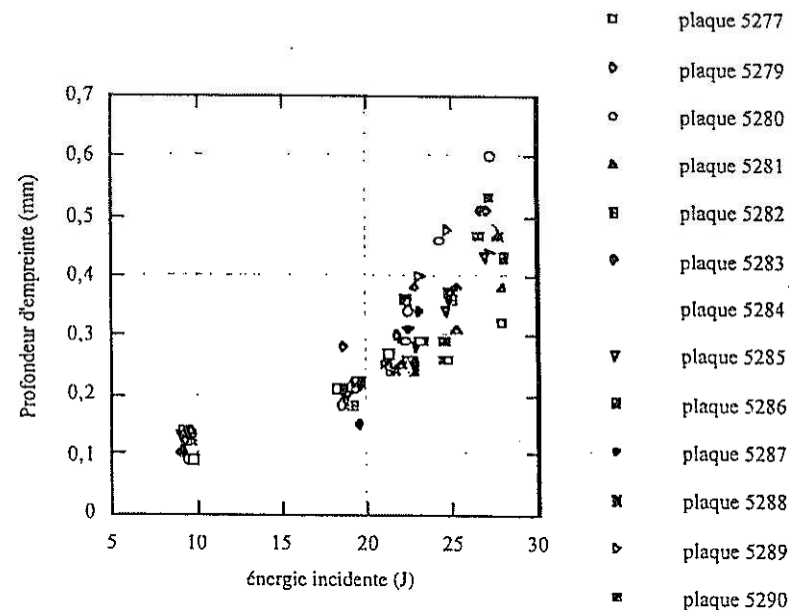


Figure 11. Profondeur d'empreinte en fonction de l'énergie incidente et des conditions de fabrication

En effet, le graphe de la figure 12 permet de discerner deux ensembles de points :

- en bas et alignés sur une droite de faible pente on trouve les points ayant été impactés à 2,55 kg.
- à gauche, au dessus de la profondeur d'empreinte de 0,2 mm, et alignés sur une droite à forte pente se positionnent les points ayant été impactés à 6,69 kg.

Cela montre que pour une variation sensiblement identique de la vitesse initiale (ou de l'énergie incidente) on observe, à masse croissante une augmentation nettement plus sensible de la profondeur d'empreinte avec la vitesse.

L'interaction entre masse et vitesse initiale doit donc être prise en compte.

8.5.1. Régression multilinéaire

Nous avons analysé $\ln(\text{profondeur d'empreinte})$ en fonction des facteurs codés du tableau 9.

Remarques sur les interactions :

L'interaction masse V_0 est le produit des facteurs codés masse et V_0 .

L'interaction masse E_i est le produit des facteurs codés masse et E_i .

Test du R^2
 $R^2 = 0,919$ $97,87 > F(0,05;8;69) = 2,076$ le modèle est jugé utile.

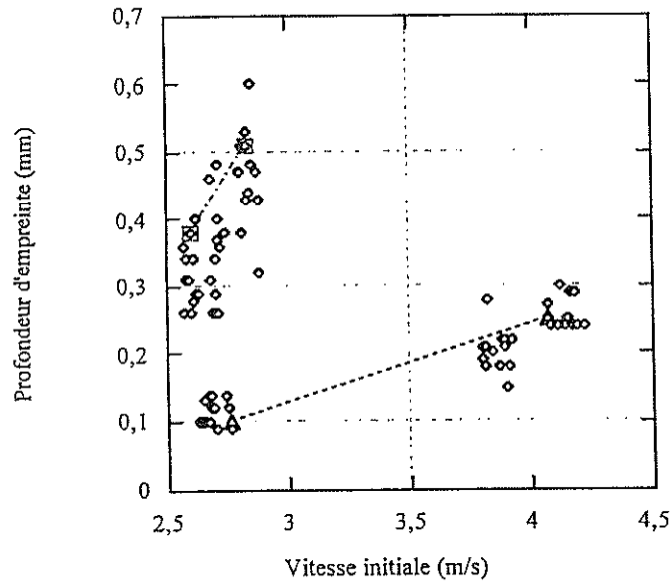


Figure 12. Profondeur d'empreinte en fonction de la vitesse initiale pour deux masses d'impacteur

Type de liant
Taux de liant
Couture
Interaction masse Vo
Pression d'injection
Température du moule
T^2
Pression de maintien
Interaction masse Ei
Epaisseur
Vo
Masse
Ln(Ei)
Energie incidente

Tableau 9. Tableau des variables du modèle initial

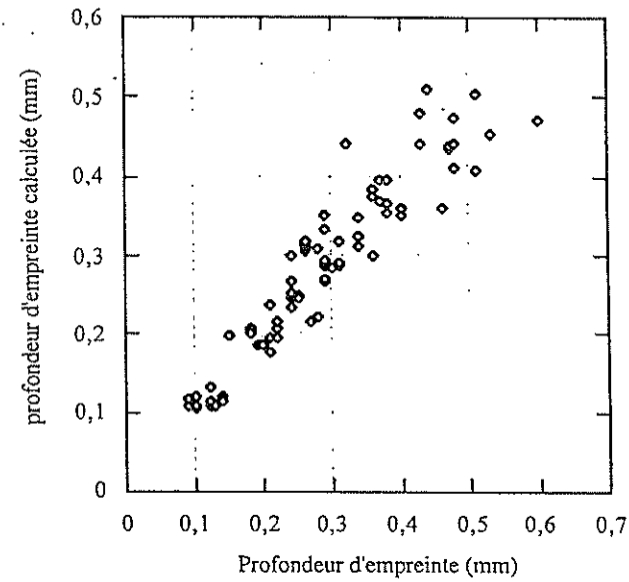


Figure 13. Comparaison modèle-calcul pour la profondeur d'empreinte

Le modèle étant adéquat, nous pouvons nous intéresser à la signification des facteurs du modèle en analysant le tableau 10.

La comparaison des effets peut être faite sur la base du tableau 10 et de la figure 14.

	Coefficients	Erreur-type	Statistique t	signification
CONSTANTE	-0,178	0,603	-0,296	NS
TAUX	0,036	0,018	1,983	S
COUTURE	0,086	0,020	4,213	TS
P.MAINTIEN	-0,029	0,018	-1,661	NS
INT M EI	0,511	0,121	4,226	TS
ÉPAISSEUR	-0,122	0,035	-3,457	TS
VO	2,285	0,872	2,620	TS
MASSE	2,082	0,799	2,607	TS
LN(EI)	-1,714	0,936	-1,831	S
$t(0,05,69) = 1,667$		$t(0,01,69) = 2,382$		

Tableau 10. Table des coefficients

La droite ajustée à nos données par la méthode des moindres carrés a pour équation :

$$\ln(P.E.) = -1,714 \cdot \ln(E_i) + 2,082 \cdot \text{masse} + 2,285 \cdot V_0 - 0,122 \cdot \text{épaisseur} + 0,511 \cdot \text{INT.m.Ei} - 0,029 \cdot P_{\text{main}} + 0,086 \cdot \text{COU} + 0,036 \cdot \text{TAUX} - 0,178$$

La constante et la pression de maintien sont jugées non significatives. La pression de maintien peut quand même être jugée significative avec un niveau de confiance de 95 % car la statistique $t(1,66)$ est très proche du seuil (1,667).

$\ln(E_i)$ est jugé significatif à 95 % mais pas à 99 %.

Le taux, la couture, l'interaction entre la masse et l'énergie incidente, l'épaisseur, la vitesse initiale et la masse de l'impacteur sont jugés significatifs à 99 %.

L'influence relative des différents facteurs apparaît clairement sur la figure 14.

8.5.2. Interprétation des résultats

Nous articulons nos interprétations d'une part autour des paramètres d'essais d'impact et d'autre part sur les paramètres procédé.

Les paramètres d'impact

La *profondeur d'empreinte* augmente avec la masse de l'impacteur, la vitesse initiale et, l'interaction entre la masse et l'énergie incidente. L'interaction entre la masse et l'énergie incidente est confirmée comme significative d'un point de vue statistique.

Les facteurs $\ln(E_i)$, épaisseur, pression de maintien ont tendance à limiter la profondeur de l'empreinte laissée par l'impact.

Il faut considérer les quatre paramètres $\ln(E_i)$, masse, vitesse initiale et interaction masse E_i pour bien modéliser la profondeur d'empreinte. L'effet négatif de l'énergie incidente (diminution de la profondeur d'empreinte) est à considérer avec précaution. E_i , m et V_0 sont en effet liés. L'effet négatif de $\ln(E_i)$ n'a pas de signification physique. La profondeur d'empreinte croît avec l'énergie incidente (par l'intermédiaire de la masse et de la vitesse initiale).

Les paramètres de fabrication

Influence de la pression de maintien

La pression de maintien est un facteur limitant de la profondeur d'empreinte. On savait déjà que la pression de maintien contrôlait la qualité de la surface pour des pièces destinées au secteur automobile. On retrouve ici l'influence de la pression de maintien sur les propriétés surfaciques de la plaque.

Influence de la couture

La plaque cousue est en moyenne plus marquée que la plaque non cousue. La plaque non cousue s'endommage par délaminage. La plaque cousue s'endommage plus difficilement par délaminage.

Influence du taux de liant

Un taux de liant plus important affecte les propriétés de la résine qui est plus marquée par un impact et répond plus localement à l'impact.

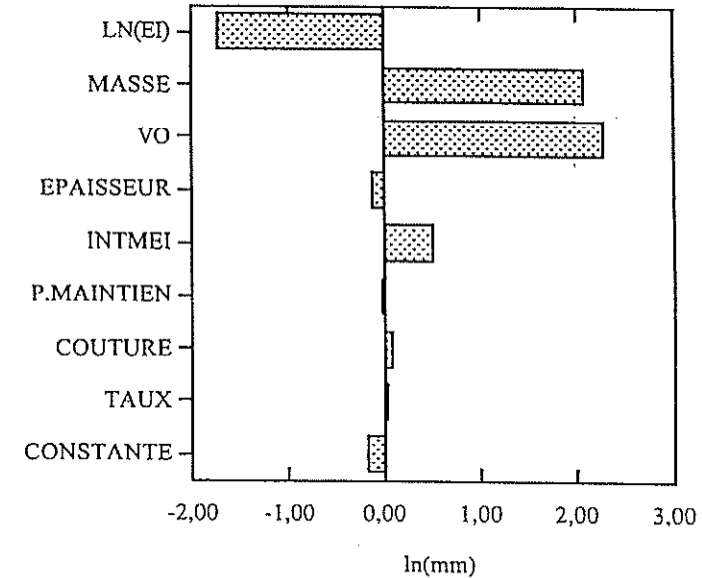


Figure 14. Comparaison de l'influence des différents facteurs significatifs sur \ln (profondeur d'empreinte)

9. Conclusion

L'étude expérimentale de l'influence de la mise en œuvre par moulage transfert de résine (R.T.M.) sur les propriétés mécaniques sous et après impact de composites carbone/époxy a été réalisée.

L'étude démontre l'importance du type de liant utilisé. En outre la couture et le taux de liant (poudrage) employés limitent l'étendue du dommage d'impact et ainsi contribuent à la conservation d'une plus grande fraction des propriétés mécaniques du matériau non endommagé.

Le comportement en compression après impact semble être seulement conditionné par l'étendue de la zone endommagée. La comparaison des valeurs obtenues expérimentalement (R.C.A.I. et surface endommagée) entre elles d'une part et, la comparaison à un modèle de concentration de contraintes autour d'une

zone dont la rigidité évolue en fonction de la taille de la zone endommagée d'autre part, appuyent cette hypothèse.

La profondeur de l'empreinte laissée par l'impacteur est sensible à la masse de l'impacteur. L'étude a donc démontré qu'un impact ne pouvait être caractérisé par sa seule énergie incidente.

10. Bibliographie

- [BER 97 (a)] BERTHET F. et al., « R.T.M. conditions de mise en œuvre, caractéristiques mécaniques des pièces », *Composites*, n° 21, mai-juin 1997.
- [BER 97 (b)] BERTHET F. et al., « RTM Carbon composites - Influence of process parameters on compression after impact strength », *Proceeding of the 11th International Conference on Composites Materials (1997)*, Gold coast, Australia, 14-18 July.
- [BER 98] BERTHET F., « Contribution à l'étude de l'influence des paramètres de mise en œuvre et de constitution sur les propriétés mécaniques de composites carbone/époxy injectés sur renfort (R.T.M.) », Thèse de doctorat, Ecole Nationale des Mines de Paris, 1998.
- [DRA 94] DRANSFIELD K. et al., « Improving the delamination resistance of CFRP by stitching-a review », *Composites Science and Technology*, 50 (1994), p. 305-317.
- [KUT 95] KUTTENKEULER J., GRENESTEDT J.L., « Influence of process parameters on mechanical behaviour of RTM moldings », *Proceedings of ICCM-10*, Whistler, B.C., Canada, August 1995, p. III-261, III-268.
- [PRI 90] PRICHARD J.C., HOGG P.J., « The role of impact damage in post impact compression testing », *Composites*, vol. 21, n° 6, November 1990, p. 503-511.
- [SAP 90] SAPORTA G., *Probabilités analyse de données et statistique*, Editions Technip-Paris, 1990 p. 375-380.
- [YU 97] YU H.W., YOUNG W.B., « Optimal Design of Process Parameters for Resin Transfer Molding », *Journal of Composite Materials*, Vol. 31, n° 11, 1997, p. 1113-1140.