

INTRODUCTION GENERALE

Le développement des matériaux composites est né de la volonté d'allier les qualités techniques au besoin d'allégement dans un même matériau, qui par la suite doit s'adapter aux solutions technologiques des problèmes à résoudre.

Un matériau composite résulte de l'association de deux matériaux différents aussi bien par leur forme que par leurs propriétés mécaniques ou chimiques pour tenter d'accroître leurs performances. Les deux constituants du composite sont la matrice et le renfort, qui en se combinant donnent un matériau hétérogène souvent anisotrope, c'est-à-dire dont les propriétés diffèrent suivant les directions. Les matériaux constituant le composite sont généralement choisis en fonction de l'application que l'on souhaite en faire par la suite. Les critères de choix peuvent être, par exemple, les propriétés mécaniques requises, la résistance à la chaleur ou à l'eau ? ou même la méthode de mise en œuvre.

Plus particulièrement, les matériaux composites à matrice organique et à renfort fibres de verre ou carbone trouvent de plus en plus d'applications dans la réalisation de pièces structurales de dimensions diverses dans de nombreux secteurs industriels tels que l'aéronautique (où l'utilisation de ces matériaux s'est imposée et ne cesse de croître rapidement), la construction automobile (pour réduire la consommation d'énergie ; en raison du coût élevé de ces matériaux, un effort particulier est fait en direction d'une réduction des coûts de fabrication), le bâtiment, l'industrie chimique, pétrochimique... Ces secteurs se sont tournés vers cette alternative pour leurs applications pour plusieurs raisons. En effet le remplacement des matériaux métalliques par ces matériaux composites a été motivé par l'allégement des structures à propriétés mécaniques égales voire supérieures à celles des pièces métalliques, le coût global modéré (matière première, mise en œuvre...).

Le procédé d'échauffement par irradiation micro-ondes concerne de nombreux secteurs industriels, parmi lesquels : l'agro-alimentaire, l'industrie des caoutchoucs et des plastiques (vulcanisation, polymérisation), la pharmacie (séchage de produits), le frittage de céramiques, le traitement de surface de polymères, la chimie de synthèse. Ce procédé est à présent amplement appliqué grâce à ses performances en termes de rapidité et d'amélioration de la qualité.

Pour bien mettre en évidence la caractéristique de temps, comparons le chauffage par hystérésis diélectrique avec le procédé « classique » de chauffage par

air chaud. Pour une meilleure comparaison, une simulation de ces deux procédés a été réalisée [1-3].

Le chauffage classique ou conventionnel est réalisé par circulation d'air chaud permettant le maintien d'une température de $T_0 = 100\text{ °C}$ à la surface de l'objet à élaborer. La densité de puissance est supposée nulle dans ce cas.

En ce qui concerne le chauffage par hystérésis diélectrique, une densité de puissance volumique de 1 W.cm^{-3} est prise en compte, la densité est considérée constante dans l'épaisseur de l'objet et tout au long du procédé. Puis l'on suppose l'objet placé dans un milieu de température ambiante $T_a = 20\text{ °C}$. Enfin, on considère que les propriétés du milieu restent constantes au cours de l'élévation de la température.

Les résultats de cette simulation sont présentés figure1 et figure 2.

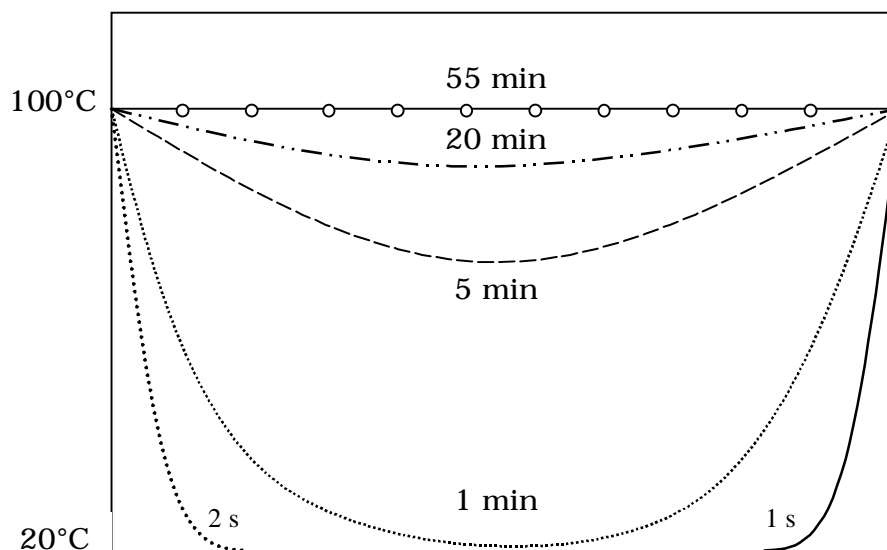


Figure1 : Profil de température obtenu par chauffage classique.

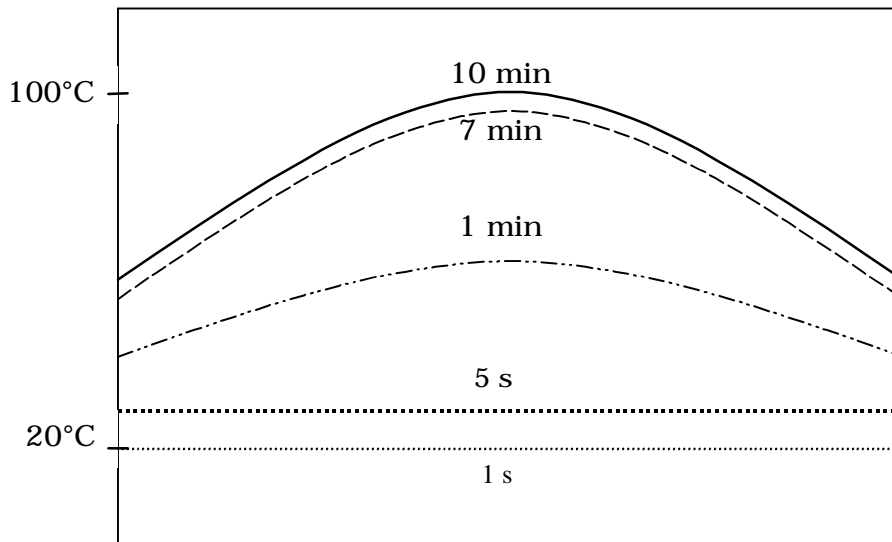


Figure2 : Profil de température obtenu par chauffage micro-ondes.

En comparant les résultats obtenus, il est clair que l'élévation de la température est beaucoup plus lente en chauffage classique puisqu'il faut attendre 55 min pour atteindre 100 °C. A puissance égale, en chauffage par pertes diélectriques, la montée en température se fait bien plus rapidement puisque dans ce cas il faut 10 min seulement pour atteindre la température de 100 °C. Ces valeurs peuvent varier suivant les propriétés du matériau à chauffer, puisque la constante de temps $\tau = \frac{L^2}{a}$ est fonction à la fois de la longueur de l'objet à chauffer (L) ainsi que de sa diffusivité thermique (a).

De plus on note que, sur les courbes de température obtenues (figures 1 et 2) à l'équilibre thermique, la température est uniforme et égale à la température de surface imposée dans le cas du chauffage classique, tandis que le profil thermique n'est pas uniforme pour le chauffage micro-ondes malgré une distribution homogène de la puissance. Ce phénomène est lié à la déperdition de chaleur en surface. Nous verrons ultérieurement qu'un choix judicieux du remplissage en matériaux diélectriques de l'applicateur permet d'obtenir le profil de température souhaité au sein du produit, avec deux sources d'alimentation micro-ondes.

L'élaboration de matériaux composites à matrice polymère thermodurcissable nécessite généralement une étape de chauffage, c'est-à-dire un apport de chaleur au sein des pièces à élaborer contenues dans des moules fermés. Le chauffage conventionnel utilisé actuellement est réalisé à partir de la paroi chaude du moule. L'inconvénient majeur de ce procédé est la durée importante de l'opération pouvant

atteindre quelques heures. Cela provient d'une part de la faible conductivité thermique du matériau composite ne permettant pas un transfert facile de chaleur jusqu'au cœur du matériau, d'autre part de la forte thermodégradabilité de ce type de matériau limitant l'élévation des températures de surface. Par conséquent, le procédé d'élaboration par chauffage classique des composites à matrice thermodurcissable est limité par le temps caractéristique de la diffusion de la chaleur. L'utilisation du chauffage par hystérésis diélectrique a apporté la solution à cette limitation. En effet, par son action en volume, le procédé micro-ondes permet d'agir rapidement au cœur des matériaux mauvais conducteurs de chaleur (tels que les matrices organiques) sur quelques centimètres d'épaisseur. La rapidité du traitement, d'une durée de quelques minutes, provient de la mise en œuvre de puissances par unité de volume pouvant être très élevées sans risque de surchauffe de la surface du matériau, contrairement au procédé conventionnel.

Toutefois, la réduction de la durée de l'opération thermique est fonction de la mise en forme du matériau résultant du fluage de la matrice organique. Ce fluage de la matrice du matériau composite a principalement pour rôle de réduire les porosités consécutives à l'emprisonnement de bulles d'air lors de l'empilement des feuilles de composites préimprégnés dans le moule.

Initialement, nous nous sommes donc interrogés uniquement aux conséquences d'une transformation trop rapide de la matrice organique lors de la mise en forme du matériau composite, à savoir, à la façon dont s'effectue l'écoulement avec l'idée, non seulement, de quantifier cet écoulement, mais également d'étudier son influence sur la distribution de la pression ou vice versa. Les diverses expérimentations qui ont été réalisées par la suite, dans le but de comprendre la manière dont l'écoulement se met en place lors de cette mise en forme de la pièce, nous ont conduits à devoir prendre en compte un phénomène physique supplémentaire qui ne l'était pas initialement. Il s'agit du phénomène de filtration de la matrice réactive par le renfort fibreux, provoquant une séparation de phases.

Ainsi la problématique d'origine en a entraîné une autre, et tout cela nous a conduit aux interrogations suivantes :

- la réduction du temps d'élaboration d'une pièce en composite, liée au chauffage par hystérésis diélectrique, est-elle compatible avec le temps nécessaire à la mise en forme de la pièce ?

- qu'en est-il de la distribution spatiale de la viscosité $\eta(T)$ au sein du matériau chauffé avec un gradient thermique inversé par rapport au chauffage conventionnel ?
- peut-on ou doit-on réduire le temps de fluage de la matière ?
- si on opte pour la réduction du temps de fluage, comment doit-on procéder ?
- si réduction de ce temps thermique il y a, qu'en est-il de la matière qui diffuse ?

Ce travail s'inscrit dans le cadre d'une contribution sur l'étude des phénomènes rhéologiques se déroulant au cours du procédé et s'articule autour de trois grandes parties :

- 1) Le chapitre 1 concerne les analyses électromagnétique et chimique des conditions de mise en œuvre du chauffage par hystérésis diélectrique pour des objets en matériau composite à fibres de verre unidirectionnelles,
- 2) Le chapitre 2 traite les caractérisations physicochimiques de la matrice constituée d'une résine époxydique associée à un durcisseur diaminé, en fonction de la température et en fonction des paramètres de son écoulement ; ces caractérisations comprennent la mesure dynamique de la viscosité, la mesure de l'avancement de la réaction par DSC, les caractérisations diélectriques par la méthode des petites perturbations des cavités résonnantes, le contrôle de la composition des mélanges réactifs par GPC,
- 3) Le chapitre 3 concerne une étude thermique, aussi bien sur le plan expérimental que sur le plan de la modélisation, ainsi que les conséquences de ces résultats sur le transfert de matière au cours du procédé. Dans cette partie on retrouve l'application de précédentes analyses à l'évolution du système physique permettant la transformation du matériau.

Ce travail de recherche aboutit à une synthèse de l'ensemble des paramètres physiques et de leurs interdépendances, pendant la mise en forme des matériaux et donc à la maîtrise du procédé.

