

THÈSE

présentée à

L'UNIVERSITÉ DES SCIENCES ET TECHNOLOGIES DE LILLE FLANDRES ARTOIS

pour l'obtention du titre de

DOCTEUR

en CHIMIE ORGANIQUE ET MACROMOLÉCULAIRE

Spécialité : Polymères à l'état solide

par

Geoffroy GOULLEY Geofroi Ingénieur des Mines de DOUAI

ÉTUDE DES ÉCOULEMENTS DANS LES PROCÉDÉS **D'INJECTION DE RÉSINE SUR RENFORT**

Soutenue le : 28 novembre 1995

Membres du jury:

M. CAZÉ : M. DESMET : M. VILLOUTREX : Rapporteur M. LORY : M. RIETSCH : M. PABIOT :

Président Rapporteur Examinateur Examinateur Examinateur

Laboratoire d'accueil : École des Mines de DOUAI, Département Technologie des Polymères et Composites.

Directeurs de Thèse :

Nº d'ordre :

M. RIETSCH : Professeur à l'Université de Lille 1 - EUDIL M. PABIOT : Professeur à l'École des Mines de DOUAI, Directeur du Département Technologie des Polymères et Composites



gen 10 m 5 3 10

Sommaire

1

SOMMAIRE

p	9	σ	ρ	C
T	a	В	C	0

Sommaire	1
Remerciements	4
Introduction	5
Chapitre I : Analyse bibliographique	7
1.1. Analyse technologique et economique du procédé d'injection de résine sur renfort	8
1.1.1. Présentation	8
1.1.1.1. Différents types d'injection sur renfort	8
1.1.1.2. Historique	9
1.1.1.3. Principe des procédés d'injection sur renfort	10
1.1.2. Analyse technologique	11
1.1.2.1. Matières premières	11
1.1.2.2. Outillages	17
1.1.2.3. Machines d'injection	19
1.1.3. Analyse économique	20
1.1.3.1. Comparaisons avec les procédés concurrents	20
1.1.3.2. Intérêts de l'injection sur renfort	22
1.1.3.3. Applications actuelles	24
1.1.3.4. Avenir des procédés d'injection sur renfort	25
1.1.4. Voies d'amélioration	26
1.1.4.1. Problèmes technologiques	26
1.1.4.2. Besoins en modélisation	28
1.1.5. Conclusion (sur la présentation des technologies RTM et SRIM)	29
1.2 Détermination expérimentale et théorique des perméabilités	29
1.2.1 Notion de perméabilité - Loi de Darcy	29
1.2.2 Détermination expérimentale des perméabilités longitudinales	32
1.2.2. Détermination experimentale des permetonnes fongitadmales	33
1.2.2.7. Détermination par perte de charge et débit biavial	37
1.2.2.2. Détermination par perte de la perméabilité transversale	42
1.2.4 Calculs de prévision et modélisation des perméabilités	45
1.2.4.1 Détermination de perméabilités à partir de formules empiriques	45
1.2.4.2. Détermination de perméabilités à partir de modèles	46
1.3 Conclusion et programme de recherche	53
1.5. Conclusion et programme de recherche	55
Chanitre II · Movens et résultats exnérimentaux	56
2.1 Matériaux utilisés	57
2.1.1 Renforts	57
2.1.2 Fluides	57
	.57

2.2. Analyse des phénomènes d'écoulement dans un milieu filamentaire	58
2.2.1. Analyses expérimentales des phénomènes intervenants lors du remplissage	59
2.2.1.1. Conditions expérimentales	59
2.2.1.2. Pièces incomplètes injectées en plan de joint	62
2.2.1.3. Pièces incomplètes injectées transversalement à 10 cm du bord	
du moule	62
2.2.1.4. Pièces incomplètes injectées transversalement au centre de la	
plaque	64
2.2.1.5. Conclusions sur les analyses d'incomplets	66
2.2.2. Détermination des zones expérimentales admissibles de compressibilité	
des renforts et de débits	66
2.2.2.1. Conditions expérimentales	66
2.2.2.2. Compressibilité des renforts secs	68
2.2.2.3. Compressibilité des renforts imbibés de fluide	70
2.2.2.4. Relaxation de la compression des renforts	71
2.2.2.5. Confrontations aux compressibilités expérimentales	72
2.2.2.6. Conclusion	80
2.2.3. Analyse qualitative de l'écoulement dans des moules de laboratoire	82
2.2.3.1. Injections à débits élevés dans un moule de grandes dimensions	82
2.2.3.2. Injection sur une grande plage de débits dans un moule de petites	
dimensions	86
2.2.3.3. Conclusions sur l'analyse qualitative de l'écoulement	90
2.3. Détermination et analyse expérimentale des perméabilités longitudinales	91
2.3.1. Détermination de la perméabilité longitudinale par méthode uniaxiale	91
2.3.1.1. Dispositif expérimental et procédure	91
2.3.1.2. Paramètres et notations	96
2.3.1.3. Écarts par rapport à la loi de Darcy / Influence du débit	96
2.3.1.4. Influence du taux de renfort	97
2.3.1.5. Influence de la structure du renfort	99
2.3.1.6. Influence du préformage	101
2.3.1.7. Influence de l'état de surface des fibres	104
2.3.1.8. Influence de la position des capteurs	105
2.3.1.9. Influence des effets de bord	108
2.3.1.10. Influence de la résine	109
2.3.1.11. Conclusions sur les déterminations de perméabilités	
longitudinales par la méthode uniaxiale	110
2.3.2. Détermination des perméabilités longitudinales par la méthode biaxiale	111
2.3.2.1. Dispositif expérimental et procédure	111
2.3.2.2. Paramètres	112
2.3.2.3. Influence du débit	113
2.3.2.4. Influence du taux de renfort et comparaison avec les mesures	
uniaxiales	116
2.3.2.5. Influence du nombre de plis	
2.3.2.6. Conclusions sur les déterminations de perméabilités	
longitudinales par la méthode biaxiale	119
2.4. Détermination et analyse expérimentale de la perméabilité transversale	120
2.4.1. Dispositif expérimental et procédure	120
2.4.2. Influence du taux de renfort	122

2.4.3. Influence de la structure du renfort	124
2.4.4. Influence du préformage	126
2.4.5. Influence de l'état de surface des fibres	127
2.4.6. Influence de la résine	128
2.4.7. Conlusion sur les déterminations des perméabilités transversales	129
2.5. Conclusion sur l'étude expérimentale	129
•	
Chapitre III : Calculs de prévision et interprétations	130
3.1. Calcul des perméabilités d'un renfort mat ou tissu unidirectionnel	131
3.1.1. Perméabilité longitudinale	131
3.1.1.1. Modèle capillaire	132
3.1.1.2. Modèle de Blake-Kozeny-Carman (BKC)	133
3.1.1.3. Théorie de la lubrification	134
3.1.1.4. Modèle cellulaire	135
3.1.1.5. Formules empiriques	136
3.1.2. Perméabilité transversale	137
3.1.2.1. Modèle capillaire	137
3.1.2.2. Équation BKC	138
3.1.2.3. Théorie de la lubrification	139
3.1.2.4. Modèle cellulaire	140
3.1.2.5. Formules empiriques	141
3.1.3. Conclusions sur le choix d'un modèle de calcul	142
3.2. Calcul des perméabilités apparentes de renforts mixtes mat/tissu	144
3.2.1. Principe du calcul des perméabilités apparentes de renforts mixtes	144
3.2.1.1. Démarche	144
3.2.1.2. Hypothèses	145
3.2.1.3. Calculs	147
3.2.2. Résultats	148
3.2.3. Comparaisons calculs/expérience	150
3.2.3.1. Comparaison des perméabilités longitudinales	150
3.2.3.2. Comparaison des perméabilités transversales	151
3.2.4. Conclusions sur les calculs des perméabilités apparentes des renforts	
mixtes	152
3.3. Détermination de lois empiriques de perméabilité	153
3.4. Conclusion sur les calculs de prévision	155
Conclusion générale et perspectives	156
	1
Bibliographie	159
Table das Genues	162
Table des figures	103
Glossaire	168

REMERCIEMENTS

Cette étude a été réalisée à l'École des Mines de Douai dans les laboratoires du Département Technologie des Polymères et Composites de 1990 à 1993.

Je tiens à remercier ici Monsieur le Professeur CAZÉ de m'avoir fait l'honneur de présider le jury de cette thèse.

Je suis également reconnaissant envers Monsieur François RIETSCH, Professeur à l'Université des Sciences et Technologies de Lille - EUDIL, d'avoir accepté de diriger cette recherche.

J'adresse en outre mes remerciements aux Professeurs DESMET et VILLOUTREX, pour l'intérêt qu'ils ont porté à ce travail en acceptant d'être les rapporteurs de ce mémoire.

Je souhaiterais aussi remercier vivement Monsieur José PABIOT, Professeur, Responsable du Département Technologie des Polymères et Composites de l'École des Mines de Douai, pour le temps qu'il a su me consacrer afin de me guider dans cette étude et pour les aides de diverses natures qu'il m'a procurées.

Je voudrais également exprimer ma reconnaissance à Monsieur Pierre DEVOS, Ingénieur au Département Technologie des Polymères et Composites de l'École des Mines de Douai jusqu'en 1992 pour ses nombreux et pertinents conseils.

Que soient ici remerciés RENAULT dont les contributions matérielles et financières ont permis de mener à bien ce travail, ainsi que le Ministère de la Recherche et PEUGEOT pour leur participation.

Enfin, je remercie l'ensemble du personnel du Département Technologie des Polymères et Composites de l'École des Mines de Douai notamment Mademoiselle Marie-France LACRAMPE et Mademoiselle Patricia KRAWCZAK ainsi que de nombreux membres des autres Départements pour les aides de différentes natures qu'ils ont su m'apporter.

INTRODUCTION

Parmi les méthodes industrielles permettant l'élaboration de composites à matrice organique, les procédés d'injection sur renfort souvent appelés RTM (Resin Transfer Molding) ou SRIM (Structural Reaction Injection Molding) connaissent un fort développement depuis une dizaine d'années, et ce, pour des raisons tant technologiques qu'économiques.

Cependant, pour un industriel, le choix d'un procédé de transformation intègre la nécessaire optimisation de celui-ci, opération pour laquelle la modélisation informatique constitue un outil incontournable. C'est pour répondre à cette attente industrielle qu'a été engagé une action concertée de recherche, menée en collaboration avec des partenaires industriels (automobiles notamment) et scientifiques, dont la finalité est la mise au point d'un logiciel de simulation de l'écoulement d'une résine au travers d'un renfort. Compte-tenu néanmoins de la spécificité des technologies d'injection sur renfort (cheminement d'un fluide dans un milieu poreux), le travail de modélisation ne peut se faire en toute rigueur sans l'étude préalable d'une grandeur essentielle propre à chaque renfort - la perméabilité - et faisant plus particulièrement l'objet du présent travail de recherche.

Le premier chapitre présente une analyse bibliographique relative d'une part aux aspects technologiques et économiques caractéristiques des techniques d'injection sur renfort, et d'autre part aux problèmes liés à la détermination tant expérimentale que théorique des perméabilités de renforts. C'est sur cette base et en intégrant plus particulièrement les besoins des industriels de l'automobile, notamment en étudiant des renforts particuliers de type mat ou/et tissus à fort grammage, qu'a été défini un programme de recherche expérimental dont les résultats font l'objet du deuxième chapitre.

Le deuxième chapitre présente dans un premier temps une analyse qualitative des phénomènes d'écoulement pouvant se développer au cours de l'injection d'une résine dans un milieu fibreux, mettant en particulier en évidence la nécessité d'étudier la perméabilité des renforts dans leur épaisseur outre celle considérée dans leur plan. Dans un second temps, est présentée la réalisation et la mise au point de matériels de mesure spécifiques utilisés afin de déterminer les perméabilités longitudinales et transversales et d'étudier leurs évolutions en fonction d'un certain nombre de paramètres, les résultats obtenus permettant d'expliquer les phénomènes observés expérimentalement.

Le troisième chapitre est consacré à une comparaison des perméabilités expérimentales avec celles issues de modèles théoriques décrits au premier chapitre. En particulier, une méthode permettant de prévoir les valeurs des perméabilités d'un multicouche à partir des comportements en compression et des perméabilités de chaque pli constituant l'empilement est proposée.

On concluera enfin sur les points essentiels de cette étude, tant sur l'aspect qualitatif des écoulements de résine en milieu fibreux que sur l'aspect quantitatif en terme de valeurs expérimentales et théoriques de perméabilités longitudinales et transversale. L'ensemble de ce

travail devrait permettre à terme de contribuer au développement de logiciels de simulation tridimensionnelle des procédés d'injection sur renfort.

Chapitre I

Analyse bibliographique

1.1. ANALYSE TECHNOLOGIQUE ET ÉCONOMIQUE DU PROCÉDÉ D'INJECTION DE RÉSINE SUR RENFORT

1.1.1. Présentation

1.1.1.1. Différents types d'injection sur renfort [1;2;3;4;5]

Par définition, est désigné par procédé d'injection sur renfort, tout procédé qui permet la réalisation de pièces composites par injection d'un système de résines liquides à travers un renfort préalablement disposé dans un moule.

Il existe de nombreuses variantes technologiques de ce type de procédé, désignées par différentes abréviations dont les plus courantes - relevées dans la littérature scientifique et technique - sont explicitées ci-après :

LPM : Low Pressure Molding LCM : Liquid Composite Molding SLCM : Structural LCM RTM : Resin Transfer Molding RTM-BP : RTM Basse Pression HS-RTM : High Speed RTM SRIM : Structural Reaction Injection Molding VARI : Vacuum Assisted Resin Injection

Les sigles LPM [1] ou LCM [2] désignent l'ensemble des techniques d'injection sur renforts qui peuvent être divisées en deux groupes principaux : d'une part le HS-RTM [3] ou SRIM qui est un procédé où les débits d'injection sont importants, d'autre part le RTM ou RTM-BP où les débits sont plutôt faibles (fig. 1-1). Il n'y a pas de débit frontière établi séparant le premier groupe du second. Les termes RTM ou RTM-BP sont souvent employés lorsque les débits d'injection sont inférieurs à quelques litres par minute ou que la pression dans le moule n'excède pas 10 bars. En outre, le temps de cycle est plus long en RTM (quelques dizaines de minutes) qu'en SRIM (quelques minutes) et il est possible d'injecter en plusieurs points en RTM dans la mesure où les résines employées sont moins réactives qu'en SRIM [4].

	RTM	SRIM
Coût de l'équipement	30.000 \$ US	500.000 \$ US
Débit (kg.min ⁻¹)	2,3	55
Mélangeage	Mélangeur statique	Tête de mélange
Pression dans le moule (MPa)	0,3	2,4
Taux de vide (% en volume)	0,1 - 0,5	0,5 - 2,0
Matériau pour le moule	Époxy	Acier
Température du moule (°C)	25 - 40	95
Viscosité des résines (MPa.s)	100 - 550	< 200
Temps de cycle (min)	10 - 60	2 - 6

Fig. 1-1 : Comparaisons entre SRIM et RTM d'après DOW CHEMICAL [5]

La figure 1-2 précise la hiérarchie qui peut être établie entre les principales variantes de procédés d'injection sur renfort.



Fig. 1-2 : Hiérarchie entre les procédés d'injection sur renfort

Au delà, le terme SLCM [2] apparaît parfois lorsqu'une préforme est utilisée, et celui de VARI est employé lorsque la technique d'assistance par le vide est mise en œuvre. Enfin, il n'est pas rare que l'abréviation RTM soit utilisée pour désigner l'ensemble des techniques d'injection sur renfort.

1.1.1.2. Historique [4;6;7;8;9]

L'idée d'injecter une résine liquide sur des renforts est apparue au début des années cinquante, alors qu'à l'époque, ni les renforts, ni les systèmes de résines disponibles ne répondaient aux exigences de cette nouvelle technologie [4].

Suite à la crise pétrolière des années 70 et du début des années 80, les économies d'énergie en général et de carburant en particulier sont devenues prioritaires pour de nombreux industriels : les constructeurs automobiles notamment ont cherché à réaliser des produits plus légers et tout aussi résistants grâce à l'utilisation des matières plastiques qui permettent en outre d'intégrer plusieurs fonctions en limitant ainsi le nombre de pièces [6]. À la même époque, sont apparues les premières législations concernant les émissions de solvants monomères qui ont incité à mettre au point de nouveaux procédés de production de composites [7]. Le RTM a ainsi commencé à être développé. Devant l'énorme marché qui s'ouvrait, les producteurs de matières premières ont conçu de nouveaux produits plus performants et moins chers. Les premières fabrications ont été réalisées avec des résines polyester renforcées en fibres de verre (mats et tissus) principalement en raison des faibles coûts de ces composants. En France, le RTM a été pour la première fois utilisé industriellement par MATRA sur la Bagheera en 1975.

Les améliorations des résines et des renforts mais aussi des machines d'injection, des moules et des périphériques sont aujourd'hui responsables de l'intérêt croissant porté par les industriels à l'injection sur renfort. La plupart des développements ont désormais pour objet de réduire les temps de cycle et accroître la qualité des pièces [8].



1.1.1.3. Principe des procédés d'injection sur renfort [4;10;11;12;13]

Fig. 1-3 : Déroulement d'un cycle RTM

Le principe général du procédé d'injection sur renfort est illustré sur la figure 1-3, sachant qu'un cycle de moulage type comporte les étapes suivantes : * préparation

- des renforts (découpe ou préformage), des inserts et des âmes,

- des résines (dosage),

- du moule (soufflage, essuyage ; projection d'un agent démoulant ; enduction

éventuelle d'un gelcoat),

* positionnement du renfort, des inserts et des âmes dans le moule,

* fermeture du moule,

* évacuation éventuelle de l'air du moule (vide),

* assemblage du système d'injection sur le moule (lorsque celui-ci n'est pas solidaire du moule),

* injection de la résine,

* gel et cuisson de la résine (le gel devant idéalement commencer lorsque le moule est plein),

* ouverture du moule,

* démoulage de la pièce,

* ébavurage de la pièce s'il y a lieu,

* contrôle de la pièce,

* post-cuisson éventuelle,

* contrôle final de la pièce,

* stockage.

L'ordre de grandeur du temps de cycle, qui est le temps nécessaire pour réaliser les étapes décrites ci-dessus, est très difficile à définir de manière générale. Il peut varier de quelques minutes pour une pièce simple (technologie SRIM) jusqu'à plusieurs heures pour une pièce très grande et complexe (RTM) [10].

1.1.2. Analyse technologique

1.1.2.1. Matières premières

a) Résines

Les résines utilisées en projection simultanée ou en moulage au contact ne conviennent en général pas pour les techniques en moule fermé de type RTM, en raison, entre autres, de leur viscosité trop élevée [14]. En revanche, n'importe quel système de résine peut être utilisé (polyester, époxy, vinylester, phénolique, etc...), dès l'instant où sa viscosité est adaptée au procédé. Si initialement, les producteurs de résines ne trouvaient pas ou peu d'intérêt à formuler des systèmes offrant les propriétés exactes requises en RTM, une demande importante de la part des plus grands constructeurs automobiles afin d'augmenter le potentiel du procédé a désormais stimulé leur intérêt [15].

Pour être utilisable en RTM, une résine doit, d'une manière générale, présenter certaines caractéristiques spécifiques [16;17] :

- être facile à mettre en œuvre,
- générer peu de vides,
- être compatible avec les équipements de transformation.

* La facilité de mise en œuvre peut être définie comme la facilité d'utilisation dans les conditions spécifiques du procédé qui sont en général : une faible viscosité (quelques poises ; fig. 1-4), un temps de travail long (pot-life) et un temps de cuisson court. La résine est par ailleurs d'autant plus appréciée des transformateurs que la température nécessaire à l'obtention de ces caractéristiques est faible. Les producteurs de matières ont actuellement réduit de manière significative les viscosités pour permettre des pressions d'injection plus faibles et éliminer le problème de déplacement du renfort. De plus, les systèmes peuvent désormais avoir des temps de gel et de cuisson courts permettant de démouler des pièces en moins de dix minutes.

Propriété	Polyester	Vinyl ester	Epoxy	Vinyl ester
				(SRM-100)
Viscosité (cps)	400	550	900	150
Densité	1,13	1,07	-	1,09
Matière non volatile (%)	60	60	100	60

Fig. 1-4 : Caractéristiques de différentes résines pour RTM à 25°C [18]

* Le système de résine doit être compatible avec les autres matériels utilisés dans le procédé pour éviter la corrosion ou les réactions indésirables.

* Aucun vide (bulles, porosités) ne doit se former quand le système est dans le moule car il n'y a pas de moyen de les éliminer, ce qui signifie que le système de résines ne doit générer ni gaz, ni produits volatils pendant l'injection ou la cuisson. Les caractéristiques demandées à la pièce, son épaisseur, son taux de verre, les charges utilisées et l'état de surface désiré conditionnent le choix de la résine. L'adéquation du système résine et catalyseur/accélérateur est par ailleurs très importante, le transformateur se voyant en général proposer des systèmes de résine par les producteurs [14]. Des systèmes low-profile spéciaux pour le RTM apparaissent actuellement sur le marché, les producteurs devant néanmoins encore améliorer le contrôle du retrait, le temps de cycle et l'état de surface. Par ailleurs, il est également nécessaire de produire des résines permettant de réaliser des pièces résistant à hautes températures (de l'ordre de 130°C) dans les cas où une finition peinture est nécessaire [15].

Dans un premier temps, le RTM était exclusivement considéré comme un procédé utilisant le polyester, mais les demandes croissantes de diversification des utilisateurs et le développement constant de nouvelles formulations de résines pour suivre ces demandes, ont fait que la plupart des résines thermodurcissables sont actuellement utilisables. En dehors du polyester toujours très utilisé (fig. 1-5), les résines adoptées le plus fréquemment sont les époxy et vinylester. Des résines phénoliques pour les applications anti-feu sans additif (intérieurs d'avion), des polyuréthannes, des polyisocyanurates, des méthacrylates, etc...peuvent également être transformées par RTM.



Fig. 1-5 : Évolution du marché européen des résines utilisées en RTM [19]

Dans le cas du SRIM on utilise des résines bicomposants et la vitesse de réaction est celle de la polycondensation des deux réactifs chimiques du produit. Grâce à la grande réactivité des produits, des temps de cycle assez courts (1 à 2 min) peuvent être obtenus. Cette technique à deux composants permet de concilier une bonne durée de vie en pot avec la grande réactivité demandée lors de la mise en oeuvre [20]. Toutes les résines ne sont pas utilisables pour le SRIM. En effet, pour les pièces de structure sont demandées des caractéristiques mécaniques élevées qui ne permettent pas d'utiliser des produits tels que les polyurées. Les solutions sont par contre à rechercher dans les familles de produits suivantes [20]: polyester, polyisocyanurate, epoxy, polydicyclopentadiène....

Enfin, aujourd'hui, l'un des domaines de développement les plus actifs concerne les résines hybrides, mélanges d'un isocyanate avec un polyester insaturé ou des acryliques modifiés, dont les avantages principaux par rapport aux polyesters sont :

- une diminution du temps de cycle par une cuisson plus rapide (inférieure à 5 min),

- des exothermies plus faibles,

- une meilleure résistance à la chaleur,

- de meilleures propriétés mécaniques avec zones riches en résine moins fragiles,

- un choix varié de la chimie permettant d'ajuster les caractéristiques mécaniques,

- une moindre émission de styrène,

- une faible viscosité permettant d'ajouter jusqu'à 50 % de charge avec des pressions d'injection relativement faibles,

- un état de surface suffisamment bon pour ne pas nécessiter de gel-coat (toutefois, les applications de classe A ne sont pas réalisables).

Les résines hybrides se placent entre les résines RTM et les résines SRIM. Certaines, comme le polyester/uréthane, commencent à être utilisées industriellement [8;10;16;19;21].

En conclusion, on retiendra que n'importe quel système de résine peut être utilisé en injection sur renfort dès l'instant où sa viscosité est adaptée au procédé. La viscosité moyenne des résines utilisées en injection sur renfort est d'environ une Poise (0,1 Pa.s.).

b) Gelcoats [10]

Comme dans les procédés à moule ouverts, des couches de surface ou gelcoat peuvent être utilisées en RTM pour :

- améliorer l'apparence des faces en éloignant les renforts,

- améliorer la qualité des surfaces en augmentant la résistance au vieillissement, aux ultra-violets (U.V.) et en diminuant l'absorption d'eau,

- reproduire le fini du moule et donner une couleur.

c) Charges [10]

Des charges sont souvent utilisées pour :

- réduire le retrait et améliorer l'état de surface,

- remplacer en volume la résine et ainsi réduire les coûts,

- améliorer la résistance au feu ou diminuer les émissions de fumées,

- abaisser la densité du produit fini.

Le carbonate de calcium est la charge la plus fréquemment utilisée en particulier pour le deuxième point. Le trihydrate d'aluminium est le plus utilisé pour améliorer la résistance au feu et réduire les émissions de fumées. Les microsphères de verre sont les charges adoptées pour réduire la densité.

d) Renforts

En RTM ou SRIM, le choix du renfort est probablement le facteur le plus critique qui permet de conférer les propriétés physiques requises à la pièce finale [10]. Il ne doit opposer

qu'une faible résistance à la résine, épouser facilement les formes du moule et ne doit ni se déplacer pendant l'injection, ni filtrer les charges [17]. Afin de pouvoir se plier aux formes du moule, le renfort doit être coupé de manière spécifique. Il faut également éviter les endroits riches en résine. La solution industrielle retenue actuellement est la préforme.

Différents *matériaux de renfort* peuvent être utilisés en RTM et dans certains cas une combinaison de différents types de renfort peut être choisie pour obtenir des propriétés particulières [10] : la fibre de verre (E, C, A), la fibre de carbone, la fibre d'aramide, les fibres thermoplastiques (polyester, etc...), les fibres naturelles (jute, chanvre). Le type de renfort est choisi en fonction des efforts que subira la pièce (fig. 1-6). Dans l'industrie automobile, c'est principalement la fibre de verre qui est utilisée. Toutefois, pour certaines applications qui demandent des résistances élevées, il peut se révéler nécessaire d'utiliser des fibres de carbone (par exemple dans le cas du becquet de la RENAULT 19 16 soupapes) [20].



Fig. 1-6 : Comparaison des caractéristiques mécaniques de pièces RTM réalisées avec différents renforts - Positions par rapport à l'aluminium et à l'acier [20]

La structure des différents renforts rencontrés dans les composites peut être décrite sur la base de trois entités élémentaires [22] :

* un *roving* ou *mèche* est une entité de renfort contenant entre 8 et 120 torons et présente quelques millimètres de largeur,

* un *toron* (quelques dixièmes de millimètre de diamètre) est une entité de renfort contenant entre 200 et 4000 filaments,

* un *filament* ou *fibre* (quelques microns à quelques dizaines de microns de diamètre) est la plus petite entité contenue dans un renfort.

Les mats de verre constituent les renforts de base. Ils sont réalisés en liant des torons de fibres (coupés ou continus) aléatoirement disposés dans le plan du renfort. Le renfort de type mat se comprime difficilement et, par conséquent, les taux volumiques de fibres rencontrés dans les parties contenant du mat sont de l'ordre de 20% à 40%. Les tissus, composés de mèches tissées ou tricotées, uni-ou multidirectionnel sont également utilisés. Les pièces contenant ce type de renfort atteignent des taux volumiques de fibres compris entre 40% et 60% [22]. Différents modes de tissage (taffetas, sergé, satin) peuvent être choisis en fonction de la souplesse et de la résistance requises. Les tissus peuvent être utilisés seuls ou en combinaison avec des mats sous réserve qu'ils soient suffisamment souples pour épouser les formes du moule [14]. Les mats à fils coupés doivent être placés dans des zones planes car dans les parties fortement déformées ils peuvent présenter d'importantes discontinuités. Pour qu'une

pièce présente un bel aspect de surface on utilise souvent un *voile de surface* qui est en fait un mat de très faible densité surfacique (quelques dizaines de grammes par mètre carré) que l'on place de part et d'autre de l'empilement. Enfin, des âmes peuvent être disposées au cœur du stratifié pour augmenter la résistance à la flexion et des inserts métalliques positionnés aux endroits stratégiques peuvent absorber les charges importantes [4].

En RTM et plus particulièrement en SRIM, les renforts subissent en règle générale une opération de *préformage* avant leur mise en place dans le moule. Il s'agit de la réalisation, en tant que semi-produit, d'un renfort (préforme) constitué de tous les plis nécessaires à la pièce, et parfaitement ajusté aux dimensions du moule. Le maintien en forme des renforts préformés se fait grâce à des *liants*. Les mats préformables sont traités avec des liants thermoplastiques afin de conserver leur forme et offrir ainsi la possibilité d'utiliser un système industriel de préformage indépendant du moulage. Les liants utilisés ne sont souvent compatibles qu'avec les résines polyesters [20]. Le taux de liant doit être soigneusement optimisé pour trouver un compromis entre la résistance de la préforme et la qualité de la surface [23].

Des gammes nouvelles de renforts préformables ont été développées. Jusqu'alors les renforts préformables étaient surtout du type mat. Cependant, l'optimisation des propriétés mécaniques exige le recours à des gammes de tissus unidirectionnels ou bidirectionnels. L'apparition de ces derniers en qualité préformable a élargi les applications pour les pièces structurales. Des renforts hybrides tissus/mats sont également disponibles [24].

La technologie du préformage s'est développée dans un premier temps du fait des progrès des techniques d'injection en moule fermé : la réduction des temps de cycle a fait ressentir le besoin d'un habillage moins artisanal du moule. La demande de préformes ayant des géométries complexes et une grande exigence au niveau de la qualité des états de surface ont ensuite accéléré le développement de cette technologie. Aujourd'hui, les nouveaux systèmes de préformage ont accru la rentabilité des procédés d'injection sur renfort en diminuant la main d'œuvre, le temps de cycle et le taux de déchet. Des techniques différentes de préformage sont aujourd'hui disponibles, ayant chacune leurs partisans. Tous s'accordent cependant pour dire qu'il faut aller vers une réduction des déchets de renfort, ainsi qu'une diminution du coût des préformage sont les suivants [4;8;11;16;24] :

- la reproductibilité est grandement améliorée par rapport à l'habillage manuel du moule,

- la constance du taux de renfort améliore la qualité des pièces,

- le temps d'habillage du moule ne pénalise plus le temps de cycle,

- le mouleur peut préformer le renfort avec un simple outillage chauffé ayant la forme de la pièce à obtenir, si un liant est rajouté au renfort ou si le renfort contient déjà un liant,

- le préformage permet d'obtenir un bon contrôle des propriétés mécaniques ce qui rend le procédé attrayant pour les pièces de structure en grand volume de production,

- l'insertion d'un matériau préformé dans l'empreinte évite la cassure des fibres aux points où la surface est très courbée,

- l'utilisation d'une préforme diminue la résistance à l'écoulement,

- si on n'utilise pas une préforme et que l'on évite le glissement du renfort en le coinçant dans le plan de joint du moule, une opération de reprise est nécessaire (par fraisage, découpe jet d'eau ou laser). Les fibres sur la coupe sont alors à nu ce qui favorise la pénétration d'eau. En outre, lorsque l'on utilise une préforme, le moule peut être réellement étanche car il n'y a plus dépassement du renfort sur les bords. L'injection se fait de façon propre et lors du démoulage des pièces les bavures sont petites, voire inexistantes, et faciles à enlever car non renforcées. *Deux principaux procédés d'obtention de préformes* adaptés au RTM sont actuellement disponibles [25] : le thermopréformage et le préformage direct.

Le *préformage direct* conventionnel se fait sur une machine de type carrousel à plusieurs stations. À la première station les fibres sont projetées sur un écran perforé de même forme que la préforme à obtenir, au moyen d'un pistolet coupeur/liant à air comprimé qui projette le verre en même temps qu'un liant en solution. Le débit de projection est d'environ 2 kg.min⁻¹. Une aspiration est créée à travers l'écran perforé pour maintenir les fibres enduites de liant et les assécher partiellement. Quand la totalité des fibres a été projetée, l'écran est amené à la station de chauffage où le liant est cuit ou séché. À la troisième station la préforme est démoulée et l'écran est préparé pour le cycle suivant [2;26].

En *thermopréformage* (fig. 1-7), le nombre de couches désiré de mat préformable (avec liant) est découpé aux dimensions nécessaires pour préformer une pièce. L'empilement est placé dans un serre-flancs qui le maintient sur toute sa périphérie et dont la force de serrage est réglable au moyen de ressorts ou pilotée pneumatiquement. Cette technique permet de contrôler le glissement et de réduire les risques de plissement (serrage trop faible) et de déchirure (serrage trop fort) du mat durant l'emboutissage. L'empilement de mats est chauffé par éléments infrarouges ou dans un four jusqu'à une température légèrement supérieure au point de ramollissement du liant. Le renfort chaud est rapidement mis sous presse (l'opération doit durer moins de 10 secondes). Pendant que la préforme refroidit, le liant durcit et conduit à la rigidification de la préforme qui doit ensuite être détourée. Les temps de cycles sont en général voisins de 90 secondes.

Le préformage des tissus fait encore l'objet d'importantes recherches de faisabilité technique. L'élongation du mat en cour de préformage est une propriété que l'on ne retrouve pas dans un tissu quel qu'il soit. Le cadre serre-flancs du type mécanique utilisé traditionnellement est ici inadapté. Lui est préfèré un procédé laissant glisser le tissu au fur et à mesure de l'opération de préformage. L'effort de développement porte essentiellement sur le choix d'un liant d'imprégnation adapté : sa nature (thermoplastique à base de polyester, époxy), son taux (1,5 % à 4 %) et sa compatibilité avec les résines d'injection [24].



Fig. 1-7 : Thermopréformeur [27]

Chaque technique de préformage présente par ailleurs des *avantages* spécifiques [2;16;26] :

* pour le thermopréformage : bonne reproductibilité, rapidité, meilleure résistance au glissement et meilleure perméabilité.

* pour le préformage direct : faible coût du roving, faible taux de déchet (< 2 %), taux de verre homogène au sein d'une préforme (notamment sur les parois verticales) et réalisation de formes complexes possible.

En conclusion on retiendra que n'importe quel type de renfort peut être utilisé en RTM. Pour améliorer la productivité et la qualité des pièces, le renfort peut être préformé au moyen de l'une des deux principales techniques actuellement disponibles : le thermopréformage et le préformage direct.

1.1.2.2. Outillages [8;10;28;29;30;31;32]

Par le passé, il était commun de penser que pour faire du RTM, une bonne machine d'injection suffisait. On s'aperçoit maintenant que, bien que la machine soit un élément essentiel en RTM, un moule bien conçu et bien réalisé est tout aussi important et influence le coût et la qualité de la pièce.

Différents *matériaux* peuvent être employés pour la réalisation de moules pour les procédés d'injection sur renforts, et ce, en fonction de la quantité de pièces à réaliser (série), de la pression d'injection et de la pression de compression du renfort, de la résine à transformer, de son prix : plâtre, composites à matrice polymère (polyester, vinyl ester, époxy), silicone, aluminium ou alliage d'aluminium, alliage de zinc, coquille métallique, acier ou acier chromé.

Concernant la conception du moule, il est primordial d'analyser et d'étudier la forme et les emplacements des *points d'injection* afin de réaliser des pièces complètes et d'éviter les emprisonnements d'air [24;26;31;33] (fig. 1-8). Ceux-ci doivent être calculés de manière à pouvoir injecter la totalité de la résine dans un temps donné et surtout à bien remplir le moule. Le problème est délicat dans la mesure où on injecte un produit dont la viscosité évolue pendant l'écoulement.



Fig. 1-8 : Influence de la conception du seuil d'injection sur la qualité de l'écoulement [4]

L'étude du *système de fermeture* n'est pas à négliger puisque des tolérances faibles peuvent être respectées si le bridage ou la fermeture est approprié. La méthode de fermeture du moule est choisie en fonction du nombre de pièces à réaliser, des dimensions de la pièce et du temps de cycle imparti [7;8;32;34]. Les moules de petites dimensions, en matériaux légers sont généralement fermés manuellement. Le bridage utilise alors des attaches rapides ou de simples verrous situés en périphérie du moule (fig. 1-9). Les moules de grandes dimensions ou

métalliques sont généralement fermés par brides sur presses. Cependant, grâce aux faibles pressions générées, le RTM ne nécessite que de faibles forces de fermeture (en général 40 fois moins élevées que celles nécessaires pour le SMC [7]).



Fig. 1-9 : Moule à attaches périphériques

Par ailleurs, *le système d'étanchéité* doit empêcher la résine de sortir du moule tout en permettant à l'air de s'évacuer par les évents [7;8;26;31]. En général un joint (corde à joint ou joint en silicone) est placé à la périphérie du moule (fig. 1-10). L'étanchéité peut aussi être réalisée par pincement de fibres par ces joints caoutchoutiques ou par d'autres technologies. Le système de pincement permet alors de ne laisser filtrer que l'air lors du remplissage de la cavité. Le pincement joue ainsi le rôle d'évent.



Fig. 1-10 : Etanchéités réalisées par écrasement d'un joint [7]

Les *évents* permettent à l'air de s'échapper du moule pendant que le front de résine avance. Ils sont indispensables sous peine de ne pas pouvoir remplir totalement le moule et de produire ainsi des incomplets [10;31], à placer aux endroits stratégiques de manière à ce qu'il n'y ait pas d'inclusion d'air, et en général, situés aux points les plus hauts des pièces.

Enfin, une régulation thermique de l'outillage est envisageable puisque la cuisson des résines peut se faire à température ambiante ou à température élevée (pouvant dépasser 100°C) [7;10;14;32]. Elle est le plus souvent nécessaire car le contrôle de la température, associé aux propriétés de conduction thermique du moule, garantit une répartition uniforme de la chaleur et donc une reproductibilité satisfaisante des propriétés du matériau, et permet en outre de réduire les temps de cycle. Le chauffage peut être réalisé soit par l'intermédiaire des plateaux chauffants de la presse, soit par une circulation d'eau ou d'huile dans les canaux du moule, soit enfin par des éléments électriques incorporés dans l'outillage.

En conclusion on retiendra que les matériaux utilisés pour les moules varient du plâtre à l'acier en fonction des coûts, des séries et des paramètres de mise en œuvre. Une grande attention doit être portée à l'emplacement des points d'injection et des évents. La conception du moule doit également intégrer celle du système de fermeture, de l'étanchéité et de la régulation thermique.

1.1.2.3. Machines d'injection

Il existe toute une gamme de machines RTM (fig. 1-11) et SRIM (fig. 1-12) permettant d'injecter des quantités variant de quelques grammes à quelques centaines de kilogrammes.



Fig. 1-11 : Exemple type de machine RTM [8]



Fig. 1-12 : Exemple type de système SRIM [20]

Les débits varient de 0,5 à 23 kg.min⁻¹ et les ratios de mélange de 1 pour 1 à 200 pour 1. Certaines machines peuvent réaliser des pièces comportant des taux de fibres allant jusqu'à 70 % en poids sans être affectées par la contre-pression issue du moule. Des catalyseurs peroxyde de méthyléthylcétone ou peroxyde de benzoïle peuvent être utilisés non dilués à des concentrations inférieures à 0,5 %. Des options peuvent être rajoutées telles que des systèmes de chauffe ou d'agitation, une pompe pour un troisième composant et d'autres accessoires tels que des compteurs de cycle, un chronomètre anti-gel, etc... afin d'automatiser le procédé [8]. De plus en plus, les constructeurs de machines d'injection équipent leurs matériels de moyens de contrôle et de productivité [21].

En conclusion on retiendra qu'il existe une gamme étendue de machines d'injection couvrant les besoins des techniques RTM et SRIM. Le choix d'une machine est guidé par le coût, le débit et la pression d'injection, le ratio d'injection et sa stabilité.

1.1.3. Analyse économique

1.1.3.1. Comparaisons avec les procédés concurrents

Le RTM est un intermédiaire entre le moulage au contact et la projection simultanée d'une part, et le SMC et BMC d'autre part [33;35] (fig. 1-13). Par rapport au moulage au contact, le coût de la main d'œuvre est moindre et le temps de cycle est réduit. Le RTM permet un meilleur contrôle des propriétés mécaniques, de l'épaisseur et de l'état de surface ainsi qu'une meilleure reproductibilité. Enfin, les émissions nocives sont moindres [25;36;37;38]. Les procédés SMC, BMC, DMC, permettent de réaliser des pièces de qualité à des cadences rapides. Le SMC et le BMC sont notamment utilisés dans l'industrie automobile pour la réalisation de pièces dites "semi-structurelles" (éléments de carosserie qui n'ont à supporter que leur poids propre) où l'aspect est le critère primordial [18]. Avec le développement et la commercialisation des résines à bas retrait et de la technologie du préformage, le RTM devient un concurrent sérieux pour de telles applications. En effet, si les différences concernant l'aspect et le temps de cycle se réduisent, le RTM gardera toujours l'avantage de permettre l'optimisation de la position et de l'orientation du renfort et l'utilisation d'inserts et d'âmes [16].



Fig. 1-13 : Zones de mise en œuvre acceptables pour différents procédés de fabrication [39]

Dans la mesure où le SMC ne permet pas l'obtention de propriétés physiques suffisantes, la plupart des pièces de structure sont encore réalisées en acier. Cependant, pour les pièces larges le RTM peut être une technique de choix [18]. Il apparaît même [27] que le RTM peut concurrencer l'autoclave pour les pièces à taux de renfort élevé et intéresse à ce titre de plus en plus les industries telles que l'aéronautique. En effet la main d'œuvre est moindre, la consommation d'énergie inférieure, l'investissement moins important, le temps de cycle plus court et le procédé plus simple à mettre en œuvre. Le marché de l'aluminium et de ses alliages, que l'autoclave ne parvient pas à concurrencer, peut donc être inquiété par le RTM [7;17]. Par rapport à l'acier (carrosseries automobiles), le RTM présente des avantages économiques lorsqu'un grand nombre de variantes d'un même modèle de base sont recherchées (restyling). En effet, en acier, la production est de 5000 pièces/jour (en RTM 150 pièces/jour), mais, des investissements 15 à 20 fois moins élevés et une plus grande possibilité d'intégration de fonction réduisent le surcoût du RTM [19].

En terme de *série*, on considère qu'avec le savoir faire actuel [7;21;40], il est possible d'avancer que : le moulage au contact sera utilisé pour des séries inférieures à quelques centaines de pièces ; que le RTM sera utilisé pour des séries de quelques milliers d'unités en étant surtout recommandé pour les grandes pièces en petites et moyennes séries, son seuil de rentabilité se situant entre 10.000 et 20.000 pièces ; et enfin que le BMC, le SMC ou le SRIM, seront utilisé pour des séries de quelques dizaines de milliers de pièces.

À titre comparatif, les ordres de grandeur des *cadences* associées aux procédés de mise en œuvre concurrents sont les suivants [7;8;35] :

- autoclave : 1 pièce pour 8 h
- moulage au contact : 2 pièces pour 8 h
- projection simultanée : 4 pièces pour 8 h
- RTM : 15 à 65 pièces pour 8 h
- SRIM : 100 à 200 pièces pour 8 h
- SMC : 200 pièces pour 8 h

Dans l'industrie automobile [35], le choix du procédé est guidé par les cadences imposées :

- inférieure à 50 véhicules/jour : moulage au contact

- entre 50 et 200 véhicules/jour : RTM
- entre 200 et 400 véhicules/jour : SMC
- supérieure à 400 véhicules/jour : pièces en tôle

En comparant l'activité RTM dans différents pays, il apparaît que :

. le RTM est très en vogue en France et aux Etats-Unis alors que les Japonais le considèrent comme trop artisanal [35].

. L'avance initiale de la France notamment avec MATRA s'est aujourd'hui réduite au profit des Américains qui travaillent activement sur le SRIM [19]. . en France, le RTM représentait en 1989 6% (92.000 tonnes) du tonnage des pièces composites (fig. 1-14),

. en Europe, la France reste au premier plan en matière de RTM comme le précise la figure 1-15 [19].



Fig. 1-14 : Tonnages des différents modes d'élaboration de composites en France en 1989 [35]



Fig. 1-15 : Répartition de la production RTM selon les différents pays [19]

1.1.3.2. Intérêts de l'injection sur renfort

L'intérêt pour les techniques d'injection sur renfort s'explique par les nombreux avantages offerts par ces technologies :

Choix des résines : n'importe quel système de résine peut être utilisé dès l'instant où sa viscosité est adaptée au procédé.

Hygiène : ce type de procédé permet le travail en moule fermé. Contrairement aux procédés à moule ouvert, les émanations de produits volatils sont très inférieures à celles autorisées par les organismes de santé des différents pays [16;28].

Taux de renfort : cette technologie peut être utilisée pour réaliser des pièces à hautes performances mécaniques nécessitant des taux de renfort élevés. Il est aujourd'hui possible de fabriquer en RTM des pièces avec des taux pondéraux de renfort supérieurs à 80 % (60% en volume) [6].

Régularité du taux de renfort : contrairement à la projection simultanée, le renfort est préalablement disposé en couches dans le moule. Le taux de renfort peut donc être calculé avant la fabrication de la pièce [25].

Orientation des renforts : les efforts et les sollicitations nécessitent souvent une orientation privilégiée des fibres. En RTM et en SRIM, les renforts peuvent être orientés à la convenance du transformateur en fonction des caractéristiques mécaniques demandées au produit fini.

Choix important du type de renfort : il est possible d'utiliser n'importe quel matériau (verre, carbone, graphite, aramide) et n'importe quel type de renfort (roving, mat, tissu) [20].

Inserts et âmes : contrairement au procédé SMC , il est possible de placer des inserts de tailles variées en bois, en plastique ou en métal ainsi que des nervures. Ces inserts se trouvent liés à l'ensemble de la structure de façon permanente après injection et réticulation de la résine. Des structures "caisson" sont également réalisables en plaçant des âmes de natures diverses dans le moule [27].

Formes complexes : le RTM permet d'exploiter au maximum la notion d'intégration de fonctions, réduisant ainsi les coûts ultérieurs d'assemblage de pièces [7].

Dimensions des pièces : il est possible de produire des pièces de grandes dimensions (jusqu'à 70 kg) [27;41].

Aspect des pièces : toute la surface de la pièce peut avoir un aspect lisse puisque toutes ses faces sont en contact avec le moule.

Application d'un gelcoat : chaque coté des pièces peut être gelcoaté si le moule est conçu pour s'ouvrir largement afin d'être balayé par un pistolet à gelcoat. Bien que peu de pièces requièrent ce traitement, il peut s'agir d'un facteur décisif dans le choix du procédé de réalisation si la conception de la pièce l'exige [8].

Tolérances dimensionnelles : le fait de travailler en moule fermé permet d'assurer de faibles tolérances dimensionnelles et une bonne reproductibilité. Contrairement au moulage au contact ou au moulage par projection simultanée, on connaît de manière précise l'épaisseur des pièces réalisées.

Rebuts : le procédé est relativement simple et reproductible, engendrant en particulier en production un volume de rebuts inférieur à 10 % [32].

Temps de cycle : de quelques minutes à plusieurs heures en fonction de la pièce. Cependant, une pièce réalisée en injection sur renfort aura un temps de cycle plus court que la même pièce réalisée par moulage au contact ou par projection simultanée.

Moule : dans la mesure où une résine peu visqueuse est injectée, la pression à l'intérieur du moule reste relativement faible et peut permettre l'utilisation de moules légers (plâtre, composites) [40] pouvant être réalisés rapidement avec des délais inférieurs à six mois [33]. En général, un moule simple pour RTM est fabriqué en quelques semaines alors qu'il faut compter plusieurs mois pour un moule SMC ou d'injection [8,28]. Par ailleurs, le prix d'un moule RTM varie de 2% à 50% de celui d'un moule SMC [8] et est 4 à 5 fois plus faible que celui d'un moule d'injection [7].

Investissements : relativement faibles par rapport aux SMC ou BMC (moule composite possible, presse de faible force de fermeture). Ils sont néanmoins plus importants que pour le moulage au contact ou par projection simultanée.

Polyvalence : la notion de polyvalence décrit bien l'injection sur renforts puisqu'il est possible de réaliser un moule prototype et faire des pièces pour une évaluation de marché sans investissement majeur. D'autre part il est possible d'utiliser ce procédé avec une multitude de combinaisons renfort/résine [8].

Consommation d'énergie : faible en regard des moulages par projection ou au contact qui demandent des systèmes d'échappement d'air considérables [8]. Par rapport aux autres procédés à moule fermé, le RTM est également énergétiquement intéressant pour diverses raisons. Tout d'abord, les produits réactifs se présentent sous forme liquide, il n'y a donc pas déperdition d'énergie, comme avec les polymères solides, lors d'opérations de compoundage, d'extrusion ou de fusion. Ces produits de base étant peu visqueux, les pressions mécaniques nécessaires à l'injection des pièces et les pressions engendrées restent faibles. De plus les différentes énergies calorifiques requises restent modérées. Seuls le maintien en température des produits et le chauffage du moule sont utiles [7].

1.1.3.3. Applications actuelles

Entraîné par ses qualités de coût d'outillage et d'équipement relativement faible ainsi que par une croissance quasi explosive des variétés de systèmes de résine, le RTM est devenu le procédé le plus en vogue de la décennie pour la réalisation de pièces composites en volume annuel de quelques milliers d'unités.

Les industries du bâtiment (sanitaire) et du transport (poids lourds, bateaux, caravanes) se tournent de plus en plus vers le RTM. Mais de loin, la preuve la plus éclatante que le RTM ait été choisi comme procédé majeur, est le nombre croissant d'applications dans le domaine automobile combinant précision, taille et apparence [21], ce qui est reflété par les données présentées sur la figure 1-16 où l'industrie du transport apparaît comme étant la principale utilisatrice des procédés RTM et SRIM.



Fig. 1-16 : Répartition de la production RTM en France en 1989 par secteur d'activité [19]

La technologie RTM a été utilisée industriellement pour la première fois en 1975 chez MATRA sur la Bagheera (50 véhicules/jour - 0,4 pièce/moule/jour). Aujourd'hui, face aux impératifs de styles plus agressifs, de cycles de développement plus courts et de la multiplication des séries limitées, les concepteurs sont peu à peu obligés de passer de la tôle formée ou estampée aux composites thermoplastiques ou thermodurcissables [16;19]. Ainsi, si les progrès (temps de cycle, perte de matière, états de surface, manutention du renfort) sont correctement exploités, l'injection sur renfort peut devenir une alternative viable vis-à-vis de l'acier embouti pour les véhicules de moyenne séries, particulièrement pour le marché des nouveaux modèles ou des versions dérivées [23].

Le SRIM est considéré par les transformateurs comme la solution pour la réalisation de grandes pièces de structure sans contrainte d'aspect, en quantités "automobiles". Cela s'explique par la possibilité de produire de larges pièces et d'intégrer des fonctions. De plus, les structures composites, lorsqu'elles sont bien conçues, peuvent offrir des résistances mécaniques supérieures. Par ailleurs, l'atténuation des sons et la résistance à la corrosion sont d'autres aspects intéressants. Les possibilités comprennent : les modules avants, les planchers et les assemblages porteurs. Toutefois, à cause de leur complexité, ces applications sont des projets à long terme. Les développements se font actuellement sur les pare-chocs, les intérieurs de portes et les garnitures intérieures [21;26].

Le RTM est probablement le plus flexible de tous les procédés en moules fermés pour les composites. Des petites pièces telles que les plaques d'égouts et les boîtiers électriques jusqu'aux paraboles d'antennes de 6 mètres de large ou des bateaux de 10 mètres ont été moulés en RTM [8;10].

1.1.3.4. Avenir des procédés d'injection sur renfort

D'une manière consensuelle, il est admis que les systèmes en moule fermé et en particulier le RTM, ont un avenir certain [6]. Beaucoup considèrent le RTM comme le procédé d'avenir pour la substitution des procédés artisanaux [35]. Il est largement automatisable et se prépare à des applications futures dans la production en série. Il semble que dans la construction automobile mais aussi dans la construction aéronautique et navale, de larges champs d'application existent et seront utilisés de façon croissante dans les prochaines années [4;9]. La courbe de pénétration des plastiques dans l'automobile (fig. 1-17) montre que

pour les pièces de structure, tout ou presque reste encore à faire et les applications véritablement industrielles ne débuteront que dans quelques années même si des applications de "test" existent actuellement [19]. Le développement des résines à bas retrait laisse augurer une amélioration de la qualité des pièces obtenues, notamment au niveau de l'aspect [24].



Fig. 1-17 : Pénétration des plastiques dans l'automobile [19]

La recherche actuelle a déjà démontré que le temps de cycle peut être considérablement réduit avec des taux volumiques de fibre de plus de 50 %. Les développements montrent qu'il sera possible d'obtenir des pièces complexes de haute qualité avec des cadences de une pièce/minute/outil [12]. Cela implique, outre une amélioration des résines, des progrès dans les machines (têtes d'injection rapides, précises et reproductibles) et dans les renforts (augmentation possible des taux). Il est également nécessaire de poursuivre les études et le travail de développement considérables qui sont menés pour modéliser le procédé [12;17;19]. Dans l'état actuel des choses, les voies d'amélioration possibles du procédé RTM ne sont pas épuisées comme on le verra dans la partie suivante.

1.1.4. Voies d'amélioration

1.1.4.1. Problèmes technologiques

Sur le plan technologique, il apparait que les problèmes rencontrés en injection sur renfort sont :

- temps de cycle trop long pour certaines applications [40;42]
- bel état de surface difficile à réaliser [40]
- moulage difficile des angles [25]
- déchets de matière importants [23]
- peu de connaissances techniques [7;43]

Le *temps de cycle*, bien qu'il puisse être réduit à quelques minutes pour certaines pièces en SRIM, reste long par rapport à celui offert par le SMC. Il n'est pas adapté, par exemple, aux pièces de grandes séries de l'automobile pour lesquelles le temps de cycle doit se situer autour de la minute. Une bonne partie du temps de cycle est occupée par la préparation et le positionnement du renfort [40;42]. Cette mise en place est d'autant plus délicate que la pièce est complexe. Le temps de cycle peut cependant être réduit par l'utilisation d'un renfort préformé.

Il est encore très difficile de reproduire le très bel *aspect de surface* couramment obtenu en SMC. La qualité de surface actuelle convient néanmoins aux industries telles que celles des poids lourds, de l'agriculture ou du bâtiment. Il faut cependant noter que des développements récents de résines à bas retrait permettent d'obtenir en RTM des pièces avec des états de surface de classe A [40].

Dans la plupart des cas, le renfort a du mal à épouser *les angles*, endroits où un tassement se produit lors de la fermeture du moule, générant une zone de résine pure et fragile [25]. Par ailleurs, ce phénomène de tassement peut agir comme un filtre local pour les charges et perturbe l'écoulement de la résine. Le défaut d'aspect alors observé s'appelle le falençage (fig. 1-18) et intervient en général pour des rayons inférieurs à 3 mm. Le problème peut être résolu par une modification des outils de préformage avec une compensation du rayon des angles pour les adapter à l'outil de moulage [23;33].



Les renforts sont, en général, livrés sous forme de rouleaux devant être découpés pour épouser la forme du moule, l'extérieur de la découpe constituant alors un *déchet*. La quantité de déchet peut atteindre 15 % à 20 %, chiffre qui, bien que n'étant pas une barrière à la production, est préoccupant dans la mesure où les coûts matière sont un facteur déterminant. Ces déchets peuvent être réduits en utilisant le préformage direct (voir §1.1.2.1.). La limitation des déchets reste un objectif majeur pour réduire les coûts et les implications sur l'environnement (recyclage) [23].

Malgré une connaissance générale des avantages de l'injection sur renfort, une utilisation importante de ces procédés, et de nombreuses publications relatives à ces technologies, il n'existe que *peu d'informations techniques* utiles qui rendraient la définition de l'outillage moins intuitive et avec lesquelles les transformateurs pourraient faire un choix approprié des paramètres du procédé [7;43].

D'après Gulino et al. [23], lorsque l'on augmente le *taux de renfort*, des déchirures inacceptables peuvent se produire lors du préformage et les charges éventuellement contenues dans la résine sont filtrées, conduisant à un état de surface hétérogène. Par ailleurs, il faut noter que, pour un débit donné, la pression à l'intérieur de l'outillage, et par voie de conséquence sa résistance et la force de fermeture requise, sont d'autant plus importantes que le taux de renfort est élévé.

L'un des problèmes les plus fréquemment rencontré en RTM est le *déplacement du renfort* lors du remplissage perturbant la distribution des fibres dans la pièce conduisant à une modification non contrôlée des propriétés mécaniques. L'apparition de ce phénomène appelé

washing [42] est liée à la nature du renfort (tissage, liant, empilement, etc...), à la pression d'injection et à la viscosité de la résine, le paramètre le plus critique étant le renfort. Les tissages larges et espacés - spécialement les unidirectionnels - auront plus tendance à glisser que les tissages serrés du type satins. Par ailleurs, plus la force du liant est faible, plus les renforts auront tendance à glisser. La solubilité et le taux avec lequel le liant se dissout dans la résine affecteront aussi le niveau de glissement. Ainsi, si l'agent liant se dissout trop rapidement (c'est à dire presque instantanément) lorsqu'il entre en contact avec la résine, les fibres bougeront librement sous l'effet de la pression du flux de résine. Enfin, les résines ayant des viscosités importantes auront davantage tendance à faire glisser le renfort. De même, augmenter la pression d'injection pendant le moulage peut également provoquer un glissement.

Certaines limites sont liées au *débit d'injection*. Ainsi, lorsque le remplissage est trop lent, il y a risque de gel prématuré, donc de réalisation de pièces incomplètes. A l'inverse, lorsque l'injection est trop rapide, des emprisonnements d'air ont lieu et le taux de porosité augmente [44]. Enfin, une augmentation de débit engendre une augmentation de la pression à l'intérieur de l'empreinte pouvant provoquer une déformation du moule ou un déplacement du renfort.

1.1.4.2. Besoins en modélisation

Pour répondre à des impératifs économiques (coûts, délais), la conception encore très empirique des pièces et outillages pour le RTM doit être la plus rapide possible, si bien qu'en l'absence d'outils d'assistance à la conception, le moule est parfois réalisé avant que l'on se soit assuré qu'il permettait un remplissage correct, ce qui rallonge de façon imprévisible les temps de mise au point et aboutit donc à l'inverse de l'objectif visé [4]. La mise au point de logiciels de simulation de l'écoulement de résine sur renfort est donc un impératif économique certain devant permettre d'optimiser pièce et outillage dès le stade de la conception et notamment [9;11;44] :

- de prévoir la position du front d'écoulement pendant le remplissage,

- d'éviter les problèmes de points secs (manque de résine),

- d'éviter les problèmes de formation de vides qui peuvent avoir lieu à la convergence des fronts de matière aux échelles macroscopique et microscopique,

- de connaître la répartition de la pression et des vitesses locales à chaque instant dans le moule de manière à permettre des analyses mécaniques et rhéologiques de l'outillage,

- d'optimiser les paramètres tels que la pression, le débit, ainsi que le nombre et l'emplacement des points d'injection,

- d'optimiser la structure du renfort,

- de pouvoir choisir le système de résines avec le ratio le mieux adapté,

- de pouvoir choisir l'équipement d'injection le plus convenable.

Des groupements d'industriels se sont formés récemment pour étudier le procédé (CHRYSLER, FORD et GENERAL MOTORS aux États-Unis ; RENAULT, P.S.A. et S.N.P.E. en France) [26].

1.1.5. Conclusion (sur la présentation des technologies RTM et SRIM)

Les technologies d'injection sur renfort, principalement connues sous les noms de RTM et SRIM, sont de plus en plus utilisées pour la production de matériaux composites (RTM : petites et moyennes séries ; SRIM : moyennes voire grandes séries). Cette percée est due aux avantages que ces technologies procurent (polyvalence, hygiène, productivité relativement élevée, reproductibilité, investissement relativement faibles et automatisation possible). Cependant, les temps de cycle et la réduction des déchets doivent être encore améliorés grâce au développement des différents éléments de ces technologies :

- des résines moins visqueuses, plus réactives, et pouvant procurer d'excellents états de surface,

- des renforts plus perméables et facilement préformables,

- une amélioration des technologies de préformage (thermopréformage et préformage direct),

- un allégement de la structure des moules,

- une optimisation de la conception des pièces et des moules par le biais de la modélisation informatique du procédé,

- une amélioration de la précision du pilotage des machines à injecter,

- une automatisation plus poussée du procédé.

L'analyse de la littérature technique a permis de constater que, sous l'impulsion de grands donneurs d'ordres comme ceux de l'automobile, les chimistes, les tisseurs, les moulistes et les constructeurs de presses et de machines d'injection ont, depuis ces dernières années, déjà considérablement amélioré leurs produits et réalisent toujours, actuellement, de gros efforts de développement. L'avenir des techniques d'injection sur renfort semble donc très prometteur. Compte-tenu des besoins industriels exprimés, l'objet actuel de la recherche est de contribuer au développement des technologies RTM par une meilleure maîtrise de la prévision des écoulements des résines dans les moules et notamment de la perméabilité des renforts, et par suite de la conception des pièces et des moules. Sur le plan scientifique, les problèmes d'écoulement au travers de renforts et de perméabilité ont jusqu'ici fait l'objet de trop rares études, synthétisées ci-après.

1.2. DÉTERMINATION EXPERIMENTALE ET THÉORIQUE DES PERMÉABILITES

1.2.1. Notion de perméabilité - Loi de Darcy

Gauvin et al. [30] définissent la perméabilité comme étant "*la propriété d'un matériau poreux qui caractérise la facilité avec laquelle un fluide s'écoule à travers ce matériau sous l'effet d'un gradient de pression*". En pratique, elle peut être définie plus généralement comme la conductivité d'un matériau poreux.

Historiquement, la notion de perméabilité a été introduite en 1858 par Darcy lors de l'étude d'un écoulement d'eau à travers un filtre de sable constituant un milieu poreux (fig. 1-19) [45;46].



Fig. 1-19 : Dispositif utilisé par Darcy [45]

Il a montré, dans ces conditions, que le débit Q du fluide, la perte de charge de l'écoulement dans le milieu poreux (ou la différence de hauteur de colonne d'eau) et la géométrie du système expérimental sont liés par une relation simple de la forme :

$$Q = -\mathbf{k} \cdot \mathbf{A} \cdot \frac{\mathbf{h}_2 - \mathbf{h}_1}{\mathbf{h}} \text{ ou } Q = -\mathbf{k}' \cdot \mathbf{A} \cdot \frac{\mathbf{p}_2 - \mathbf{p}_1 + \rho \cdot \mathbf{g} \cdot \mathbf{h}}{\mathbf{h}}$$
(1)

avec :	A : section de l'écoulement	p _i : pression en i
	h _i : hauteur manométrique i	k : constante
	h : hauteur du lit filtrant	k' : constante de perméabilité

La constante de perméabilité est un paramètre caractéristique du couple fluide/milieu poreux qui traduit l'aptitude du fluide à s'écouler au travers du milieu poreux. Cette grandeur présente l'inconvénient majeur de dépendre à la fois des propriétés du fluide et de celles du milieu filtrant. Par la suite, Nuttig en 1930 [45] a montré qu'il était possible de séparer la contribution de chacun des éléments de cette constante et qu'elle peut être écrite sous la forme d'un rapport d'une caractéristique du milieu poreux seul, qu'il a appelé *perméabilité spécifique* du milieu poreux, et d'une caractéristique du fluide en écoulement qui est sa viscosité, soit sous la forme :

$$k' = \frac{K}{\eta}$$
 (2)

avec : K : perméabilité spécifique du milieu poreux

 η : viscosité du fluide

Par la suite, l'équation la plus communément utilisée pour les études d'écoulements en milieux poreux fut écrite sous la forme (3), appelée *loi de Darcy*, qui permet de définir phénoménologiquement la perméabilité en terme de quantité mesurable [47] :

$$Q = K \cdot \frac{A}{\eta} \cdot \frac{\Delta P}{\Delta L}$$
(3)

avec :

Q : débit volumique du fluide $(m^3.s^{-1})$ ou $(cm^3.s^{-1})\eta$: viscosité du fluide (Pa.s) ou (cP) K : perméabilité du milieu poreux (m^2) ou (Darcy) A : section d'écoulement (m^2) ou (cm^2) ΔP : perte de charge de l'écoulement (Pa) ou (atm) ΔL : longueur d'écoulement (m) ou (cm)

On considère en fait que la perméabilité K correspond grossièrement à la mesure du diamètre moyen au carré des pores du matériau [38;47].

L'application de la loi de Darcy requiert un certain nombre d'hypothèses précisées ciaprès [29;36;38;46;47;48;49;50;51;52;53;54] :

- le fluide a un comportement Newtonien (la viscosité du fluide ne dépend que de la température),

- l'écoulement est stationnaire,

- le milieu poreux (renfort) est incompressible,

- les forces d'inertie sont négligeables (l'écoulement est laminaire), cette hypothèse étant valable si le débit est suffisamment faible (d'après Klug (1940), il faut un nombre de Reynolds inférieur à 10 [45]),

- la taille des pores est petite devant les dimensions du moule,
- les effets de bord sont négligés,
- la diffusion moléculaire est négligée [53],
- la dissipation visqueuse est négligée [53],
- le milieu est totalement saturé en fluide [54]

La loi de Darcy a tout d'abord été largement utilisée dans des domaines liés aux écoulements dans les sols [45]. Puis, il s'est avéré que cette relation pouvait décrire avec suffisamment de précision l'écoulement de résine à travers des renforts fibreux [48]. Les premiers essais pour appliquer la théorie de l'écoulement en milieux poreux de Darcy aux procédés de transformation des composites fibres/polymère ont été réalisés en 1982 et 1985 pour analyser le tassement de stratifiés en époxy par autoclave [49]. Plus récemment, en 1989 et 1991, parallèlement au développement du procédé RTM, l'étude de l'imprégnation de la préforme pendant le remplissage du moule a été réalisée sur la base du même concept [49].

La loi de Darcy est souvent étendue aux cas bidimensionnel et tridimensionnel.

* Dans le cas *bidimensionnel*, la loi de Darcy prend alors la forme [11;36;46;52;55;56]:

$$\begin{pmatrix} \mathbf{u} \\ \mathbf{v} \end{pmatrix} = -\frac{1}{\eta} \cdot \begin{pmatrix} \mathbf{K}_{xx} & \mathbf{K}_{xy} \\ \mathbf{K}_{yx} & \mathbf{K}_{yy} \end{pmatrix} \cdot \begin{pmatrix} \frac{\partial \mathbf{P}}{\partial x} \\ \frac{\partial \mathbf{P}}{\partial y} \end{pmatrix}$$
(4)

avec u et v : composantes selon les directions x et y de la vitesse moyenne du fluide, K_{II} : composante selon les directions I et J du tenseur de perméabilité

Guin et al. [54] ont montré que la perméabilité est un tenseur symétrique de second ordre. Il est possible de déterminer un repère dans lequel cette matrice est diagonale :

$$\mathbf{K} = \begin{pmatrix} \mathbf{K}_{\mathbf{x}} & \mathbf{0} \\ \mathbf{0} & \mathbf{K}_{\mathbf{y}} \end{pmatrix}$$
(5)

On a alors, dans ce repère :

$$\begin{cases} u = -\frac{K_x}{\eta} \cdot \frac{\partial P}{\partial x} \\ v = -\frac{K_y}{\eta} \cdot \frac{\partial P}{\partial y} \end{cases}$$
(6)

* En tridimensionnel, la loi de Darcy prend la forme plus générale suivante :

$$\underline{\mathbf{v}} = \frac{\mathbf{K}}{\eta} \cdot \nabla \mathbf{P} \tag{7}$$

avec : \underline{v} : champ des vitesses du fluide

 ∇P : champ des pressions

Le principe est le même que dans le cas bidimensionnel [22;46]

Enfin, pour un fluide *non Newtonien*, pseudo plastique, une relation viscosité/taux de cisaillement telle que la loi puissance peut être adoptée :

$$\eta = M.\dot{\gamma}^{n-1} \tag{8}$$

avec : η : viscosité (Pa.s)

 $\dot{\gamma}$: gradient de cisaillement (s⁻¹)

M, n : paramètres de la loi puissance (M : consistance ; n : indice de pseudo-plasticité)

Wissler en 1971 [50], a montré que la loi de Darcy, dans ce cas, prend la forme :

$$Q = K.A. \left(\frac{\Delta P}{M.\Delta L}\right)^{\frac{1}{n}}$$
(9)

avec : Q : débit volumique

K : perméabilité A : section d'écoulement η : viscosité ΔP : perte de charge ΔL : longueur d'écoulement

M, n : paramètres de la loi puissance

Cette équation a également été utilisée par ailleurs [29;50;51;57].

1.2.2. Détermination expérimentale des perméabilités longitudinales

On appellera par la suite "perméabilité longitudinale" (K_x ou K_y), une valeur de perméabilité déterminée selon une direction parallèle au plan du renfort. A contrario, on appellera "perméabilité transversale" (K_z) une valeur de perméabilité déterminée selon une direction perpendiculaire au plan du renfort (selon l'épaisseur). On distinguera parmi les perméabilités longitudinales (fig. 1-20) :

- la "perméabilité longitudinale en sens chaîne" (K_x) qui correspond à la perméabilité longitudinale déterminée selon la direction du sens de déroulement du rouleau de renfort (chaîne des tissus),

- la "perméabilité longitudinale en sens trame" (K_y) qui correspond à la perméabilité longitudinale déterminée selon la direction perpendiculaire au sens du déroulement du rouleau (trame des tissus).



Au niveau mondial, seules quelques équipes ont développé assez récemment des techniques de détermination des perméabilités longitudinales de renforts fibreux selon une ou plusieurs directions.

Notons également que par la suite le terme "porosité" (ϕ) sera employé pour désigner le complément à l'unité du taux de renfort :

$$\phi = 1 - V_{\rm f} = 1 - \frac{{\rm n.}\zeta}{{\rm e.}\,\rho} \tag{10}$$

avec :

V_f: taux volumique de renfort

n : nombre de pli de renfort

 ζ : masse surfacique du renfort

e : épaisseur de l'empilement

 ρ : densité du renfort

1.2.2.1. Détermination par perte de charge et débit uniaxial

Deux techniques d'injection peuvent être utilisées : à pression ou à débit constant.

a) Injection à pression constante

Au milieu des années 80, Martin et Son [58] ont déterminé des valeurs de perméabilités de mats et de tissus sur une plage de porosités allant de 0,55 à 0,75 au moyen de l'appareil présenté fig. 1-21 en utilisant des sirops de maïs de viscosité 0,041 Pa.s et 0,345 Pa.s. Après mouillage du renfort, une pression constante (0,2 MPa) est appliquée à l'entrée du moule. Le débit est mesuré par pesée. Connaissant par ailleurs, la viscosité du fluide η , sa masse volumique, et la géométrie de l'empreinte (section transversale A, longueur ΔL), la perméabilité est calculée d'après la loi de Darcy :

$$K = Q \cdot \frac{\eta}{A} \cdot \frac{\Delta L}{\Delta P}$$
(11)



Fig. 1-21 : Dispositif utilisé par Martin et Son [58]

En 1989, Lam et Kardos [52;59] ont mis au point un appareil à parois flexibles (fig. 1-22) permettant de faire varier le taux de renfort pendant les mesures. Cet appareil permet en fait, de déterminer des valeurs de perméabilités dans l'optique du moulage à l'autoclave où il y a propagation de résine dans un milieu saturé avec évolution du taux de renfort pendant la consolidation. Les perméabilités ont été déterminées et tracées en fonction de la porosité qui était facilement modifiable sans changer de renfort. Les travaux ont été effectués sur des renforts en graphite avec de l'eau et une huile silicone. Le principe de calcul est le suivant. A chaque pas de porosité, les hauteurs de fluide des manomètres sont notées et la constante de perméabilité est calculée à partir d'une relation dérivée de la loi de Darcy :

$$\frac{\mathbf{k}''.\mathbf{A}}{\mathbf{L}} = \frac{\mathbf{c}}{\mathbf{t}_2 - \mathbf{t}_1} \cdot \ln\left(\frac{\mathbf{h}(\mathbf{t}_1)}{\mathbf{h}(\mathbf{t}_2)}\right)$$
(12)

avec : k" : constante de perméabilité (cm.s⁻¹)

A : section de l'échantillon (cm²)

L : longueur de l'échantillon (cm)

c : constante de calibration (1,008 cm²)

h(t_i) : différence de hauteur de fluide dans le manomètre à l'instant t_i

La perméabilité est ensuite obtenue par :

$$K = \frac{k''.\eta}{\rho_r.g}$$
(13)

avec : η : viscosité du fluide

 ρ_r : densité du fluide

g : constante gravitationnelle



Fig. 1-22 : Dispositif longitudinal utilisé par Lam et Kardos [52]

En 1992, Mazzola et al. [56] ont utilisé le moule représenté figure 1-23 possédant une paroi transparente permettant de visualiser le front de matière et un système d'injection à pression constante. Les essais ont été réalisés sur des mats de porosité comprise entre 0.64 et 0.87 et avec des résines polyesters de différentes viscosités. Les valeurs de perméabilité ont été déterminées à partir de la position du front de matière au cours du temps grâce à une intégration de la loi de Darcy :

$$\mathbf{K} = \frac{\phi}{2} \cdot \frac{1}{\mathbf{P}_{i} - \mathbf{P}_{0}} \cdot \boldsymbol{\eta} \cdot \frac{\mathbf{x}_{f}^{2}}{t}$$
(14)

avec : t : temps

 ϕ : porosité

P_i: pression d'injection

 P_0 : pression au front de matière

 x_f : position du front de matière au temps t



Fig. 1-23 : Dispositif utilisé par Mazzola et al. [56]

En 1993, Kenny et al. [49] proposent, outre la méthode décrite ci-dessus, une autre technique pour déterminer les valeurs de perméabilités à partir d'une injection à pression constante. Cette méthode nécessite des capteurs de pression répartis dans un moule longitudinal (fig. 1-24), la paroi transparente n'étant alors plus nécessaire. En supposant que la répartition de la pression est linéaire le long de l'axe du moule on a :
$$\sqrt{K} = x_{f}(t) \cdot \sqrt{\frac{\phi.\eta}{2.(P_{0} - P_{f}).t}}$$

et (15)

$$\frac{P_0 - P(x, t)}{P_0 - P_f} = \frac{x}{x_f(t)}$$

avec P(x,t): pression à l'abscisse x au temps t. En substituant la première équation dans la seconde, on obtient :

$$\frac{P_0 - P(x,t)}{x \cdot \sqrt{P_0 - P_f}} = \sqrt{\frac{\phi \cdot \eta}{2 \cdot K}} \cdot \frac{1}{\sqrt{t}}$$
(16)

La détermination de la pente $\sqrt{\frac{\phi \cdot \eta}{2.K}}$ de la courbe $\frac{P_0 - P(x,t)}{x \cdot \sqrt{P_0 - P_f}} = f\left(\frac{1}{\sqrt{t}}\right)$ permet le calcul de la

perméabilité K. Ce procédé a été appliqué à un tissu satin avec une porosité égale à 0,38.



b) Injection à débit constant

En 1986, Gauvin et al. [38;50] utilisent un moule rectangulaire (fig. 1-25) et une pompe permettant d'injecter à débit constant afin de déterminer les perméabilités de renforts en fibre de verre mats, tissés et mats + tissés en utilisant comme fluide une résine polyester. Les valeurs de perméabilité ont été déterminées à partir des graphes $\Delta P = f(Q)$ en appliquant la loi de Darcy, la pente de ces graphes étant en effet égale à $\frac{1}{K} \cdot \frac{\eta}{A} \cdot \Delta L$. Le même montage a été plusieurs fois utilisé par la suite par Gauvin [30;60].



Fig. 1-25 : Dispositif utilisé par Gauvin et al. [38;50]

- 36 -

En 1989, Molnar et al. [61], emploient également un moule rectangulaire celui-ci étant cependant alimenté par un vérin de transfert entraîné par un dynamomètre. Un plastifiant est utilisé comme perméant. Les perméabilités de renforts en fibres de verre mats, tissus unidirectionnel et bidirectionnel et mixtes (combinaisons de différents types de renforts) ont été déterminées de la même manière que précédemment.

En 1990, Michaeli et al. [9] utilisent un appareillage similaire et une méthode de détermination identique à ceux employés par Gauvin et al. [50]. La même année, Rupel et al. [1;62] emploient eux aussi un moule rectangulaire alimenté à une extrémité par un vérin piloté par un dynamomètre et contenant un plastifiant de viscosité 0,08 Pa.s. La perméabilité de renforts mat et tissés est également déterminée d'après la loi de Darcy en utilisant une régression linéaire du graphe $\Delta P = f(Q)$. Enfin, en 1992, Molina et al. [56;63] utilisent le même type de moule pour déterminer de la même manière que précédemment des valeurs de perméabilité à débit constant avec une résine polyester pour des renforts mats.

c) Remarques - Limites

L'ensemble des auteurs s'accordent pour constater qu'avec ces techniques uniaxiales de détermination de la perméabilité, il est possible de rencontrer des problèmes de glissement du renfort et de cheminement préférentiel du fluide sur les bords du moule ("effet canal") (fig. 1-26).



Fig. 1-26 : Phénomènes perturbateurs lors d'une injection en plan de joint

1.2.2.2. Détermination par perte de charge et débit biaxial

Les deux techniques d'injection précédentes peuvent là encore être utilisées.

a) Injection à pression constante

En 1986, Adam et al. [64] ont mis au point un appareil permettant la visualisation de l'écoulement à pression constante de matière dans un moule carré à injection centrale contenant un renfort. Les travaux ont été réalisés sur des renforts tissés synthétiques avec une résine époxy. Les perméabilités longitudinales des renforts orthotropes ont été déterminées grâce à une relation reliant l'évolution du rayon du front de matière au cours du temps à la pression d'injection. Cette relation est issue de l'équation de continuité et de la loi de Darcy et

est valable lorsque l'on utilise un repère confondu avec celui déterminé par les axes correspondant aux perméabilités principales :

$$\frac{d(\mathbf{R}^2)}{d\mathbf{t}} = \frac{2.\mathbf{K}.\Delta\mathbf{P}}{\phi.\eta} \cdot \frac{1}{\ln\left(\frac{\mathbf{R}}{\mathbf{R}_0}\right)}$$
(17)

avec : R : rayon du front de matière

 R_0 : rayon du seuil

Il suffit alors de tracer $\frac{\Delta(R^2)}{\Delta t}$ en fonction de $\ln\left(\frac{R}{R_0}\right)^{-1}$, pour en tirer la pente m de manière à m ϕ n

obtenir : $K = \frac{m.\phi.\eta}{2.\Delta P}$ (18).

En 1987, la même équipe [65] propose une détermination itérative des valeurs de perméabilités principales dans le cas d'un écoulement anisotrope. Dans ce cas la forme du front est une ellipse. Il s'agit alors de faut trouver la valeur de $\alpha = K_1/K_2$ qui permette d'obtenir la meilleure corrélation des graphes traduisant l'évolution de la forme du front en fonction du temps : $F(\xi_{f_i}, w) = f(t)$. Avec :

K_i : composante du tenseur de perméabilité selon la direction principale i

$$F(\xi_{f_{i}}, w) = (\xi_{f_{i}} - \xi_{f_{0}}) \cdot \left(\frac{\sinh(2.\xi_{f_{i}})}{4} + \frac{\xi_{f_{i}}}{2}\right) + \cos^{2}w \left(\xi_{f_{i}} \cdot \xi_{0} - \frac{\xi_{f_{i}}^{2} + \xi_{0}^{2}}{2}\right) + \frac{\cosh(2.\xi_{0}) - \cosh(2.\xi_{f_{i}})}{8} + \frac{\xi_{0}^{2} - \xi_{f_{i}}^{2}}{4}$$
(19)

et : $\xi_0 = \ln\left(\frac{1+\sqrt{\alpha}}{\sqrt{1-\alpha}}\right)$ (20) équivalent elliptique du rayon du seuil

Pour la direction i = 1:

w =
$$\frac{\pi}{2}$$
 et $\xi_{f_1} = \sinh^{-1} \left(\frac{R_1}{R_0} \cdot \left(\frac{1}{\alpha} - 1 \right)^{-\frac{1}{2}} \right)$ (21) : équivalent elliptique dans la direction 1

Pour la direction i = 2:

w = 0 et
$$\xi_{f_2} = \cosh^{-1} \left(\frac{R_2}{R_0} \cdot (1 - \alpha)^{-\frac{1}{2}} \right)$$
 (22) : équivalent elliptique dans la direction 2
R: : rayon du front dans la direction i

avec R_i : rayon du front dans la direction i R_0 : rayon du seuil

Lorsque l'on a la valeur de α qui donne la meilleure corrélation, la pente des graphes (théoriquement la même pour les deux directions) est : $m_{\xi} = \frac{K_1 \cdot \Delta P}{\phi \cdot \eta \cdot R_0^2} \cdot \left(\frac{\alpha}{1-\alpha}\right)$ (23) et permet d'obtenir les valeurs de K_1 et K_2 . Au moyen de cette méthode les auteurs ont déterminé les perméabilités principales longitudinales de renforts synthétiques anisotropes avec une résine époxy.

En 1989 et 1990 Bruschke et Advani [11;66] déterminent les rapports des perméabilités principales de plusieurs renforts (mats et tissus) à partir de la mesure des axes principaux des ellipses formées par les fronts d'écoulement. Ils utilisent un moule carré

(450x450x5,5 mm) à injection centrale à pression imposée (0,4 MPa max.) et une huile pour moteur. La méthode employée est issue d'une relation établie par Gutowski et al. [11] :

$$\frac{\text{Longueur de l'axe de l'ellipse dans la direction 1}}{\text{Longueur de l'axe de l'ellipse dans la direction 2}} = \sqrt{\frac{K_1}{K_2}}$$
(24)

En 1991 Um et Lee [36] utilisent un moule de dimensions 110x80x0,79 mm et une huile silicone. L'appareillage est représenté figure 1-27, sachant que la technique de détermination des perméabilités est identique à celle employée par Adam et al. [64;65].



Fig. 1-27 : Dispositif utilisé par Um et Lee [36]

En 1991, Chan et Hwang [67], déterminent des valeurs de perméabilités pour des renforts tissés en utilisant une résine époxy au moyen de l'appareil schématisé fig. 1-28.



Différents cas sont étudiés :

* Dans le cas des renforts isotropes, les auteurs reprennent le principe exposé par Adam et al. en 1986 [64;65] (voir précédemment).

* Dans celui des renforts orthotropes, lorsque le repère correspondant aux directions des perméabilités principales est confondu avec le repère du laboratoire, le principe utilisé est celui énoncé par Bear [67]. Il repose sur une transformation du système de coordonnées (x;y)

en "système isotrope équivalent" $(x_e; y_e)$. De manière imagée, l'ellipse théorique observée expérimentalement est transformée mathématiquement en un cercle. Cette technique permet donc de se ramener au cas isotrope. Les relations permettant de passer d'un système à l'autre sont :

$$y = x. \sqrt{\frac{K_x}{K_y}}$$
; $K_e = \sqrt{K_x.K_y}$; $x_e = x. \left(\frac{K_y}{K_x}\right)^{\frac{1}{4}}$ (25); (26); (27)

La procédure de détermination est alors la suivante :

- Tracer le graphe $R_y = f(R_x)$ dont la pente doit être $m_1 = \sqrt{\frac{K_y}{K_x}}$ (28)
- Calculer les valeurs $R_{x_c} = R_x \cdot \left(\frac{K_y}{K_x}\right)^{\frac{1}{4}}$ (29)

- Calculer les valeurs $F = R_f^2 (2.\ln(R_f) - 1)$ (30) avec $R_f = \frac{R_{x_e}}{R_{x_0,e}}$ (31) et $R_{x_0,e}$ est le rayon du seuil après conversion.

- Tracer le graphe F = f(t) et calculer la pente qui est égale à $m_2 = \frac{4.K_c.\Delta P}{\phi.\eta.R_{x_0,e}^2}$ (32) pour en

extraire la valeur de K_e.

- Déduire les valeurs de $K_x = \frac{K_e}{m_1}$ (33) et $K_y = m_1 \cdot K_e$ (34).

* Dans le cas des renforts orthotropes, lorsque le repère correspondant aux directions des perméabilités principales (x';y') est différent de celui lié au laboratoire (x;y), si θ est l'angle entre les deux repères, les coefficients de la matrice de perméabilité dans le repère (x,y) sont :

$$\begin{cases} \mathbf{K}_{xx} = \frac{1}{2} \cdot \left(\mathbf{K}_{x} + \mathbf{K}_{y} \right) + \frac{1}{2} \cdot \left(\mathbf{K}_{x} - \mathbf{K}_{y} \right) \cdot \cos(2.\theta) \\ \mathbf{K}_{yy} = \frac{1}{2} \cdot \left(\mathbf{K}_{x} + \mathbf{K}_{y} \right) - \frac{1}{2} \cdot \left(\mathbf{K}_{x} - \mathbf{K}_{y} \right) \cdot \cos(2.\theta) \\ \mathbf{K}_{xy} = \frac{1}{2} \cdot \left(\mathbf{K}_{x} - \mathbf{K}_{y} \right) \cdot \sin(2.\theta) \end{cases}$$
(35)

Après s'être placé dans le repère (x';y') pour déterminer les perméabilités principales, on peut donc calculer les coefficients de la matrice de perméabilité dans le repère (x;y).

Enfin, en 1993 Rudd et al. [68] ont utilisé la méthode de Kurt et al. [65] pour déterminer les perméabilités d'un mat de verre.

b) Injection à débit constant

En 1981 Gonzales et al. [53] déterminent les perméabilités d'un mat de verre à différentes porosités en considérant que le renfort est isotrope. Ils utilisent un moule à injection centrale à débit constant, un capteur de pression étant placé à 30 mm du seuil et la relation suivante :

$$\Delta \mathbf{P} = \frac{\mathbf{Q}.\boldsymbol{\eta}}{2.\pi.\boldsymbol{\phi}.\mathbf{K}.\mathbf{e}} \cdot \ln\!\left(\frac{\mathbf{r}}{\mathbf{R}_0}\right) \tag{36}$$

avec : ΔP : perte de charge sur la distance r
 Q : débit d'injection
 η : viscosité
 φ : porosité

K : perméabilité e : épaisseur de l'empreinte R₀ : rayon du seuil

En 1990, Greve et Soh [47] ont mis au point une méthode de détermination des perméabilités principales de renforts orthotropes. Ils utilisent le montage schématisé sur la figure 1-29, comprenant un moule carré (610x610 mm) alimenté en son centre, doté d'une paroi transparente en PMMA et muni d'un capteur de pression à 25,4 mm (1") du seuil. Son épaisseur peut être réglée entre 2 et 7 mm. Un dynamomètre actionnant un vérin de transfert permet d'injecter à débit constant :



Fig. 1-29 : Dispositif utilisé par Greve et Soh [47]

Les auteurs ont établi la relation suivante (37) à partir de la loi de Darcy et de l'équation de continuité :

$$P(t) = -\frac{Q.\eta}{4.\pi.K_{e}.\phi.e} \cdot \ln\left(\frac{S_{0}}{S(t)}\right)$$
(37)

avec : S_0 : surface définie par le front quand il atteint le capteur S(t) : surface définie par le front à l'instant t

S(t) : surface définie par le front à l'instant t

Le principe de la transposition de l'écoulement anisotrope en écoulement isotrope équivalent exposé précédemment a, en fait, été repris pour les calculs. Expérimentalement, les valeurs P(t) et S(t) sont respectivement mesurées et calculées. On a S(t) = $\pi . \Phi_X(t) . \Phi_y(t)$ (38) avec $\Phi_i(t)$: diamètre de l'ellipse dans la direction i à l'instant t. En traçant le graphe P(t) = $f\left(ln\left(\frac{S_0}{S(t)}\right)\right)$, on peut calculer la perméabilité équivalente K_e à partir de sa pente $m = -\frac{Q.\eta}{4.\pi.K_e.\phi.e}$ (39). Les perméabilités principales sont ensuite déterminées avec K_x = K_e.E (40) et K_y = K_e/E (41). E(t) est ici l'excentricité, elle est calculée en faisant la moyenne des excentricités instantanées calculées à chaque instant t : $E(t) = \frac{\Phi_x(t)}{\Phi_y(t)}$ (42). Avec

cette procédure, les auteurs ont déterminé les perméabilités principales de renforts en fibres de verre (mats et tissus). Le fluide utilisé est un mélange coloré de sirop de maïs et d'eau de manière à obtenir une viscosité réglable entre 0,1 et 50 Pa.s.

En 1992, Wang et al. [69] emploient une méthode analogue pour déterminer les perméabilités principales de mats de verre et de tissus graphites. Ils utilisent comme fluide un mélange glycérine/eau pour obtenir différentes viscosités. Un moule de dimensions 508x140x3,2 mm à injection centrale est alimenté par un vérin de transfert monté sur un dynamomètre.

c) Remarques - Limites

Les méthodes biaxiales de détermination de perméabilités permettent de s'affranchir des effets de cheminement de bords (effet canal) et des phénomènes de glissement du renfort. Seul un effet de tassement au droit du seuil d'injection peut comprimer le renfort et favoriser un écoulement entre la paroi et le premier pli. En outre, cette méthode est limitée par un compromis entre la taille du moule et l'importance du débit. Lorsque l'on augmente le débit, il faut un moule suffisamment petit pour que la paroi transparente maintenue en périphérie ne se déforme pas. Par ailleurs, le moule doit être assez grand pour pouvoir observer les évolutions du front d'écoulement.

1.2.3. Détermination expérimentale de la perméabilité transversale

On rappelera ici comme définit précédemment que la perméabilité transversale est la perméabilité considérée selon l'épaisseur du renfort. Seules de rares équipes de chercheurs ont travaillé sur la détermination des perméabilités transversales de renforts fibreux. Le principe des essais reste le même que celui utilisé pour la perméabilité longitudinale déterminée par la méthode uniaxiale : connaissant un débit et une perte de charge, on en déduit les valeurs de perméabilité et il est possible d'injecter le perméant soit à pression constante, soit à débit constant.

a) Injection à pression constante

Le dispositif utilisé en 1989 par Lam et Kardos [52;59] pour la détermination de perméabilités longitudinales avec variation possible du taux de renfort pendant les essais (§1.2.2.1.) a été configuré pour des déterminations de perméabilités transversales (fig. 1-30) et employé avec les mêmes produits : renforts en graphites avec comme fluide l'eau ou une huile silicone.



Fig. 1-30 : Dispositif transversal utilisé par Lam et Kardos [52]

b) Injection à débit constant

En 1987, Gutowski et al. [70] ont mis au point un appareil permettant de déterminer les perméabilités transverses de renforts (fig. 1-31). Celui-ci est enduit sur sa périphérie de résine époxy de manière à éviter un cheminement préférentiel du fluide par ses côtés. Il est ensuite placé entre deux plaques poreuses. L'échantillon est disposé dans le montage, luimême monté sur un dynamomètre assurant un débit constant du perméant. Les renforts testés étaient en fibres de graphite et les auteurs ont utilisé comme fluides différentes huiles. Les perméabilités ont été calculées par simple application de la loi de Darcy après avoir vérifié que la perte de charge due aux plaques poreuses était négligeable par rapport à celle produite par la présence du renfort.



Fig. 1-31 : Dispositif utilisé par Gutowski et al. [70]

Ruppel et al. [1] ont également réalisé des déterminations de perméabilités transversales avec des renforts mats et tissés en fibres de verre avec un plastifiant de type dioctylphtalate (DOP) et en utilisant le montage schématisé sur la figure 1-32. Les perméabilités transversales ont été déterminées de la même manière que les perméabilités longitudinales mais en prenant comme longueur d'écoulement L, l'épaisseur de l'échantillon.



Fig. 1-32 : Dispositif utilisé par Ruppel et al. [1]

Des déterminations de perméabilités transverses associées à des déterminations en longitudinal ont été également effectuées par Wang et al. [69] en 1992 avec les mêmes matériaux que ceux évoqués en §1.2.2.2.. L'appareil utilisé est là encore un cylindre permettant de maintenir un échantillon de renfort entre deux écrans poreux espacés d'une distance connue mais fixe (3,175 mm soit 1/8"). Le diamètre de passage pour le liquide est ici égal à 25,4 mm (1"). L'étanchéité à la périphérie de l'échantillon a été réalisée avec du silicone.

La même année, Bates et al [71] ont réalisé des déterminations de perméabilité transverse à l'échelle de la mèche avec le dispositif représenté figure 1-33.



Fig. 1-33 : Dispositif utilisé par Bates et al. [71]

Avec cet appareil il est possible de faire varier la porosité en modifiant la tension exercée sur la mèche. Les valeurs de perméabilité sont calculées directement à partir de la loi de Darcy en prenant comme section d'écoulement A, la surface de l'orifice et comme longueur

d'écoulement L, l'épaisseur de la mèche déterminée microscopiquement. Les essais ont été effectués sur des rovings de verre avec une huile silicone de 0,048 Pa.s.

Enfin, en 1993, Walsh et al. [72] ont déterminé des valeurs de perméabilités transverses sur des renforts en fibres de verre composés de plis de différentes natures en utilisant comme fluide une huile de viscosité 0,134 Pa.s. Le dispositif est là encore composé d'un cylindre principal contenant deux plaques poreuses situées de part et d'autre de l'échantillon à caractériser. La Loi de Darcy a été employée pour déterminer les valeurs de perméabilité.

1.2.4. Calculs de prévision et modélisation des perméabilités

Le pendant théorique des approches expérimentales présentées jusqu'ici est constitué par les tentatives de prévision et de modélisation des perméabilités par calcul. Deux écoles s'opposent en la matière :

- calcul des perméabilités d'après des formules empiriques obtenues par lissages, régressions, adaptation de constantes à partir des essais,

- modélisation du milieu poreux avec un certain nombre d'hypohèses et résolution analytique ou numérique des équations d'écoulement.

1.2.4.1. Détermination de perméabilités à partir de formules empiriques

Dans la littérature, ce genre de relation a le plus souvent été établi pour des renforts de type mat. En 1989 et 1990, Trévino et al. [73] expriment leurs résultats expérimentaux par une relation entre la perméabilité et la porosité du type log-log linéaire :

$$\log(K) = \mathbf{a}.\log(\mathbf{\phi}) + \mathbf{b}$$
 (43)

où ϕ est la porosité et a et b sont des constantes propres à chaque renfort.

En 1992, Gauvin et Kerachni [74] ont utilisé pour 0,65 $\leq \varphi \leq 0,90$ une relation du type :

$$K = a + b.exp(c.\phi)$$
 (44)

La perméabilité a été reliée en 1992 au taux de renfort en masse (M_f) par Rudd et al. [73] pour M_f compris entre 18 % et 43 % :

$$K = \mathbf{a}.M_{f}^{\mathbf{b}}$$
(45)

D'après Cai, en 1992 [73], un terme de vitesse superficielle V = $\frac{\text{debit total (Q)}}{\text{section (A)}}$ (46)

vient corriger les valeurs de perméabilité afin de prendre en compte des phénomènes d'écoulement non laminaires :

. pour un mat :
$$K = a.exp(b.\phi) + c.V.$$
 (47)
pour un tissu $K = a.exp(b.\phi) + (c.\phi + d) V$ (48)

pour un tissu
$$K = a.exp(b.\phi) + (c.\phi + d).V$$
 (48)

La même année, Berdichevsky et Cai [75], mettent au point des relations permettant de calculer les perméabilités longitudinale et transversale à partir du taux de renfort maximum $V_{f_{rer}}$ (lorsque toutes les fibres sont en contact) et du taux de renfort de l'empilement étudié :

$$K_{X} = \frac{\exp(A(V_{f_{max}}) + B(V_{f_{max}}), V_{f})}{V_{f}^{C(V_{f_{max}})}}$$
(49)

$$K_{Z} = D(V_{f_{max}}) \cdot \frac{\left(1 - \sqrt{V_{f}} + V_{f_{max}}\right)^{5}}{\left(\sqrt{V_{f_{max}}}\right)^{2}}$$
(50)

$$A(V_{f_{max}}) = 5,43 - 18,5. V_{f_{max}} + 10,7. V_{f_{max}}^{2} + 10,7. V_{f_{max}}^{2$$

avec :

L'expression de K_Z est en fait une adaptation de l'équation de Kozeny-Carman présentée au paragraphe suivant.

1.2.4.2. Détermination de perméabilités à partir de modèles

Historiquement, la notion de perméabilité a été développée pour les milieux granulaires tels que les sols. Aussi, les premiers modèles ont été mis au point pour permettre de cerner les valeurs de perméabilités de ce type milieu. Lorsque la notion de perméabilité a été utilisée pour les milieux fibreux que l'on rencontre dans les composites, ces modèles ont été adaptés (modèles capillaire et du rayon hydraulique). Par la suite d'autres modèles ont été développés de manière à prendre en compte les particularités des milieux fibreux, notamment l'arrangement et les dimensions des fibres ou des mèches (modèles cellulaires ou de l'approximation de la lubrification hydrodynamique, théorie des résistances).

a) Modèles faisant abstraction de l'arrangement des fibres (méthodes macroscopiques)

Le modèle capillaire [45;76;77]

Dans ces modèles, on considère que le milieu est constitué de petits cylindres (capillaires). L'écoulement à travers une section donnée est déduit de l'écoulement à travers un simple capillaire. Les modèles capillaires permettent d'obtenir des relations entre perméabilité et porosité du type :

$$K = \frac{\phi \cdot D_c^2}{a}$$
 (52)

- 46 -

avec ϕ : porosité, D_c: diamètre des capillaires et **a** : constante. La forme de cette expression évolue sensiblement lorsque des assemblages de type série ou parallèle ou des distributions de taille de pores sont considérés (voir [45]).

La théorie du rayon hydraulique [45;76;77]

Le concept du rayon hydraulique est utilisé pour relier le diamètre des capillaires aux dimensions réelles des fibres. Le rayon hydraulique est lié au canal hypothétique auquel le milieu poreux est supposé être équivalent. Il est inversement proportionnel à la surface

spécifique du milieu : $s = \frac{Surface des pores}{Volume des pores}$ (53). Les relations utilisant le concept du rayon

hydraulique sont de la forme : $K = a \cdot r^2 \cdot f(\phi)$ (54) avec a : constante, r : rayon hydraulique et $f(\phi)$: facteur de porosité. Les hypothèses permettant d'utiliser cette théorie sont :

- pas de pore obstrué
- pores aléatoirement répartis et de taille uniforme
- faible porosité
- pas de phénomène de diffusion

En formulant certaines hypothèses, *Kozeny* [45] a développé une théorie particulière (*Théorie de Kozeny*) à partir du concept de rayon hydraulique :

- le milieu poreux est représenté par un assemblage de canaux de section variable mais de longueur définie

- les équations de Navier-Stockes sont résolues simultanément pour tous les canaux passant à travers une section normale à l'écoulement dans le milieu poreux

- il n'y a pas de composante tangentielle de la vitesse du fluide dans la section perpendiculaire aux canaux d'écoulement et on néglige l'influence de l'écoulement conique dans les ressèrements et les élargissements des canaux.

Les relations entre perméabilité et porosité sont alors du type : $K = a.r.^{2}.\phi^{3}$ (55). Pour exprimer le fait que les cylindres ne soient pas rectilignes, le paramètre tortuosité T² est quelquefois introduit. La relation s'écrit dans ce cas :

$$K = \frac{\mathbf{a}.\mathbf{r}^2.\boldsymbol{\phi}^3}{\mathbf{T}^2} \tag{56}$$

Cependant, la forme la plus utilisée est celle où apparait la constante de Kozeny ($k = f.T^2$) :

$$K = \frac{f.r^2.\phi^3}{k}$$
(57)

avec f : facteur de porosité

Il existe plusieurs *relations dérivées de la relation de Kozeny* [54]. Parmi elles, la plus utilisée dans le domaine du RTM est celle de Kozeny-Carman :

$$K = \frac{1}{S^2 \cdot k} \cdot \frac{(1 - V_f)^3}{V_f^2}$$
(58)

où V_f est le taux volumique de renfort et S la surface spécifique des particules du milieu : dans le cas de sphères de diamètre D : S = 6/D (59) et, dans le cas de cylindres de diamètre D : S = 4/D (60). Cette dernière configuration est celle qui est adoptée pour modéliser un milieu fibreux ; l'équation de Kozeny-Carman est donc utilisée en général sous la forme :

$$K = \frac{r^2}{4.k} \cdot \frac{(1 - V_f)^3}{V_f^2}$$
(61)

où r est le rayon des fibres. Dans la littérature cette relation porte quelquefois le nom de Blake-Kozeny, ou Blake-Kozeny-Carman, ou enfin, plus simplement : équation BKC.

En 1974, Scheidegger [45] fait la synthèse des principales limites de la théorie de Kozeny :

* La perméabilité est traitée de manière isotrope alors qu'il s'avère que dans la plupart des renfort utilisé en RTM la perméabilité est anisotrope.

* L'expérience montre que les valeurs de perméabilité varient en fonction du taux de renfort beaucoup plus que ne le montrent les relations de type Kozeny.

* Enfin, la théorie de Kozeny n'est pas applicable aux faibles taux de renfort.

A partir de tests, Kardos et al. [52] constatent en outre la même année qu'une limite importante de la théorie de Kozeny-Carman est qu'elle ne tient pas compte de la nonuniformité des pores. Ils ont observé des débits plus importants que ceux prévisibles par la relation de Kozeny et ont attribué cette déviation à la distribution non-uniforme des fibres du renfort. Cette théorie ne prend pas non plus en compte les effets de surface possibles agissant sur le fluide lorsqu'il progresse dans le milieu poreux.

En 1984, Gutowski et al. [70] vérifient la validité de la relation de Kozeny-Carman pour des écoulement transversaux en définissant pour cela des constantes de Kozeny associées à chaque direction (dans le cas particulier k_Z est la constante de Kozeny selon la direction perpendiculaire au plan du renfort). Ils reprochent à la relation de Kozeny le fait qu'elle ne donne une perméabilité nulle que lorsque le taux de renfort est égal à 1, alors que, du fait de la forme et de la disposition des mèches, la perméabilité s'annule pour un taux de renfort limite inférieur à 1 : $V_{f_{mu}}$. Ils proposent une relation ayant la forme suivante :

$$K_{Z} = \frac{r^{2}}{4.k_{Z}} \cdot \frac{\left(\sqrt{\frac{V_{f_{max}}}{V_{f}}} - 1\right)^{3}}{\frac{V_{f_{max}}}{V_{f}} + 1}$$
(62)

En 1990, Martin et Son [58] confrontent l'équation de Blake-Kozeny avec leurs mesures sur différents types de renforts. Ils observent des résultats cohérents dans le cas de renforts de type mat, alors qu'en revanche pour les tissus, la perméabilité calculée est supérieure à celle déterminée expérimentalement (jusqu'à un facteur 4).

En 1991, Lee et Seo [57] adaptent la formule de Kozeny au cas non-Newtonien en supposant qu'un écoulement radial à travers des fibres unidirectionnelles puisse être représenté comme l'écoulement à travers une fente entre deux plaques parallèles :

$$K = \frac{n}{2.(2n+1)} \cdot \left(\frac{3}{2.k}\right)^{\frac{1}{n}} \cdot \frac{r^{1+\frac{1}{n}} \cdot (1 - V_{f})^{2+\frac{1}{n}}}{V_{f}^{1+\frac{1}{n}}}$$
(63)

En 1992, Kardos et al. [54] font le point sur les valeurs de la constante de Kozeny trouvées expérimentalement. Théoriquement, pour un système constitué de capillaires droits, la valeur de k doit être égale à 2. Cependant la plupart des valeurs de k trouvées

expérimentalement se situent autour de 5. Les différences observées sont généralement expliquées par le fait que la longueur réelle d'écoulement est supérieure à la longueur théorique (notion de tortueusité). Néanmoins, le fait que k soit approximativement constant dans une plage de taux de renfort entre 0,3 et 0,7, rend l'équation de BKC très attrayante. À l'intérieur de ces limites, la constance de k est dûe à ce qu'une augmentation de sa valeur liée à une diminution du taux de renfort est annulée par une diminution engendrée par une réduction de la tortueusité. Pour des valeurs de taux de renfort en dehors de la plage précédemment citée, les valeurs de k sont très différentes. Par exemple, pour un écoulement transverse à un lit de fibres alignées, k varie entre 9 et 10. Dans ce cas, la perte de charge supplémentaire due au caractère convergent/divergent des canaux d'écoulement doit être prise en considération.

Enfin, d'après les mêmes auteurs, la relation BKC est limitée selon les considérations suivantes :

* Pour les *taux de renfort élevés* (supérieurs à 0,7), dans le cas d'écoulements parallèles au sens longitudinal des fibres, l'hypothèse de canaux de forme cylindrique n'est plus respectée, les sections sont de forme applaties et possèdent des angles aigus. Par ailleurs, pour des écoulements perpendiculaires à l'axe des fibres, la perméabilité doit tendre vers une valeur nulle lorsque le taux de renfort tend vers un taux limite.

* Pour les *taux de renfort faibles* (inférieurs à 0,3) la représentation géométrique du milieu ne correspond plus non plus à celle des hypothèses de Kozeny. La situation se rapproche davantage de particules dispersées affectant l'écoulement [54].

* L'adsorption et les autres effets de surface ne sont pas pris en compte, mais ils sont moins prononcés pour les fluide Newtoniens (cas du RTM pendant le remplissage) que pour les fluides non-Newtoniens.

* Les "canaux non-débouchants" qui engendrent des valeurs de tortuosité supérieures.

* La prise en compte des *contraintes élongationnelles* provoquées par les séries de contractions et d'élongations que subit le fluide à cause de la géométrie du milieu fibreux. Cependant, là encore, ce phénomène est plus important dans le cas de fluides non-Newtoniens.

* La *non-uniformité des pores* peut amener des erreurs importantes puisque la relation BKC suppose un diamètre uniforme des cylindres. Le modèle peut être soit un assemblage de cylindres parallèles de différents diamètres (modèle parallèle) soit une association de cylindres identiques mais dont la section diffère dans leur longueur (modèle série). En fonction du degré de non-uniformité, la perméabilité devient alors plus forte (modèle parallèle) ou plus faible (modèle série) que celle calculée d'après la relation de BKC.

La théorie des résistances

Cette théorie a été initié par Emersleben en 1924 [45]. Elle repose sur le fait que les parois des pores (dans notre cas : les fibres) sont traitées comme des obstacles. La résistance du fluide sur chaque portion de paroi est estimée par les équations de Navier-Stockes. La somme de toutes ces résistances doit être égale à la résistance à l'écoulement du milieu poreux, donc à η/K d'après la loi de Darcy. La valeur de perméabilité peut donc en être déduite.

La théorie a été développé plus particulièrement pour les milieux fibreux à partir des travaux d'Iberall (1950) [45] sur un cylindre orienté dans la direction de l'écoulement et de

Lamb sur un cylindre perpendiculaire au sens de l'écoulement [45]. Les hypothèses liées à l'emploi de la théorie des résistances à l'écoulement sont :

- une distribution aléatoire de fibres circulaires de même diamètre (D) est considérée,

- les résistances à l'écoulement de chaque distribution de fibres par unité de volume sont égales à celles obtenues avec une équipartition des fibres dans les trois directions principales perpendiculaires,

- l'espace entre les fibres et la longueur des fibres sont élevés devant leur diamètre (cette hypothèse rend cette théorie plus adaptée aux taux de renfort peu élevés),

- les perturbations dûes aux fibres adjacentes sont négligeables

- les forces d'inertie du fluide sont négligeables (nombre de Reynolds faible)

- la perte de charge est linéaire quelle que soit l'orientation considérée de chaque fibre

Les expressions de la perméabilité obtenues avec cette méthode ont la forme générale suivante :

$$\mathbf{K} = \mathbf{a} \cdot \frac{\mathbf{D}^2 \cdot (1 - \mathbf{V}_{\mathrm{f}})}{\mathbf{V}_{\mathrm{f}}} \cdot f(\ln(\mathrm{Re}))$$
(64)

avec a : constante ; D : diamètre des fibres, V_f : taux volumique de fibres et Re : nombre de Reynolds :

$$Re = \frac{D.V.\rho_r}{\eta.(1-V_f)}$$
(65)

où V est la vitesse locale du fluide dans les pores, ρ_r la densité du fluide et η la viscosité du fluide. On remarque que la perméabilité évolue en fonction de la vitesse du fluide, cette variation étant faible cependant lorsque le fluide est peu visqueux.

En 1990, Gauvin et Chibani [77] ont comparé les valeurs de perméabilités déterminées grâce à cette méthode avec celles issues du modèle de Kozeny et de la loi de Darcy (figure 1-34).



Fig. 1-34 : Comparaison entre la théorie de Kozeny et les résultats théoriques et expérimentaux de Gauvin et Chibani [77]

b) Modèles tenant compte de la disposition des fibres (méthodes microscopiques)

Les modèles cellulaires de mèches basés sur l'approximation de la lubrification hydrodynamique

L'approximation de la lubrification hydrodynamique peut être faite lorsque le taux de renfort est élevé puisque dans ce cas les fibres sont suffisamment rapprochées [78].



Fig. 1-35 : Disposition schématique du renfort utilisé pour l'approximation de la lubrification hydrodynamique (mèche ou fibre cylindrique)

Dans la zone d'écoulement (fig. 1-35) on considère que :

- * la hauteur du canal d'écoulement h(x) est faible devant r : $\frac{\partial^2 u}{\partial x^2} << \frac{\partial^2 u}{\partial z^2}$ (66)
- * h(x) varie faiblement en fonction de x : $\frac{\partial u}{\partial x} << \frac{\partial u}{\partial z}$ (67)
- * le nombre de Reynolds (Re) est petit devant 1, l'écoulement étant donc laminaire.

Une cellule représentative de la structure du renfort est choisie, elle décrit le motif élémentaire de disposition des fibres les unes par rapport aux autres. L'arrangement peut être considéré comme carré, triangulaire ou hexagonal. Une relation débit/perte de charge est calculée pour le motif élémentaire puis, après homogénéisation sur tout le renfort, une relation globale entre le débit et la perte de charge est obtenue. Par analogie avec la loi de Darcy, l'expression de la perméabilité est déduite. Lorsque l'approximation de la lubrification n'est pas faite il est nécessaire de recourir à des moyens de calcul numériques. D'après Hoareau [78], on trouve :

* au sein des mèches (fig. 1-35) :

- entre les fibres de rayon r disposées en carré :

$$K_{x} = K_{z} = \frac{\sqrt{2}}{3} \cdot \frac{r^{2}}{1,144} \cdot \left(\sqrt{\frac{\pi}{4.V_{f}}} - 1\right)^{\frac{2}{2}}$$
(68)

- entre les fibres de rayon r disposées en hexagone :

$$K_{x} = \frac{\sqrt{6}}{9} \cdot \frac{r^{2}}{1,144} \cdot \left(\sqrt{\frac{\pi}{2\sqrt{3}.V_{f}}} - 1\right)^{\frac{3}{2}}$$
(69)

- 51 -

$$K_{z} = \frac{\sqrt{6}}{6} \cdot \frac{r^{2}}{1,144} \cdot \left(\sqrt{\frac{\pi}{2\sqrt{3}.V_{f}}} - 1\right)^{\frac{5}{2}}$$
(70)

* au sein d'un renfort unidirectionnel composé de mèches de forme lenticulaires (fig. 1-36) :

$$K_{x} = \frac{2}{3} \cdot \frac{a+c}{b+d} \cdot \frac{1}{1,177} \cdot \frac{\sqrt{b} \cdot d^{\frac{5}{2}}}{\sqrt{a^{2}+b^{2}}}$$
(71)

(K_z ne peut être obtenu en utilisant les hypothèses de la lubrification hydrodynamique)



Fig. 1-36 : Disposition schématique du renfort utilisée pour l'approximation de la lubrification hydrodynamique (mèche lenticulaire)

Les modèles cellulaires de fibre unitaire

Ce type de modèle convient pour les faibles taux volumiques de renfort (inférieurs à 40 %) puisque sont considérées ici des cellules indépendantes contenant chacune une fibre (figure 1-37) :



Fig. 1-37 : Disposition schématique du renfort utilisé pour le modèle cellulaire de fibre unitaire

Cette méthode a été utilisée par Berdechevski et Cai [75]. Le principe de calcul repose sur les étapes suivantes :

- utilisation de la relation de Darcy dans le milieu poreux autour de la cellule,
- utilisation des équations de Navier-Stockes dans la cellule autour de la fibre,
- conditions aux limites à la périphérie de la cellule :
 - . continuité de la vitesse radiale,
 - . contrainte de cisaillement nulle,
- égalité des débits et des dissipations d'énergie entre les deux milieux.

Avec cette méthode ces auteurs ont établi les relation suivantes en 1992 [75] :

$$K_{x} = \frac{r^{2}}{8.V_{f}} \cdot \left(\ln \frac{1}{V_{f}^{2}} - (3 - V_{f}) \cdot (1 - V_{f}) \right)$$

$$K_{z} = \frac{r^{2}}{16.V_{f}} \cdot \left(\ln \frac{1}{V_{f}} - \frac{1 - V_{f}^{2}}{1 + V_{f}^{2}} \right)$$
(72) et (73)

Les modèles mixtes

Bruschke et Advani [76] ont utilisé une méthode qui peut s'apparenter à la précédente puisqu'ils ont considéré que les cellules étaient fixes et les fibres mobiles. Il s'agit en fait d'une méthode mixte utilisant une interpolation entre la théorie de la lubrification destinée aux hauts taux de renfort et les méthodes cellulaires plutôt utilisées pour les faibles taux de renfort. La plage de taux de renfort couverte va de 20 % à 50 %. Enfin ce modèle peut être étendu aux fluides newtoniens généralisés tels que ceux obéissant à une loi puissance ou pour des fluides de Carreau.

1.3. CONCLUSION ET PROGRAMME DE RECHERCHE

L'analyse technologique et économique des procédés d'injection sur renfort a d'une part, mis en évidence l'important développement ces dernières années des technologies d'injections sur renfort, notamment par une forte demande de l'industrie de l'automobile et l'amélioration des performances des produits liés à ces techniques (résines, renforts, outillages, machines d'injection,...) et d'autre part a souligné un besoin en matière de modélisation des écoulements (à des fins d'optimisation et de maîtrise des procédés) qui, compte tenu de la complexité des milieux et fluides en présence, ne peut passer que par une analyse fine et rigoureuse des perméabilités des renforts.

L'analyse de la littérature scientifique a montré que les composantes principales du tenseur de perméabilité pouvaient être déterminées soit expérimentalement, soit par calcul. Expérimentalement, les perméabilités peuvent être déterminées avec n'importe quel fluide, en l'injectant à pression ou débit constant, sachant que doivent être étudiées les perméabilités longitudinales (dans le plan des renforts : sens de la chaîne et sens de la trame) et les perméabilités transversales (selon l'épaisseur des renforts).

Les perméabilités longitudinales peuvent être déterminées de deux manières : par écoulement uniaxial et par écoulement biaxial. La détermination par écoulement uniaxial permet d'obtenir une valeur de perméabilité dans une seule direction par simple application de la loi de Darcy en utilisant un écoulement stationnaire. Mais, bien que le principe de cette méthode soit simple, l'expérience montre que les effets de bord du type "effet canal" peuvent être très importants. L'incidence de ces perturbations est rarement évoquée dans la littérature. Par ailleurs, il est nécessaire avec cette technique, de prendre garde aux effets de déplacement du renfort à proximité du point d'injection. La méthode par écoulement biaxial permet quant à elle de déterminer les perméabilités longitudinales selon deux directions avec un seul essai tout en s'affranchissant des effets de bord de type "effet canal". En revanche, il faut trouver un compromis d'utilisation entre la taille de l'empreinte d'une part qui doit être suffisamment grande pour pouvoir observer correctement l'évolution du front d'écoulement et le taux de renfort ou le débit d'injection d'autre part, qui doivent être suffisamment faibles pour ne pas engendrer une déformation du moule. On retiendra aussi qu'à notre connaissance, aucune étude n'a été effectuée pour comparer les perméabilités trouvées selon les deux méthodes. La perméabilité transversale a été rarement étudiée, mais, tout comme pour la perméabilité longitudinale, son principe de détermination repose sur la loi de Darcy.

Enfin, quelles que soient les méthodes, les études effectuées sont souvent incomplètes dans la mesure où, la plupart du temps, seules les influences des paramètres type et taux de renfort sont étudiées. D'autres paramètres tels que l'état de surface (ensimage), le type de résine, le préformage ne sont en général pas pris en compte alors que leur influence sur le procédé est susceptible d'intéresser les industriels. On ajoutera encore que l'importance relative des effets de bord est rarement quantifiée.

Parmi les moyens de calcul des perméabilités, peuvent être distingués les méthodes semi-empiriques et les modèles. Il est clair qu'avec une méthode semi-empirique il est possible, en ajustant les constantes par rapport à un nombre limité d'essais, de trouver une relation permettant ensuite de calculer les perméabilités sur une plage importante de taux de renfort. Quant aux modèles, ils ne sont en général valables que sur une la plage de taux de renfort pour laquelle les hypothèses qui y sont associées sont vérifiées. On discerne les modèles faisant abstraction de la disposition des fibres (modèle capillaire, théorie de Kozeny, théorie des résistances) et les modèles tenant compte de la dispersion des fibres (modèle de la lubrification hydrodynamique, modèle cellulaire, modèle mixte). Malheureusement, les comparaisons avec des résultats expérimentaux ne sont pas toujours clairement présentés, remettant ainsi en cause la nécessaire validation des modèles proposés.

Dans ce contexte, compte tenu des imprécisions et des insuffisances mises à jour dans la littérature scientifique et technique sur les problèmes d'écoulement au travers des renforts et de perméabilité un programme de recherche spécifique a été bâti.

Dans un premier temps, sera engagée une étude expérimentale visant à analyser les mécanismes d'écoulement intervenant en injection sur renfort à partir de pièces incomplètes de formes simple (plaques) réalisées de manière industrielle et de visualisations d'écoulements dans des moules de laboratoires dotés d'une face transparente. Une attention particulière sera portée au comportement en compression des renforts. Ces étapes préliminaires aux déterminations de perméabilités permettront d'une part de fixer une plage de taux de fibres pour chaque type de renfort dans laquelle les phénomènes perturbateurs observés n'auront pas lieu ou seront négligeables, et d'autre part de définir précisément le cahier des charges inhérent à une conception rationnelle des matériels et une définition rigoureuse du mode opératoire adoptés pour la détermination des perméabilités.

En accord avec les limites trouvées précédemment, les valeurs de perméabilité nécessaires aux équations de simulation seront alors dans un second temps déterminées dans le plan et dans l'épaisseur des renforts en fonction du type et du taux de renfort. Sera en particulier étudiée l'influence de certains paramètres du procédé qui sont rarement pris en compte dans les travaux sur les déterminations de perméabilités : le préformage, l'état de surface des fibres, les effets de bord, la nature de la résine et la géométrie de l'écoulement. Les valeurs de perméabilités longitudinales trouvées avec deux techniques différentes seront en outre comparées, ainsi que les perméabilités transversales avec les perméabilités longitudinales, en s'attachant à vérifier que les valeurs déterminées permettent effectivement d'interpréter les observations de fronts d'écoulement.

Pour des empilements constitués d'un seul type de renfort, on comparera ensuite les valeurs expérimentales de perméabilités longitudinales et transversales à des valeurs calculées à partir de plusieurs modèles théoriques présentés au chapitre §1.2.4. en ajustant leur constantes respectives en fonction du renfort considéré. Pour des empilements contenant différents types de renforts, on calculera les perméabilités longitudinales et transversales globales à partir des perméabilités de chaques type de renfort, et ce, en attachant un attention particulière à la validation expérimentale des résultats obtenus. Pour finir, on proposera un modèle analytique permettant de déterminer un ordre de grandeur de perméabilités longitudinales ou transversales d'un empilement constitué de deux types de renfort.

Chapitre II

Moyens et résultats expérimentaux

Trois étapes sont à distinguer ici :

- la première consiste en une analyse des phénomènes d'écoulement dans un milieu filamentaire, intégrant une analyse qualitative du remplissage sur pièces incomplètes d'une part et en continu au moyen d'un fluide modèle d'autre part après une nécessaire analyse de la compressibilité des renforts,

- les deux étapes restantes sont relatives à la détermination des perméabilités longitudinales et transversales des différents renforts et intégrent une étude paramétrique très complète prenant en compte les différents facteurs d'influence potentiels.

2.1. MATÉRIAUX UTILISÉS

2.1.1. Renforts

Trois types de renfort de base utilisés industriellement sont retenus dans cette étude : - un mat à fil continu : U 750 (VETROTEX) de masse surfacique 450 g.m⁻² et contenant un liant polyester pour le préformage,

- un tissu unidirectionnel : SO 120 (CHOMARAT) de masse surfacique 420 g.m⁻² répartie à 93 % en sens chaine et 7 % en sens trame,

- un tissu bidirectionnel : 580S3x3 (CHOMARAT) de masse surfacique 1740 g.m⁻² composé de trois plis élémentaires de tissu sergé 3/1 cousus par un liage synthétique. Ce tissu est légèrement déséquilibré (46,5 % chaine ; 53,5 % trame).

À partir de ces renforts de base, différentes structures sont ensuite étudiées : en faisant varier le nombre de plis, en associant plusieurs types de renforts (renforts mixtes), en préformant ou en calcinant les empilements. Pour ces systèmes, les abréviations suivantes seront utilisées :

- pour le renfort mat : MA,

- pour le tissu unidirectionnel : UD, ou le cas échant: UDch pour le sens chaine et

UDtr pour le sens trame

- pour le tissu bidirectionnel : BD,

- pour un renfort mixte : MIa/b/a (a plis d'unidirectionnel de part et d'autre de b plis de mats

associées aux notations suivantes :

x MA : x plis de mat dans le moule

BD y% : y% de tissu bidirectionnel en volume dans l'empreinte

Les taux de renfort seront *toujours exprimés en volume*, sachant qu'il a été convenu de travailler à trois fractions volumiques de fibres 20 %, 35 % et 55 %.

2.1.2. Fluides

Dans la première partie de l'étude expérimentale, relative à l'analyse qualitative des phénomènes d'écoulement, les pièces incomplètes (§2.2.1.) sont réalisées en utilisant deux types de résines :

* "Pièces RENAULT" : polyisocyanurate STR-C (BAYER)

* "Pièces PEUGEOT" : polyuréthanne Elastolit R4550 (BASF)

Par la suite, l'utilisation d'un *fluide modèle* dont la viscosité est du même ordre de grandeur que celle des polymères employés industriellement, permet notamment de caractériser les compressibilités et les perméabilités des renforts testés. Cette approche a été très largement adoptée par les équipes de chercheurs travaillant dans ce domaine. Dans le cadre de cette étude, le fluide modèle retenu est du Mesamoll, plastifiant commercialisé par BAYER, choisi pour sa viscosité (0,1 Pa.s à 20°C) proche des viscosités des résines employées en injection sur renforts. Les essais sont réalisés en atmosphère climatisée à 23°C, de manière à garantir la constance de la viscosité du fluide pendant les travaux. Pour améliorer le contraste lors des prises de vues (films), un colorant (Rouge Organol commercialisé par PROLABO) est ajouté au fluide modèle. Aucune variation de la viscosité due à l'ajout de ce colorant n'est décelable.

Enfin, certains essais sont ponctuellement menés avec des composants de systèmes de résines industriels :

* résine vinylester : Derakane 411-45 (DOW) de viscosité 0,7 Pa.s à 23°C

* résine époxy : Araldyte LY556 (CIBA) + 50% en poids de durcisseur HY917

(CIBA) de viscosité 0,8 Pa.s à 23°C

Il est à noter que les viscosités des résines et du plastifiant sont vérifiées au moyen d'un viscosimètre Brookfield selon la norme NF T 51-210.

2.2. ANALYSE DES PHÉNOMENES D'ÉCOULEMENT DANS UN MILIEU FILAMENTAIRE

Dans un premier temps des pièces incomplètes de géométrie simple sont réalisées de manière industrielle par injection sur renfort afin de mettre évidence les phénomènes spécifiques au procédé.

Au regard des observations faites sur ces incomplets, on étudie ensuite plus précisément la compressibilité des renforts utilisés dans cette étude. En effet, bien que la littérature aborde parfois le sujet, la compressibilité des renforts n'est pas toujours reliée de manière explicite à des limites d'utilisation en terme de taux de fibres. Il est pourtant facilement concevable qu'en deçà d'un certain taux de renfort, celui-ci n'est plus comprimé dans le moule et n'en occupe pas toute l'épaisseur. Il existe par ailleurs une limite supérieure de taux de fibres au-delà de laquelle il n'est plus possible de fermer le moule. L'étude de la compressibilité des renforts, permet donc de déterminer une zone expérimentale admissible pour chaque type de renfort.

Enfin, une analyse qualitative basée sur la visualisation de propagation de fronts de résine a pour objet d'appréhender de manière "continue" les anisotropies d'écoulement en complément des observations "discontinues" faites sur les pièces incomplètes. Ces visualisations permettent, en outre, de vérifier la pertinence des domaines de taux de fibres précédemment fixés à l'issue de l'étude des compressibilités des différents renforts.

2.2.1. Analyses expérimentales des phénomènes intervenants lors du remplissage

La modélisation de tout phénomène nécessite la détermination préalable de l'ensemble de ses facteurs d'influence. Dans le cas de l'injection RTM ou SRIM il est notamment nécessaire d'analyser les phénomènes particuliers liés à la présence du renfort dans l'écoulement. On s'attachera donc, ici, à mettre en évidence ce type de phénomènes en utilisant des moyens de transformation industriels et en analysant le remplissage incomplet de pièces types.

2.2.1.1. Conditions expérimentales

Deux *moules* types sont utilisés qui différent par leurs dimensions, épaisseurs et systèmes d'alimentation.

Le "moule RENAULT" (fig. 2-1) permet la réalisation de pièces carrées (500x500 mm) de 4 mm d'épaisseur. Deux configurations d'injection sont possibles : dans le plan de joint (dans ce cas deux évents de 40x0,7 mm en fond de moule sont utilisés) ou transverse (dans l'axe du moule) et décentrée à 90 mm du bord (dans ce cas deux évents de 40x0,16 mm en fond d'empreinte sont utilisés).



Fig. 2-1 : "Moule RENAULT"

Le "moule PEUGEOT" (fig. 2-2) permet la réalisation de pièces carrées (700x700 mm) de 3 mm d'épaisseur. L'injection est transversale centrée.



Fig. 2-2 : "Moule PEUGEOT"

Toutes les pièces sont réalisées au moyen d'une machine d'injection bi-composant RIM KRAUSS-MAFFEI munie d'une tête de mélange à contre-courant.

Deux types de résines (polyisocyanurate et polyuréthanne mentionnées au §2.1.2.), sont utilisées. Les trois types de renforts de base (cf. §2.1.1.) ont été utilisés en diverses configurations (nombre de plis et combinaisons de renforts).

Les paramètres de l'étude, détaillés dans les tableaux A(-a,-b,-c), sont :

- la quantité de matière injectée (de 200 à 800 g)
- le débit d'injection (de 110 à 500 g.s⁻¹)
- le taux de renfort (de 20 % à 55 %)
- le type de renfort (MA ; UD ; BD ; MI)
- l'orientation du renfort (chaine trame)
- le type d'alimentation

Les paramètres de mise en œuvre fixés sont :

- la température d'injection (RENAULT : 20°C à 25°C ; PEUGEOT : 33°C à 36°C)
- la température du renfort : température ambiante
- la température du moule (RENAULT : 60°C ; PEUGEOT : 70°C)

Tableau A-a : Inc	omplets	RENAU	LT injectés
en	plan de	joint	
Renfort	Nb.	Débit	Dosage
	plis	$(g.s^{-1})$	(g)
			200
	5		400
			600
		200	800
			200
	8		400
			600
MA			800
			200
	5		400
			600
		500	800
			200
	8		400
			600
			800
Tableau A-c : Inc	omplets	PEUGEO	DT injectés

Tableau A-c : mc	ompiets	FEUGE	Ji injectes j
trar	nsversale	ement	
Renfort	Nb.	Débit	Dosage
	plis	$(g.s^{-1})$	(g)
			200
MA	4		400
			600
MAch/MAtr	2/2		600
			200
BD	2		400
		200	500
	4		200
UDch	8		100
			200
UDch/UDtr	4/4		200
UDch/MA/UDch	3/2/3		200
	2/4/2		200

Tableau A-b : Inc	omplets	RENAU	LT injectés
trar	isversale	ement	C .
Renfort	Nb.	Débit	Dosage
	plis	$(g.s^{-1})$	(g)
			200
	5		400
			600
		200	800
			200
	8		400
			600
MA			800
			400
	5		600
		444	800
			400
	8		600
			800
			200
		200	400
UDch	8		600
		444	400
			600
			200
UDtr	8		400
	5		600
			200
BD	2	200	400
			600
			200
			400
	3/2/3		600
UDch/MA/UDch		160	600
		110	
	2/4/2	200	400
	1/6/1		

Tableaux A(-a,-b,-c) récapitulatifs des essais réalisés

Dans chaque cas on s'attache à analyser qualitativement le processus de propagation de la résine au travers du renfort en s'intéressant plus particulièrement :

- à la symétrie de l'écoulement par rapport au plan moyen de la structure,
- aux directions privilégiées de l'écoulement (dans le plan et hors du plan),
- à la capacité de la résine à imprégner tous les plis de l'empilement,
- aux déplacements et déformations du renfort lors de l'écoulement.

Cette analyse qualitative est réalisée par observation directe puis photographie des pièces incomplètes injectées. Elle est ponctuellement complétée par une analyse quantitative plus locale. Ainsi, le profil du front dans l'épaisseur de la pièce peut être déterminé sur des échantillons découpés dans les plaques, au microscope optique (type : CARL ZEISS JENA ; grossissement : x30) après dissolution du renfort à l'acide fluorhydrique ou après enrobage puis polissage des prélèvements.

2.2.1.2. Pièces incomplètes injectées en plan de joint

Sur ce type de pièces, les essais réalisés montrent que :

- L'injection en plan de joint sur des tissus unidirectionnels ou bidirectionnels s'avère impossible sans un plissement du renfort (fig. 1-26). Ce phénomène est dû au débit d'injection élevé qui conduit à une pression de résine telle que les renforts tissus, n'étant pas assez comprimés dans le moule, sont déplacés par le fluide. Ce problème n'apparaît en revanche pas pour les renforts mats, moins compressibles : la pression de la résine n'est pas suffisante pour les déplacer.

- Quel que soit le type de renfort, lors de certaines injections apparaît une propagation préférentielle de la résine le long des parois de l'empreinte appelé effet canal (fig. 1-26). Ce phénomène ne semble pas être lié étroitement aux paramètres de mise en œuvre (débit, taux de fibres) mais plutôt à la précision de la découpe et au positionnement des plis de renfort.

- Le profil de la matière dans l'épaisseur de l'empilement de mats est tel que le front est systématiquement plus avancé de côté de la paroi opposée à la carotte (fig. 2-3). Ce décalage qui n'est lié ni à la position du front dans la plaque, ni aux paramètres taux de renfort et débit d'injection, reste faible (entre 2 et 4 mm) et peut être attribué à une différence de quelques degrés entre les températures des deux faces du moule, nécessaire au démoulage de la pièce.



Fig. 2-3 : Profil du front pour une injection en plan de joint sur un mat

2.2.1.3. Pièces incomplètes injectées transversalement à 10 cm du bord du moule

Dans un premier temps, les faces recto et verso des pièces incomplètes injectées transversalement à 10 cm du bord du moule, ont été comparées. On constate que la résine imprègne facilement toute l'épaisseur des pièces dans le cas des mats, tandis qu'elle traverse difficilement les structures composées de tissus unidirectionnel ou bidirectionnel (fig. 2-4). Ces problèmes d'écoulement dans l'épaisseur, rendent donc nécessaire l'étude de la perméabilité transversale des renforts.



Fig. 2-4 : Recto et verso d'une demi-plaque injectée transversalement et contenant 35 % en volume d'unidirectionnel

Par ailleurs, les comparaisons des allures des pièces incomplètes figurant en annexe font ressortir les principaux points suivants :

* les effets de glissement du renfort et de cheminement de bord sont d'autant plus marqués que le débit est élevé ou que le taux de renfort est important,

* les paramètres débit, quantité de matière injectée et taux de renfort étant fixés, l'écoulement transverse dans le tissu bidirectionnel semble meilleur que dans le tissu unidirectionnel, signe que le paramètre "structure du renfort" est essentiel,

* pour les renforts mixtes, lorsque le nombre de plis de mat augmente, les faces recto et verso tendent à être symétriques,

* en faisant varier de 90° l'orientation du tissu unidirectionnel par rapport à l'axe principal d'écoulement du moule, un allongement du front dans le sens de l'orientation principale des fibres apparaît au début du remplissage mais la différence d'allure s'estompe en fin de remplissage, probablement en raison des effets de bord.

Les observations microscopiques des sections d'écoulement confirment par ailleurs la bonne imprégnation des mats (front droit : fig. 2-5) et le mouillage difficile dans l'épaisseur des tissus bidirectionnels voire très difficile pour les tissus unidirectionnels (fronts très inclinés : fig. 2-6). Dans le cas des mixtes on remarque qu'en augmentant la proportion de mat (MI161 et MI242), l'allure du front se rapproche de celle observée pour un renfort constitué uniquement du mat, en revanche, le front du mixte contenant une proportion de tissu unidirectionnel plus importante (MI323) est proche de celui d'un renfort composé uniquement de tissu unidirectionnel.



Fig. 2-5 : Evolution de la position du front de matière en fonction du temps pour 20 % en volume de mat

Ces observations permettent également de remarquer qu'après injection, les différentes couches de mats demeurent réparties dans toute l'épaisseur de l'empreinte tandis que les renforts tissés sont comprimés dans une zone centrée au droit du point d'injection et, de ce fait, des veines de résine pure apparaissent près de la paroi du moule vers la carotte d'alimentation (trais fins sur la figure 2-6). La nécessité de caractériser la compressibilité des renforts utilisés en RTM est donc mise en évidence ici.



Fig. 2-6 : Evolution de la position du front de matière en fonction du temps pour 35 % en volume d'unidirectionnel

Enfin, d'une manière générale, l'ensemble des relevés figurant en annexe montre que les allures de front analysées précédemment ne varient guère en fonction du débit d'injection et des taux de renfort utilisés dans cette partie de l'étude.

2.2.1.4. Pièces incomplètes injectées transversalement au centre de la plaque

Les injections transversales centrales permettent de mettre en évidence un certain nombre de phénomènes. Il apparaît d'abord que, quel que soit le taux de renfort ou le débit d'injection, l'écoulement dans le mat (respectivement dans le tissu bidirectionnel) est pratiquement orthotrope avec une direction privilégiée dans le sens trame (fig. 2-7) (respectivement dans le sens chaine (fig. 2-8)). Le repérage de l'orientation des échantillons de renfort s'avère en conséquence nécessaire. Dans le cas du mat, la faible anisotropie provient de la méthode d'élaboration du produit. En effet, les mèches sont disposées "aléatoirement" par un mécanisme se déplaçant perpendiculairement à la ligne de fabrication du renfort, ce qui induit globalement une orientation préférentielle des mèches selon le sens trame. L'anisotropie de tissu bidirectionnel est due vraisemblablement au mode de tissage et au fil de couture liant les trois plis qui crée des petits canaux d'écoulement préférentiel dans le sens de la chaine (fig. 2-44).



Par ailleurs, il semble que, pour un débit donné, l'apparition de zones riches en résine dûe à un tassement des plis au droit de la carotte d'injection soit liée au taux de renfort (fig. 2-9 et 2-10), donc probablement à la compressibilité de l'empilement. Lorsque le tissu unidirectionnel est comprimé, la forme allongée obtenue montre que l'écoulement dans le plan du renfort est fortement orthotrope avec un contour perturbé.



Enfin, il est à noter que, lorsque l'on injecte à fort débit sur du tissu unidirectionnel, on observe un écartement des mèches au droit du point d'injection, ce qui modifie l'allure de l'écoulement en augmentant l'orthotropie :



Fig. 2-11 : Écartement des mèches au droit du point d'injection pour un empilement de tissu unidirectionnel

2.2.1.5. Conclusions sur les analyses d'incomplets

La propagation de la résine en RTM semble perturbée non seulement par les effets de bord ou de glissement du renfort, mais également par leur compressibilité et la disposition des mèches formant leur structure. La compressibilité des renforts doit donc être analysée avant l'étude des écoulements dans les différentes structures et les mesures de leurs perméabilités.

Par ailleurs, dans le cas des tissus, le front d'écoulement est allongé dans l'épaisseur contrairement au renfort mat où il est quasiment droit - suggérant des comportements différents en terme de perméabilités transversales de ces différents types de renfort ce qui nous conduira à étudier également la perméabilité selon l'épaisseur des renforts.

2.2.2. Détermination des zones expérimentales admissibles de compressibilité des renforts et de débits

Il s'agit de déterminer pour chaque renfort :

- la limite inférieure de taux de fibre en deçà de laquelle le renfort n'est plus assez comprimé dans le moule et risque de se déplacer sous l'effet de la pression.

- la limite supérieure de taux de fibre au-delà de laquelle le renfort n'est plus compressible.

Des essais sont effectués sur des échantillons secs et des échantillons imbibés de fluide modèle, afin de vérifier si ce dernier affecte de manière significative la compressibilité des renforts.

2.2.2.1. Conditions expérimentales

L'ensemble des travaux visant à déterminer les compressibilités des renforts est effectué sur un dynamomètre INSTRON 1185 relié à un ordinateur HP 9121. Pour les essais sur renforts secs, les empilements sont placés entre les plateaux de diamètre 150 mm d'un montage de compression (fig. 2-12). Les carrés de renfort empilés de dimensions 100x100 mm sont découpés à l'emporte-pièce.



Fig. 2-12 : Dispositif utilisé pour les essais de compression

Pour les essais sur renforts imbibés de fluide, le matériel et la procédure sont globalement identiques à ceux employés lors des travaux sur les renforts secs. Seul un récipient à fond plat contenant le fluide et l'échantillon à tester est rajouté entre les plateaux du montage de compression (fig. 2-13).



Fig. 2-13 : Dispositif utilisé pour les essais de compression de renforts en présence de fluide

Il est à noter qu'on a vérifié dans différentes configurations d'empilement que la présence du récipient n'affectait pas les résultats obtenus lors des différents essais de compression.

La procédure utilisée lors des essais est précisée ci-après. Les renforts sont disposés entre les deux plateaux, dont l'un est relié à la cellule de force du dynamomètre. La distance initiale entre les deux plateaux est repérée. Après avoir réglé la vitesse du plateau mobile à $0,5 \text{ mm.min}^{-1}$, l'essai commence. Cette vitesse lente est choisie pour permettre une éventuelle relaxation du renfort. Le logiciel d'acquisition relève la force exercée en fonction du déplacement relatif des deux plateaux donc la pression exercée sur les renforts. Il est donc ensuite possible de tracer pour chaque empilement, la courbe "pression de compression en fonction de l'entrefer" : Pr=f(e).

On rappelle qu'il a été convenu, en accord avec les autres partenaires de l'étude, de caractériser le comportement en compression d'empilements homogènes ou mixtes permettant en fabrication de réaliser des pièces de 4 mm d'épaisseur avec des taux volumiques de renfort de 20, 35 et 55 %.

En particulier, les types d'empilement retenus pour cette étude sont : - uniquement constitués de mat (MA), tissu unidirectionnel (UD) ou bidirectionnel (BD) pour lesquels les trois taux de renfort précisés auparavant sont testés, - des mixtes MI161, MI242 et MI323 correspondant à un taux volumique de 35 %.

Le nombre de plis nécessaire pour atteindre au mieux ces taux, pour chaque type de renfort, est calculé sur la base de la relation (74) et précisé tableau B-a, sachant que le tableau B-b dresse la synthèse des taux volumiques réels obtenus.

$$V_{f} = \frac{n.\zeta}{e.\rho}$$
(74)

- avec : V_f: taux volumique de renfort
 - n : nombre de plis
 - ζ : densité surfacique (g.m⁻²)
 - e : épaisseur de l'empreinte (m)

 ρ : masse volumique du verre (2,6.10⁶ g.m⁻³)

	20 %	35 %	55 %
MA	5	8	13
UD	5	9	14
BD	1	2	3

	20 %	35 %	55 %
MA	21,6	34,6	56,2
UD	20,2	36,3	56,5
BD	16,7	.33,5	50,2

Tableau B-a : nombre de plis

Tableau B-b : Taux réels

MI161:34,0 % MI242:33,5 % MI323: 32,9 %

2.2.2.2. Compressibilité des renforts secs

Quel que soit l'empilement considéré, il apparaît que l'allure des courbes Pr=f(e)schématisée fig. 2-14 est identique :

* Pour $e = e_0$, le renfort commence à être comprimé

* Pour $e > e_0$, on a une asymptote Pr = 0: le renfort n'est pas comprimé car son épaisseur est inférieure à l'entrefer.

* Pour $e \rightarrow e_{min}$, on a une asymptote $Pr = \infty$: tous les contacts possibles entre les fibres sont établis, une pression supplémentaire modifierait la géométrie de la fibre ou la casserait.



Fig. 2-14 : Courbe type d'un essai de compression

Par ailleurs, l'expérience montre qu'à une pression de compression donnée, il y a linéarité entre le nombre de couches (n) et l'entrefer (e) (fig. 2-15), ce qui se vérifie aussi bien dans le cas de renforts de même type que dans celui des renforts mixtes (fig. 2-16).







Fig. 2-16 : Combinaison linéaire dans le cas d'un mélange de types de renfort

Par conséquent, pour chaque type de renfort, une seule courbe Pr = f(e) déterminée avec un nombre de plis n_0 est nécessaire. La courbe Pr = f(e) correspondant à un nombre de plis n_1 se déduit de la courbe maîtresse réalisée pour n_0 plis par une affinité d'axe e = 0 et de rapport n_1/n_0 . De même, si on connaît les courbes Pr = f(e) pour deux types de renforts A et B il sera possible de déduire la courbe de compression de n'importe quel empilement contenant des plis de A et B (fig. 2-17).



Fig. 2-17 : Détermination d'une courbe de compression à partir de courbes maîtresses

Enfin, si les pressions de compression sont limitées à Pr_{min} et Pr_{max} , le rapport n/e sera borné par (n/e)_{max} et (n/e)_{min}, ces derniers rapports correspondant respectivement aux valeurs de Pr_{min} et Pr_{max} . Or, comme $\phi = 1 - \frac{n.\zeta}{e.\rho}$ (10), la porosité ϕ sera de la même manière comprise entre deux valeurs ϕ_{max} et ϕ_{min} correspondant respectivement à Pr_{min} et Pr_{max} .

2.2.2.3. Compressibilité des renforts imbibés de fluide

Une comparaison quantitative avec les essais réalisés sur échantillons secs est effectuée en traçant pour chaque essai, les deux courbes "pression de compression en fonction de l'entrefer" sur un même graphe. Il apparaît que, bien que les allures des courbes Pr = f(e) soient globalement similaires, des comportements différents se dégagent. Dans le cas des mats, pour un entrefer donné, la pression de compression des renforts secs est supérieure à celle des renforts imbibés (fig. 2-18). Dans le cas des tissus, on observe l'effet inverse (fig. 2-19).



Fig. 2-18 : Différence de comportement en compression entre mat sec et mat imprégné de fluide



Fig. 2-19 : Différence de comportement en compression entre tissu sec et tissu imprégné de fluide

Pour les renforts mixtes, le décalage observé dépend des proportions d'unidirectionnel et de mat : le MI161 se comporte comme un renfort composé uniquement de mats, le MI323 comme un empilement de tissus et pour le MI242, on n'observe pas de différence car les phénomènes antagonistes se sont compensés. Quelques courbes représentatives sont présentés en annexe.

Les différences de comportement observées sont probablement dues aux différences de structure fondamentales entre tissus et mats : l'organisation des fibres dans le premier cas et leur désordre dans le second peuvent les expliquer. Pendant la compression d'un renfort imprégné de fluide, deux phénomènes antagonistes peuvent avoir lieu :

• le rôle lubrifiant du fluide facilite le mouvement des fibres les unes par rapport aux autres ce qui conduit à des pressions de compression inférieures,

2 du fait de leur viscosité respective, le fluide "plastifiant" est plus difficile à évacuer que le fluide "air", ce qui explique des pressions de compression supérieures.

Ces phénomènes ont une importance relative différente suivant le type de renfort. Pour les tissus, les fibres sont organisées de par leur fabrication, le rôle lubrifiant du fluide modèle est secondaire. Dans le cas des mats, les fibres sont enchevêtrées, le rôle lubrifiant du fluide devient prépondérant.

2.2.2.4. Relaxation de la compression des renforts

Il s'agit ici d'étudier les phénomènes de relaxation des renforts secs ou mouillés afin d'affiner la connaissance de leur comportement en compression. Alors que les paragraphes précédents sont utiles pour connaître les limites d'utilisation de chaque renfort en terme de taux de fibres, l'analyse de leur relaxation permet d'aprécier les temps de stabilisation avant une validation de mesure de perméabilité. Les renforts secs sont ici comprimés dans un entrefer fixé et l'évolution de la pression de compression (à partir de la mesure de la force) a été relevée en fonction du temps. Afin de se rapprocher des sollicitations auxquelles est soumis le renfort pendant sa mise en œuvre par RTM, du fluide est ensuite versé dans le récipient et les changements provoqués par la présence du liquide sont observés.

Avant l'ajout du fluide et quel que soit le renfort, des courbes ayant l'allure de la figure 2-20 sont observées, mettant en évidence un phénomène de relaxation.



Fig. 2-20 : Évolution de la pression de compression en fonction du temps

L'ajout de fluide révèle de nouveau une différence de comportement (fig. 2-21). Pour les tissus, l'addition du fluide provoque une rupture de pente, mais l'allure de la courbe redevient la même que celle observée à sec ; la relaxation reprend son cours. Pour les mats, on observe après l'apport de fluide un comportement linéaire du renfort. Le comportement a fondamentalement changé ; la relaxation semble plus intense.

On retiendra que les renforts comprimés ont tendance à se relaxer dans le temps. Quel que soit le renfort, l'ordre de grandeur du taux de relaxation après 20 min de mise en charge est de 10 % à sec. Une relaxation supplémentaire de 10 % est observée lorsque le renfort est imbibé de fluide.


Fig. 2-21 : Influence de l'ajout de fluide sur la relaxation des renforts

2.2.2.5. Confrontations aux compressibilités expérimentales

Au delà des tendances observées précédemment, il peut se révéler intéressant de comparer les résultats obtenus aux mesures expérimentales et modèles théoriques disponibles dans la littérature, même si la compressibilité des renforts n'est pas toujours reliée de manière explicite à des limites d'utilisation en terme de taux de renfort.

a) Modèle de Gutowski

En 1987, Gutowski et al. [70] ont proposé un modèle pour décrire la relation entre la pression appliquée sur un lit de fibres et sa fraction volumique. Ils ont supposé que la rigidité du réseau des fibres était dictée par le comportement en flexion des fibres entre les multiples points de contact. Selon eux, le lit de fibres agit comme un ressort non-Hookien.

$$\Pr = \mathbf{c} \cdot \frac{\sqrt{\frac{V_{f}}{V_{0}}} - 1}{\left(\sqrt{\frac{V_{f_{max}}}{V_{f}}} - 1\right)^{4}}$$
(75)

avec : Pr : pression de compression du renfort

c : constante

V_f : taux volumique de verre

 V_0 : taux à partir duquel la compression du renfort est effective

 $V_{f_{max}}$: taux maximum

La valeur de $V_{f_{max}}$ a été choisie entre 0,785 (taux volumique maximum pour un empilement théorique carré) et 0,907 (taux volumique maximum pour un empilement hexagonal). Les travaux menés sur des fibres de graphites alignées ont montré une bonne corrélation (fig. 2-22) entre le calcul et les mesures.



Fig. 2-22 : Modèle de Gutowski et al. pour la compression des renforts [70]

Ces auteurs ont constaté par ailleurs, que la valeur de V_0 est plus faible lorsque les fibres sont moins bien alignées. Des écarts entre les courbes ont également été observés lorsqu'un même empilement est comprimé plusieurs fois.

Les résultats expérimentaux obtenus dans le cadre de la présente étude sont comparés aux valeurs calculées avec la relation théorique précédente (75). Le terme $V_{f_{uux}}$ est égal à 0,8 d'après la littérature. Le taux de renfort minimum V_0 est calculé à partir de la relation (10) en déterminant expérimentalement l'entrefer à partir duquel la cellule de force du dynamomètre détecte une force. De même, les taux de renfort V_f sont calculés en utilisant la relation (10). Les graphes $Pr = f(V_f)$ sont tracés et comparés aux valeurs expérimentales pour deux empilements : 5MA et 3BD (fig. 2-23 et 2-24).



Fig. 2-23 : Modèle de Gutowski et al. appliqué à un empilement de mat (5MA)



Fig. 2-24 : Modèle de Gutowski et al. appliqué à un empilement de tissu bidirectionnel (3BD)

Du fait de l'enchevêtrement des fibres dans le cas du mat et du croisement des mèches dans le cas du tissu, les données expérimentales sont très éloignées des courbes théoriques (fig. 2-23 et 2-24). La relation proposée ne semble être valable que dans la mesure où les fibres sont correctement alignées. Ces résultats sont par ailleurs conformes à ceux de Batch [22].

b) Modèle de Gauvin et Chibani

En 1988, Gauvin et Chibani [29] ont utilisé un montage de compression sur un dynamomètre. Des essais ont été effectués sur des empilements de vingt carrés (100x100 mm) de différents renforts en fibre de verre. Afin de pouvoir comparer les compressibilités des différents renforts, les courbes $e/e_0 = f(Pr)$ ont été tracées (fig. 2-25) et une relation empirique a été trouvée (76), dont les constantes **a**, **b**, **c**, et **d** ont été déterminés pour chaque renfort (fig. 2-26).

$$\frac{\mathbf{e}}{\mathbf{e}_0} = \mathbf{a}.\mathbf{Pr} + \mathbf{b}.\mathbf{ln}(\mathbf{Pr}) + \frac{\mathbf{c}}{\mathbf{Pr}} + \mathbf{d}$$
(76)

avec e: entrefer

e₀ : entrefer à partir duquel le renfort est comprimé
a, b, c, et d : constantes
Pr : pression de compression du renfort



Fig. 2-25 : Modèle de Gauvin et Chibani pour la compression de renforts [29]

PARAMETRES	Mat	Mat	Mat	Bidirectionnel
	OCF-8606	N-758	U-850	WR-24
а	0,125	-0,043	0,207	0,042
b	-0,166	-1,13	-1,17	-0,898
С	-0,024	-0,017	-0,010	-0,019
d	4,55	4,95	4,77 ·	5,87
Epaisseur initiale e_0 (cm)	0,24	0,22	0,26	0,08

Fig. 2-26 : Paramètres du modèle de Gauvin et Chibani pour différentes structures [29]

De la même manière et à titre comparatif, les constantes de la relation (76) proposée précédemment sont déterminées ici à partir des mesures réalisées sur les empilements 5MA et 3BD secs et les graphes $e/e_0 = f(Pr)$ sont tracés.



Fig. 2-27 : Modèle de Gauvin et Chibani appliqué à un empilement de mats (5MA)



Fig. 2-28 : Modèle de Gauvin et Chibani appliqué à un empilement de tissu bidirectionnel (3BD)

Les constantes du modèle sont déterminées dans chaque cas en prenant quatre points expérimentaux de chaque graphe et en résolvant un système de quatre équations à quatre inconnues. On constate que la relation proposée est effectivement représentative de l'évolution de e/e_0 en fonction de Pr.

c) Modèle de Batch et Cumiskey

En 1990, Batch et Cumiskey [22] ont publié leurs travaux sur le compactage d'empilements de renforts, constatant que les mats ont un comportement en compression très différent de celui d'un tissu unidirectionnel, ce qui apparaît clairement sur les graphes $Pr = f(V_f)$ (fig. 2-30). En effet, pour un tissu unidirectionnel, les valeurs V_0 et $V_{f_{max}}$ sont plus élevées que dans le cas des mats ce qui est compréhensible puisque les fibres des renforts unidirectionnels sont davantage ordonnées. D'autre part, la compression est plus progressive dans le cas du mat et enfin, pour un taux de renfort donné, la pression de compression du mat est supérieure à celle du tissu unidirectionnel (fig. 2-30). Lors des essais réalisés dans le cadre de cette étude, cette différence de comportement en compression entre les renforts mat et tissu a également été observée.

Paramètre	Mat	Tissu
		unidirectionnel
Résistance au compactage (R)	élevée	faible
Taux de renfort volumique ultime ($V_{f_{max}}$)	faible	élevé
Constante de ressort Hookien (H)	élevée	faible
Taux de renfort initial à $Pr = 0$ (V ₀)	faible	élevé





Fig. 2-30 : Comportements en compression type de mats et de tissus unidirectionnels selon Batch et Cumiskey [22]

d) Modèle de Trévino et al.

La même année, Trévino et al. [1] ont réalisé des mesures de compression de renforts (mat, unidirectionnels et bidirectionnels), et observent que la force de compression décroit en fonction du temps, phénomène également constaté sur les renforts de la présente étude (voir §2.2.2.4.). Ces constatations impliquent qu'un renfort a une réponse de type viscoélastique. Du point de vue industriel, il faut donc tenir compte du paramètre "vitesse de fermeture du moule" qui influe sur l'importance de la valeur du pic de pression due à la fermeture de l'empreinte. En comparant les courbes de compression du mat et des tissus Trévino et al. ont

noté aussi qu'à un taux de renfort donné, le mat exerce une pression sur le moule plus importante qu'un renfort tissé. Enfin, ils proposent une relation empirique entre le taux de renfort (V_f) et la pression de compression (Pr) du type (77) qui coïncide correctement avec les points de mesure (fig. 2-31).

$$\log(V_{\rm f}) = a.\log(Pr) + b \tag{77}$$

avec a et b : constantes



Afin de vérifier que les résultats obtenus dans le cadre de ce travail obéissent également à cette relation, une régression linéaire est effectuée sur les graphiques $\log(V_f) = f[\log(Pr)]$ des empilements 5MA et 3BD, puis, pour chacun d'eux, sont déterminées les valeurs des constantes a et b. On observe une bonne corrélation des mesures avec la relation théorique utilisée (fig. 2-32 et 2-33).



Fig. 2-32 : Modèle de Trévino et al. appliqué à un empilement de mats (5MA)



Fig. 2-33 : Modèle de Trévino et al. appliqué à un empilement de tissu bidirectionnel (3BD)

Cette relation semble donc satisfaisante pour décrire l'évolution du taux de renfort en fonction de la pression de compression. En outre, par rapport à la relation (74) utilisée par Gauvin et Chibani [29] qui nécessite la détermination de quatre constantes, l'équation (75) proposée par Trévino et al. apparaît comme étant plus simple à utiliser puisqu'elle ne fait intervenir que deux constantes que l'on peut trouver rapidement par régression linéaire. Il est à noter enfin que les pentes des graphes $\log(V_f) = f[\log(Pr)]$ déterminées dans notre étude sont proches de celles trouvées par Trévino et al. :

	Û	2
Mat	0,261	0,283
Tissu bidirectionnel	0,010	0,010

Fig. 2-34 : Paramètres du modèle de Trévino et al. appliqué à :
① mat : Vetrotex U750 ; bidirectionnel : Chomarat 580S3x3
② mat : OCF M8610 ; bidirectionnel : Cofab A1118B [1] (V_f en % et Pr en N.m⁻²)

e) Modèle de Mazzola et al.

En 1992, Mazzola et al. [56] ont réalisé des essais de compression sur des mats avec un mode opératoire similaire à celui retenu dans la présente étude. En superposant les courbes $V_f = f(Pr)$ déterminées pour des empilements comprenant différents nombres de plis d'un même renfort, ces auteurs ont montré que l'interpénétration des plis était négligeable, les courbes étant pratiquement confondues (fig. 2-35).



Fig. 2-35 : Évolution du taux volumique de fibre en fonction de la pression de compression pour un mat U-816, selon Mazzola et al. [56]

Dans notre cas, les superpositions des courbes $V_f = f(Pr)$ trouvées pour les mats et les tissus bidirectionnels conduisent aux mêmes conclusions, les graphes relatifs aux différents empilements se confondant (fig. 2-36 et 2-37). Donc, quelque soit le renfort considéré, il n'existe qu'une seule valeur de porosité permettant d'atteindre un taux de compression donné, et, fixer une valeur de porosité revient à fixer aussi une valeur de compression. Autrement dit, la perte de compression due à une éventuelle interpénétration des plis est négligeable.



Fig. 2-36 : Évolution du taux volumique de fibres en fonction de la pression de compression pour différents empilements de mat



Fig. 2-37 : Évolution du taux volumique de fibres en fonction de la pression de compression pour différents empilements de tissu bidirectionnel

f) Modèle de Rudd et al.

En 1993, Rudd et al. [68] ont réalisé des essais de compression à différentes températures (20°C, 40°C et 60°C) avec un montage de compression et un dynamomètre pour des empilements de 20 plis d'un tissu unidirectionnel et d'un mat analogue à celui utilisé dans la présente étude. Pour chaque renfort les courbes $e/e_0 = f(Pr)$ ont été tracées aux différentes températures. Pour le mat à 20°C l'allure de la courbe est identique à celle trouvée fig. 2-27. On remarque en plus, quel que soit le type de renfort, que le compactage est plus important lorsque la température est plus élevée. Industriellement, les paramètres "température du renfort" et "température du moule" sont donc à considérer en plus du paramètre "taux de renfort" pour apprécier la compression du renfort dans l'empreinte.

2.2.2.6. Conclusion

La logique impose que le taux de compression du renfort dans le moule soit :

- supérieur à zéro pour assurer que le renfort occupe toute l'épaisseur de l'empreinte. Idéalement, une pression de compression minimale devrait être choisie pour permettre au renfort de ne pas être comprimé par la résine dans le cas d'une injection perpendiculaire au plan du moule, ce qui nécessiterait la connaissance de la pression de la résine au seuil. Une pression minimale Pr_{min} = 0,01 bar est retenue ici qui correspond à la force minimale détectée par la cellule du dynamomètre.

- inférieur à une pression de compression correspondant à un début de déformation du moule, pour cette étude au-delà de $Pr_{max} = 10$ bars, les parois en PMMA des moules utilisés par la suite se déforment de plusieurs dixièmes de millimètre.

Par conséquent :

 $Pr_{min} < Pr < Pr_{max}$, soit ici 0,01 < Pr < 10 bars

Sachant que pour chaque type de renfort il existe une relation biunivoque entre Pr et V_f , il s'agit donc de trouver et pour que :

$$Pr_{min} < Pr < Pr_{max} \Rightarrow V_{f_{max}} < V_f < V_{f_{min}}$$

Comme d'après (10)
$$V_f = \frac{n.\zeta}{e.\rho} = c \cdot \frac{n}{e}$$
, il faut $\left(\frac{n}{e}\right)_{min} < \frac{n}{e} < \left(\frac{n}{e}\right)_{max}$

Les rapports $(n/e)_{min}$ et $(n/e)_{max}$ sont à déterminer pour chaque type de renfort. En fait, comme trois empilements ont été testés pour chaque type de renfort, trois valeurs de $(n/e)_{min}$ et trois valeurs de $(n/e)_{max}$ sont connues pour chacun d'eux. Dans la mesure où pour chaque catégorie de renfort et pour une pression de compression donnée les rapports n/e sont constants, les moyennes de $(n/e)_{min}$ et $(n/e)_{max}$ ont été calculées. Pour respecter 0,01 < Pr < 10 il faut donc avoir :

- pour les mats : 0,70 < n/e < 2,06

- pour les unidirectionnels : 1,74 < n/e < 4,19

- pour les bidirectionnels : 0,46 < n/e < 0,94

Soit en terme de taux volumique de verre :

- pour les mats : $12\% < V_f < 36\%$

- pour les unidirectionnels : $28\% < V_f < 68\%$

- pour les bidirectionnels : $31\% < V_f < 63\%$

Il apparaît donc (fig. 2-38) que les conditions suivantes fixées a priori ne sont pas réalisables : MA 55% (Pr > 10 bars)

UD 20% (renfort non comprimé)

BD 20% (renfort non comprimé)

On remarque également sur la même figure que les empilements BD35% et UD35% sont à peine comprimés.



Fig. 2-38 : Valeurs de compression à un entrefer de 4 mm pour les empilement envisagés

En somme, parmi les essais initialement prévus, seuls les conditions suivantes pourront être réalisées :

- pour les mats : 20% et 35%

- pour les unidirectionnels et les bidirectionnels : 35% et 55%

Par ailleurs, on retiendra aussi que le comportement en compression d'un renfort peut être caractérisé précisément avec une relation semi-empirique. Il apparaît que la relation de Trévino et al. (75) permet de caractériser en compression les renforts de cette étude de manière satisfaisante, sachant en outre que cette relation comprenant seulement deux constantes est simple à utiliser.

2.2.3. Analyse qualitative de l'écoulement dans des moules de laboratoire

Les deux premières étapes expérimentales ont conduit d'une part à étudier les problèmes de propagation de résine réactive lors d'injections de type industriel et d'autre part à borner à partir d'essais de compression les taux de fibres admissibles pour les différentes catégories de renfort étudiées. L'étape suivante consiste à réaliser des essais d'écoulement dans des moules de laboratoire en utilisant le fluide modèle qui servira par la suite aux déterminations des perméabilités, de manière à confirmer et compléter les observations et les limites que les phases précédentes ont mises en évidence. Afin de rester proche du mode opératoire industriel, les premiers travaux de visualisation d'écoulements sont réalisés en utilisant un moule de grandes dimensions et en injectant le fluide à des débits relativement élevés, avant de passer à un moule de plus petites dimensions, plus maniable et à épaisseur variable.

2.2.3.1. Injections à débits élevés dans un moule de grandes dimensions

Le moule utilisé est plan, de forme carrée (fig. 2-39) de dimensions 450x450x4 mm à injection centrale et possède une paroi transparente. Des évents sont positionnés aux quatre coins de l'empreinte. Le système d'injection est schématisé sur la figure 2-40.



Fig. 2-39 : Moule plaque 450x450x4 à injection centrale transverse



Fig. 2-40 : Système d'injection utilisé avec le moule plaque 450x450x4

Un groupe hydraulique {3} permet de piloter, à vitesse constante, un vérin de commande {5} grâce à un distributeur proportionnel {4}. Le vérin de commande {5} actionne, par l'intermédiaire d'un manchon de raccordement, le vérin de transfert {6}. La valeur du débit est déterminée grâce au capteur de vitesse rectiligne {7} solidaire de la tige des vérins. Dans un premier temps, le liquide à injecter contenu dans le fût {8} pénètre dans le vérin de transfert {6} jusqu'à ce que ce dernier soit complètement rempli. La vanne {1} est ensuite manœuvrée et la course des vérins inversée, le fluide est d'abord dirigé vers le fût {8}. Lorsque le régime est stable, la vanne {2} est actionnée, le liquide pénètre alors dans le moule {9}. Un enregistreur {10} reçoit en continu les valeurs de consigne et de vitesse. Le chronomètre {13} sert de base de temps tandis que l'écoulement est filmé grâce à la caméra {12}. Par la suite, des clichés sont extraits des vidéos en utilisant un logiciel de traitement d'images {11}. Il est à noter que les renforts sont ici perforés à l'aide d'un emporte-pièce de diamètre 28 mm au droit du point d'injection de manière à ce que le fluide pénètre la structure sur toute son épaisseur.

Différents écoulements sont ici étudiés en faisant varier les paramètres suivants :

* Structures : mat seul, tissu unidirectionnel seul, tissu bidirectionnel seul et 1/3 tissu

UD - 1/3 mat - 1/3 tissu UD, perforées au droit du seuil d'injection (\u00f6 28 mm)

* Taux de renfort volumique : 20 %, 35 % et 55 %

* Débits : 0,5 ; 2,5 et 4,5 l.min⁻¹

* Orientation du moule : horizontale et verticale

Les premiers résultats obtenus montrent que :

- Dans un renfort de type mat à fil continu, le fluide se propage facilement. La forme du front d'écoulement obtenue est, quels que soient le nombre de plis dans l'empreinte et le débit choisis parmi les paramètres précédemment mentionnés, un disque dont le contour est net (fig. 2-41). Ce résultat est différent de celui observé sur les pièces incomplètes, où une légère anisotropie a été mise en évidence. Le fait d'avoir pratiqué une perforation du renfort semble avoir rendu imperceptible cette anisotropie. Lorsque le moule est placé verticalement, on observe une forme légèrement ovoïde à faible débit et à faible taux de renfort (fig. 2-42). Dans cette configuration, la gravité influence donc peu l'écoulement.



Fig. 2-41 : Écoulement dans un mat (moule horizontal)



Fig. 2-42 : Écoulement dans un mat (moule vertical)

- Dans les renforts de type tissus, compte tenu de la plage de débits utilisée, les écoulements sont moins reproductibles. Le fluide a tendance à s'écouler entre la paroi du moule et la couche de renfort la jouxtant. De plus, dans le cas du tissu bidirectionnel (fig. 2-45), on remarque que le fluide se propage facilement dans les petits canaux situés entre les mèches et dont la taille semble être fonction :

. des diamètres des mèches de trame et de chaîne

. du rapport des diamètres des mèches de chaîne et des mèches de trame

. des distances entre mèches pour la trame et pour la chaîne

. du mode de tissage

Ainsi dans le tissu unidirectionnel, qui est en fait un tissu taffetas fortement déséquilibré, les mèches de trame sont suffisamment fines et épousent bien les mèches de chaîne (fig. 2-43), il n'y a donc pas (ou peu) de petits canaux entre ses mèches. En revanche, dans le tissu bidirectionnel étudié les mèches chaine et trame sont de même taille, les espaces aux intersections sont donc plus grands, de plus le fil de coutûre crée des petits canaux d'écoulement préférentiel entre les mèches (fig. 2-44) expliquant l'allure du front observée.



Fig. 2-43 : Tissu unidirectionnel



Fig. 2-44 : Tissu bidirectionnel



Fig. 2-45 : Écoulement dans un tissu bidirectionnel



Fig. 2-46 : Écoulement dans un renfort mixte

- Dans les renforts mixtes (unidirectionnel/mat/unidirectionnnel), on observe une forme de disque dont le contour n'est pas régulier (fig. 2-46). Il y a propagation du fluide longitudinalement dans le mat puis infiltration transversale dans le tissu (fig. 2-47).



Fig. 2-47 : Schéma de propagation du fluide dans l'épaisseur d'un renfort mixte UD/MA/UD

Des essais complémentaires sont enfin réalisés afin de mettre en évidence l'écoulement transversal du fluide au moyen du moule schématisé sur la figure 2-39 dans lequel sont placés "en escalier" des renforts tissés non perforés comme précisé sur la figure 2-48.



Fig. 2-48 : Disposition des plis permettant la mise en évidence d'un écoulement transversal du fluide

Il apparaît que le fluide mouille le tissu de la demi-épaisseur avant d'avoir fini d'imprégner la partie de l'empreinte où le taux de renfort est maximal (fig. 2-49). On peut donc en déduire qu'un écoulement transversal vient se superposer à l'écoulement principal longitudinal (fig. 2-47).



Fig. 2-49 : Écoulement dans un tissu bidirectionnel disposé "en escalier"

2.2.3.2. Injection sur une grande plage de débits dans un moule de petites dimensions

Afin de compléter les résultats précédents, on cherche ici à vérifier si :

- pour un renfort tissu et un taux de verre donnés, il existe un débit limite en deçà duquel l'écoulement est symétrique et reproductible,

- pour un renfort tissu et un débit fixés, il existe un taux de verre limite ou une plage de taux de verre tels que l'écoulement soit symétrique, en se limitant volontairement ici au cas a priori le plus défavorable, c'est à dire à celui de l'injection sur tissu unidirectionnel, ce type de renfort induisant l'écoulement le plus anisotrope.

Le moule utilisé est sur son principe similaire à celui employé précédemment, mais de dimensions différentes (fig. 2-50). L'empreinte mesure 200x200x5 mm et un jeu de plaques métalliques percées peut être rapporté sur la paroi côté injection ou des plaques transparentes peuvent être rajoutées contre la paroi en PMMA pour modifier l'épaisseur de l'empreinte.



Fig. 2-50 : Moule plaque 250x250x5 à injection centrale transverse

Par rapport au système d'injection précédemment utilisé, seul l'entraînement du vérin de transfert {4} est modifié (fig. 2-51). Ce dernier est ici solidaire de la traverse d'un dynamomètre ZWICK 1474 {7} afin de pouvoir utiliser une grande plage de débits ajustables de manière très précise (centième de pour cent) :



Fig. 2-51 : Système d'injection utilisé avec le moule plaque 250x250x5

a) Injections à débits variable

Lors de la première série d'essais, seul le débit varie dans une plage de 0,0005 à 10 l.min⁻¹. L'entrefer choisi est de 3 mm et contient 8 plis du tissu unidirectionnel, soit 43 % de fibres en volume, ces valeurs correspondant à celles utilisées pour les injections d'incomplets réalisées dans les laboratoires de PEUGEOT.

n° essai	débit (l.min ⁻¹)	e (mm)	n	$n/e (mm^{-1})$	V _f (%)
1	0,0005				
2	0,01				
3	0,1	3	8	2,66	43
4	1				
5	10				

Deux modes de propagation de fluide sont constatés :

* Pour les essais à débits inférieurs à 10 l.min⁻¹, le front se propage régulièrement. La forme obtenue est symétrique et allongée dans la direction de la chaîne (fig. 2-52), on retrouve les allures de fronts observées sur les pièces incomplètes avec ce renfort.



Fig. 2-52 : Allures du front au cour de l'injection à faible débit

* Pour l'essai 5 à fort débit (10 l.min⁻¹), la résine apparaît directement à la périphérie du moule (fig. 2-53) :



Fig. 2-53 : Allures du front au cour de l'injection à débit élevé

La pression de la résine est suffisamment élevée pour vaincre la pression de compression du renfort et parvient à s'écouler entre la paroi située du côté du seuil d'injection et la couche de renfort la plus proche de l'alimentation. On retrouve ainsi à fort débit le type d'écoulement observé dans la partie §2.2.1.3. (fig. 2-4). Le phénomène s'accentue de lui-même puisque le renfort étant davantage tassé, les espaces entre les fibres diminuent ce qui accroît la résistance au passage du fluide. D'autre part, après ouverture du moule, on constate que le pli le plus proche du seuil d'injection est intact à faibles débits (inférieur à 10 l.min⁻¹) alors qu'au débit supérieur les mèches sont écartées de part et d'autre du point d'alimentation. Ce phénomène a également été observé sur les pièces incomplètes.

D'un point de vue industriel, il faut donc veiller à ce que le taux de renfort soit tel que les plis soient comprimés par les parois du moule ou que la force de fermeture du moule soit suffisante, mais il faut aussi, dans le cas d'une injection transverse, que la compression du renfort soit suffisante pour vaincre la pression de la résine engendrée par le débit d'injection.

Pour les débits inférieurs à 10 l.min⁻¹, la forme de la surface du renfort mouillée par la résine est ellipsoïdale conformément à ce qui est noté dans la littérature dans le cas des renforts orthotropes (cf. §1.2.2.2.). Si l'évolution du rapport des diamètres des axes b/a est tracée en fonction du volume de fluide injecté, on constate, quel que soit le débit, que ce rapport tend vers une valeur voisine de 2 après une période de stabilisation. D'après la relation utilisée par Gutowski et al. [11] (cf. §1.2.2.2.) on doit donc avoir :

---- (78)

b) Injection à nombre de plis variable

Dans un second temps, l'entrefer est ensuite fixé à 3 mm et le débit à 1 l.min⁻¹ (à ce débit la forme du front reste symétrique et celui-ci occupe toute l'épaisseur), le seul paramètre variable étant le nombre de plis qui va de 6 à 11 et est centré sur n = 8 (tableau D).

n° essai	n	n/e (mm ⁻¹)	V _f (%)	e (mm)	débit (l.min ⁻¹)
6	6	2,00	32		
7	7	2,33	38	1	
4	8	2,67	43	3	1
8	9	3,00	48	1	
9	10	3,33	54]	
10	11	3,67	59		

Tableau D

* Pour n = 6, on constate de nouveau le phénomène précédemment observé pour un débit de 10 l.min⁻¹ et un taux de fibres de 43%, et qui apparaît ici pour un débit de 1 l.min⁻¹ et un taux de 32%. À ce débit en effet, la compression du renfort unidirectionnel à un taux volumique de 32% n'est plus assez importante pour éviter son tassement sous l'effet de la pression due au débit d'injection. Pour chaque taux de verre supérieur au taux de verre minimum déterminé par un essai de compression, il existe un débit d'injection maximum audelà duquel la pression du fluide est supérieure à la pression de compression du renfort ce qui provoque un écoulement préférentiel du fluide entre la paroi du moule située du côté de l'injection et le pli qui la jouxte.

* Pour 6 < n < 11, l'écoulement est symétrique de forme elliptique, toute l'épaisseur est mouillée au fur et à mesure que le front de matière avance.

* Pour n = 11, un écoulement préférentiel est à nouveau observé entre la paroi côté injection et la première couche de renfort. Il semble donc, que pour un débit donné, il existe une valeur maximale de taux de renfort au-delà de laquelle les fibres sont tassées à un point tel que le fluide parvient difficilement à s'écouler transversalement, créant alors une surpression qui d'une part engendre un tassement supplémentaire du renfort et d'autre part provoque l'écoulement d'un film de fluide entre la paroi et le renfort.

* Enfin, quel que soit le taux de renfort, aucun déplacement des mèches n'est constaté au droit du point d'injection. Ainsi, même au taux de fibres le plus petit (essais 6), la pression de la résine au débit choisi est restée trop faible pour comprimer le renfort et créer un écoulement préférentiel.

Pour finir, un essai complémentaire permet de mettre en évidence le profil allongé du front de matière dans l'épaisseur. En utilisant l'empreinte sans plaque rapportée (5 mm) et en se plaçant à un taux voisin de celui de l'essai n°10 (55%) une injection est réalisée en arrêtant l'écoulement avant que le front atteigne le bord du moule. Après démontage, un cliché de chaque pli du renfort est pris afin d'estimer l'avancée du front à différentes cotes. En reportant les valeurs a et b des ellipses en fonction du nombres de pli on constate que le profil obtenu est tronconique (fig. 2-54) : le schéma 2-42 semble donc conforme à la réalité.



Fig. 2-54 : Longueurs des axes des ellipses (a et b) formées par le front de matière selon la position des plis dans un empilement d'unidirectionnels

2.2.3.3. Conclusions sur l'analyse qualitative de l'écoulement

Dans le cas où le seuil d'injection est perpendiculaire au plan du moule, la plage de taux de renforts admissibles déterminée par les seuls essais de compression n'est plus suffisante pour garantir un écoulement du fluide radial sur toute l'épaisseur. Il faut veiller à ce que le taux de renfort soit suffisamment élevé pour empêcher la pression due au débit d'injection de la résine de le comprimer et éviter ainsi une propagation du fluide entre le renfort et la paroi du moule. Lorsque le débit est imposé, il faut également que le taux de renfort ne soit pas trop élevé sinon les fibres peuvent être tassées et la résine ne parvient pas à se propager suffisamment rapidement dans le renfort. Il se crée alors une surpression provoquant un écoulement préférentiel entre la paroi et le renfort et un tassement supplémentaire des fibres qui accentue le phénomène. Par conséquent pour les déterminations de perméabilités uniaxiales où l'injection se fait en plan de joint, seront utilisés les domaines expérimentaux admissibles issus des essais de compression, tandis que pour les essais biaxiaux, la plage de taux de renfort sera restreinte de telle manière qu'il n'y ait pas de perturbation d'écoulement telle qu'un cheminement préférentiel du fluide entre la paroi du moule et le renfort. L'allongement du front de matière dans l'épaisseur des tissus a par ailleurs été confirmé ici, mettant en évidence la nécessité d'étudier également les perméabilités dans les épaisseurs des renforts (perméabilités transversales).

D'une manière générale, on retiendra que les tolérances de taux de renfort fixés à partir des essais de compression sont insuffisantes pour éviter un déplacement du renfort. Il est nécessaire de fixer également une limite supérieure de débit d'injection au-delà de laquelle le renfort peut se déformer sous l'action de la résine, notamment dans le cas d'une injection perpendiculaire au plan de joint.

Au delà, l'ensemble des conclusions issues de cette analyse préliminaire des phénomènes d'écoulement dans un milieu filamentaire permet de concevoir un matériel et un

mode opératoire conduisant à une détermination des perméabilités longitudinales et transversales, d'une part significatives d'un point de vue physique, et d'autre part représentatives des mécanismes d'écoulement.

2.3. DÉTERMINATION ET ANALYSE EXPERIMENTALE DES PERMÉABILITES LONGITUDINALES

En complément des observations "discontinues" faites sur les pièces incomplètes, afin d'appréhender de manière "continue" les anisotropies d'écoulement et en accord avec les limites trouvées précédemment, les valeurs de perméabilité nécessaires aux équations de simulation sont ici déterminées dans le plan et dans l'épaisseur des renforts en fonction du type et du taux de renfort. Sera en particulier étudiée l'influence de certains paramètres du procédé qui sont rarement pris en compte dans les travaux sur les déterminations de perméabilités : le préformage, l'état de surface des fibres, les effets de bord, la nature de la résine et la géométrie de l'écoulement. Les valeurs de perméabilités longitudinales trouvées avec deux techniques différentes seront en outre comparées.

2.3.1. Détermination de la perméabilité longitudinale par méthode uniaxiale

2.3.1.1. Dispositif expérimental et procédure

La perméabilité est déterminée en utilisant la loi de Darcy (cf. §1.2.1.) :

 $Q = K \cdot \frac{A}{\eta} \cdot \frac{\Delta P}{\Delta L}$ (3) avec : Q : débit volumique (m³.s⁻¹) ou (cm³.s⁻¹) η : viscosité (Pa.s) ou (cP) K : perméabilité (m²) ou (Darcy) ΔP : perte de charge (Pa) ou (atm) A : section d'écoulement (m²) ou (cm²) ΔL : longueur d'écoulement (m) ou (cm)

On rappelle que cette loi est valable pour un fluide Newtonien incompressible à faible débit en régime stationnaire et laminaire. Connaissant les valeurs de la section de l'écoulement (A), de la viscosité (η), de la distance (Δ L), il suffit pour un débit imposé (Q), de mesurer la perte de charge (Δ P) pour obtenir une valeur de perméabilité (K). En effectuant plusieurs mesures de

pertes de charges à différents débits on peut tracer le graphe $Q = f\left(\frac{A}{\eta} \cdot \frac{\Delta P}{\Delta L}\right)$, la perméabilité

étant alors représentée par la pente de la droite obtenue (fig. 2-55).



Fig. 2-55 : Détermination graphique de la perméabilité

L'outillage utilisé est rectangulaire de dimensions 1500x100x4 mm, à alimentation en nappe (de dimensions 100x0,8 mm) (fig. 2-56). Le moule est débouchant de manière à pouvoir obtenir un écoulement stationnaire. La plaque supérieure transparente en PMMA d'épaisseur 25 mm permet de vérifier que les effets de bord sont limités. Six emplacements pour capteurs de pression sont situés dans l'axe du moule, le premier est à 10 cm du seuil et l'espace entre les emplacements de mesure est de 25 cm. Il est à noter que la non déformabilité du moule a été vérifiée dans les conditions de service. En particulier, sous une pression interne de 8 bar, la déformation maximale de la plaque, mesurée à l'aide d'un comparateur est de l'ordre du dixième de millimètre.



Fig. 2-56 : Moule utilisé pour la détermination des perméabilités longitudinales par écoulement uniaxial (cotes en mm)

Le système d'injection est le même que celui schématisé sur la figure 2-40. L'enregistreur reçoit en continu les valeurs des pressions à l'intérieur du moule. Le débit est calculé à partir de pesées à la sortie du moule, un signal électrique parvenant à l'enregistreur lorsqu'un prélèvement est effectué pour la détermination du débit (fig. 2-57).



Fig. 2-57 : Système d'injection et de mesure de perméabilité longitudinale

La procédure adoptée comporte différentes étapes :

- découpe du renfort

- enduction de silicone sur les côtés du renfort (fig. 2-58) de manière à combler les imperfections de la découpe



Fig. 2-58 : Technique permettant de limiter les effets de cheminement sur les bords

- mise en place du renfort et de son système de maintien en amont du premier capteur (fig. 2-59) puis attente de la polymérisation du silicone



Fig. 2-59 : Technique permettant d'éviter le glissement du renfort

- mise en place du couvercle du moule et vissage à la clé dynamométrique

- remplissage du vérin de transfert
- écoulement dans le fût puis dans le moule après stabilisation

- pour chaque consigne (une trentaine par renfort) : attente de la stabilisation, mesure du débit massique et relevé des pressions. Les débits testés sont compris entre zéro et un débit maximum propre à l'empilement qui génére une pression dans le moule atteignant 8 bars correspondant à une limite d'utilisation du système hydraulique pilotant le vérin de transfert.

- purge du vérin de transfert et nettoyage du moule
- calcul des perméabilités par régression

Des *tests de répétabilité* des déterminations de perméabilités sur des séries de cinq empilements identiques de plusieurs types de renforts mettent en évidence des écarts pouvant atteindre plusieurs dizaines de pourcent (tableau E).

	Renfort A	Renfort B	Renfort C
Kx (m ²) échantillon n°1	5,2.10-10	5,6.10-10	4,3.10-10
Kx (m ²) échantillon n°2	4,8 .10 ⁻¹⁰	5,5.10-10	3,9.10-10
Kx (m ²) échantillon n°3	4,4.10 ⁻¹⁰	5,8.10-10	4,7.10-10
Kx (m ²) échantillon n°4	4,8.10-10	5,8.10-10	8,1.10-10
Kx (m ²) échantillon n°5	4,8.10-10	7,5.10-10	1,2.10-9
Moyenne (m ²)	4,8.10-10	6,0.10-10	6,6.10-10
Écart-type (m ²)	2,3.10-11	6,7.10-11	2,8.10-10
Écart-type (%)	5	12	43
	Tableau E		

Les différences observées sont dues essentiellement à la découpe du renfort et, dans une moindre mesure, à des variations locales de sa structure à l'intérieur d'un même rouleau. Sachant cependant que les valeurs des perméabilités varient de plusieurs décades en fonction des différentes structures (cf. fig. 2-64), il est permis de relativiser les défauts de répétabilité enregistrés. Ces problèmes de répétabilité dus à la découpe du renfort ont également été abordés par Martin et Son [58], qui constatent une meilleure répétabilité dans le cas des mats, dans la mesure où ce type de renfort a moins tendance à s'effilocher que les tissus. Dans les mats, en effet, les mèches sont solidarisées par un liant. Pour les tissus les mèches ne sont tenues que par le tissage et, après découpe, celles de la périphérie ont tendance à se détacher de l'échantillon.

La technique de fabrication des préformes diffère légèrement selon le type de renfort (avec ou sans tissu). En effet, les mats utilisés ici sont conçus pour être préformés et contiennent donc déjà un liant, ce qui n'est pas le cas des tissus. Il est donc nécessaire, dans le cas d'un renfort contenant des plis de tissu, d'ajouter manuellement un liant en poudre entre les couches. La technique initialement retenue pour préformer les renforts (préformage de type 1) est précisée ci-après :

* Pour le préformage sans tissu, le nombre adéquoit de plis de mat de dimensions 1200x250 mm est placé dans le moule de préformage en laissant dépasser 20 mm de manière à former, après préformage, un talon empêchant par la suite le renfort de glisser pendant l'injection. Le moule est monté sur une presse de compression de 200 tonnes de force de fermeture. L'entrefer est le même que celui du moule utilisé pour la détermination des perméabilités (4 mm). Après fermeture, le moule est chauffé à 80°C pendant 2 h pour fondre le liant puis refroidi à 18°C pendant 2 h. Après démoulage les pièces sont coupées à la cisaille aux dimensions du moule de détermination des perméabilités longitudinales.

* Pour le préformage avec tissu, la technique de fabrication diffère par l'ajout entre les plis d'un liant en poudre. Au total, le taux pondéral de liant doit être de 2%. Il est saupoudré à l'aide d'un récipient percé de trous. Par ailleurs, les renforts sont coupés aux ciseaux, l'utilisation de la cisaille n'étant pas possible en raison de l'effilochage des tissus.

À notre connaissance l'influence du préformage sur les valeurs de perméabilités n'a pas été étudiée, alors qu'il serait intéressant de vérifier dans le détail l'influence de paramètres liés au préformage tels que le taux de liant, le rapport de l'épaisseur de la préforme sur celle de l'empreinte, le cycle de préformage, etc.... Dans cette optique, et afin de se rapprocher des cadences industrielles, la technique de préformage initiale sera modifiée pour quelques échantillons, dont la perméabilité est ensuite déterminée. Des échantillons ont été comprimés à 110°C pendant 5 min dans un entrefer de 4 mm, puis refroidis dans un autre moule d'entrefer identique pendant également 5 min (préformage de type 2).

En règle générale, les fibres des renforts subissent comme *traitement de surface* une opération de lubrification en sortie de filière appelée ensimage de manière à permettre leur mise en œuvre, les protéger contre les agressions extérieures (abrasion, vieillissement) et obtenir un meilleur accrochage avec la matrice polymère. Ce traitement peut être différent en fonction des applications visées. Par ailleurs, des additifs peuvent être ajoutés, comme par exemple le liant de préformage dans le cas du mat utilisé dans cette étude. À notre connaissance, rares sont les données expérimentales permettant d'apprécier l'influence du traitement des fibres sur les perméabilités des renforts. Afin de préciser l'influence éventuelle de l'état de surface des fibres, les renforts testés sont calcinés dans un four à moufle à 625°C avant d'être introduits dans le moule. Ce traitement a pour effet de supprimer l'ensimage, le liant dans le cas des mats et le fil de couture organique du tissu bidirectionnel. Les fibres restent solidaires soit du fait du tissage des mèches (tissu) soit de par leur enchevêtrement (mat).

En modifiant *les emplacements des capteurs de pression*, une analyse de l'influence de leurs emplacements sur les mesures de perméabilités est réalisée. Dans un premier temps, des déterminations de perméabilités sont réalisées à partir de mesures à 10-75 et comparées à celles effectuées à 35-75. D'après les conventions de notation utilisées, l'espace entre les capteurs de pression est constant (75 cm), seule la distance par rapport au seuil change : 10 cm et 35 cm. Dans un second temps, l'influence de la distance entre les capteurs est étudiée en analysant les mesures 10-25 et 10-100. La distance par rapport à l'alimentation reste donc constante (10 cm) tandis que l'espacement entre les capteurs de pression est modifié : 25 cm ou 100 cm.

La découpe du renfort et le cheminement sur les bords figurent parmi les sources d'imprécision les plus importantes. Ce phénomène est ici annihilé en déposant un cordon de silicone sur les côtés du moule, mais des perturbations subsistent potentiellement. Une analyse a donc pour objet d'apprécier l'influence de ces perturbations sur les mesures de perméabilité. S'il est difficile de modifier les effets de bord en jouant sur la découpe des renforts, en revanche, il est envisageable de faire varier la largeur du moule. Ainsi, si l'erreur de découpe est supposée sensiblement identique d'un échantillon à l'autre, le fait de modifier la largeur du moule, change l'importance relative de l'imprécision par rapport à la section d'écoulement. La largeur du moule qui initialement est de 100 mm sera ainsi réduite à 60 mm en plaçant sur les côtés de l'empreinte deux profilés de 20x4 mm (fig. 2-60).



Fig. 2-60 : Modification de la largeur du moule

2.3.1.2. Paramètres et notations

L'étude de base est réalisée sur des renforts et pour des taux précisés dans le tableau F, conformément aux préoccupations industrielles et aux limites imposées par les essais de compression. Cependant, dans des cas particuliers, des vérifications ponctuelles dans un nombre réduit de configuration sont opérées.

Renfort	V_{f} (%)	n/e	
MA	20	1,25	
	35	2,00	
UDch	35	2,25	
	55	3,50	
UDtr	35	2,25	
	55	3,50	
BD	35	0,50	
	55	0,75	
Tableau F			

Des déterminations de perméabilité sont également réalisées sur des renforts mixtes UDch/MA/UDch pour les compositions suivantes : MI161, MI242, MI323. Le taux volumique de renfort obtenu avec ces empilements dans une empreinte de 4 mm est proche de 35%. On rappelle que pour les empilements de renforts mixtes, la notation "MIaba" est utilisée pour désigner un renfort composé de "a" pli(s) d'unidirectionnel en sens chaîne, "b" plis de mat et "a" plis d'unidirectionnel en sens chaîne.

Enfin, selon les conventions choisies, il est à noter que, par la suite, est désigné par "Mesure X-Y" une perméabilité déterminée à partir des valeurs de pression données par des capteurs disposés respectivement le premier à X cm du seuil et le second à Y cm du premier comme précisé sur la figure 2-61.



Fig. 2-61 : Schéma illustrant les conventions de désignation des mesures de perméabilité

2.3.1.3. Écarts par rapport à la loi de Darcy / Influence du débit

D'une manière générale, quel que soit le renfort, il est constaté qu'à partir d'un certain débit, la pente du graphe $Q = f\left(\frac{A}{\eta} \cdot \frac{\Delta P}{\Delta L}\right)$ augmente (fig. 2-62), ce qui signifie qu'au-delà d'une certaine valeur de débit, la perméabilité d'un renfort augmente. Ce phénomène peut être

interprété en considérant un arrangement des fibres du renfort sous l'effet de la pression qui crée des canaux d'écoulement qui facilitent le passage du fluide et augmentent ainsi la perméabilité.



Cette déviation par rapport à la loi de Darcy a été plusieurs fois constatée par ailleurs. Ainsi, Davé [79], mais aussi Greve et Soh [47], supposent qu'à fort débit il se crée des chemins d'écoulement préférentiels dont les diamètres sont supérieurs au diamètre moyen des pores de l'échantillon dans son état initial. L'auteur décompose la perméabilité apparaissant dans la loi de Darcy de la manière suivante :

 $K = K_i K_r$ (79) avec : K_i : perméabilité intrinsèque, ne dépendant que du renfort

K_r : perméabilité relative dépendant de la résine, du débit et de la saturation en résine

2.3.1.4. Influence du taux de renfort

Une première série d'essais (tableau F) a été réalisée afin d'étudier l'influence du taux de renfort sur les perméabilités longitudinales déterminées par méthode uniaxiale.

Sur un plan purement qualitatif, on peut observer qu'une fois que le moule est parcouru complètement par le fluide qui se déverse à l'extérieur de l'empreinte débouchante, des bulles d'air continuent de s'échapper du renfort pendant un moment. Plus le taux de renfort est élevé, plus la taille de ces bulles diminue, phénomène également constaté par Wang et al. [69]. Ces bulles sont formées au sein des mèches du renfort où un emprisonnement d'air a lieu lorsque le fluide s'écoule autour des mèches sans les imprégner à cœur. Par capillarité les bulles sont peu libérées. Une imprégnation progressive a également été observée par Nowak et Chun [80] à l'aide de moyens photométriques.

Sur un plan quantitatif, et en respectant les notations conventionnelles mentionnées en §2.3.1.2. et illustrées fig. 2-61, a été calculée, pour chaque empilement, la moyenne des mesures 10-25, 35-75 et 10-100 (à l'exception des empilements de renfort UDtr car la largeur du rouleau d'unidirectionnel est insuffisante pour effectuer les mesures 35-75 et 10-100). Il apparaît pour chaque renfort (fig. 2-64), que les écarts entre les valeurs extrèmes de

perméabilités et les moyennes sont faibles par rapport aux écarts de perméabilités existant d'un type de renfort à l'autre. En conséquence, il sera par la suite possible de raisonner en terme de valeurs moyennes (Tableau G et figure 2-63).



Fig. 2-63 : Écarts par rapport à la moyenne des mesures 10-25, 35-75 et 10-100

Perméabilités longitudinales (m ²)			
Renfort	Taux volumiques		
	20 %	35 %	55 %
BD	/	5,0.10 ⁻⁹	2,4.10-10
UDch	/	1,0.10 ⁻⁹	3,0.10-11
UDtr	/	1,0.10 ⁻⁹	1,2.10 ⁻¹¹
MA	2,6.10 -9	8,0.10-10	/
MI1/6/1	/	7,6.10 ⁻¹⁰	/
MI2/4/2	/	1,3.10 ⁻⁹	/
MI3/2/3	/	3,5.10 ⁻⁹	/





Fig. 2-64 : Valeurs expérimentales de perméabilités longitudinales en fonction du taux de renfort pour différents types de renfort

Les résultats obtenus (fig. 2-64) montrent que de manière systématique, lorsque le taux de verre diminue, la perméabilité augmente dans des proportions considérables allant d'une demi-décade à deux décades selon la structure considérée (pour des taux de fibres variant dans des proportions industriellement réalistes). Cette variation est logique puisque la perméabilité est proportionnelle aux diamètres des pores du milieu. Comme l'on fait d'autres équipes on constate ici que la relation entre la perméabilité et la porosité ou le taux de fibres n'est pas linéaire. Scheidegger [45] puis Gauvin [74] et Cai [79] ont proposé une relation empirique du type : $log(K) = a.log(\phi) + b$ (43), avec a et b constantes (cf. fig. 2-65) permettant de décrire un tel comportement. Il est à noter par ailleurs que les valeurs de perméabilité déterminées dans le cadre de cette étude sont voisines de celles trouvées par Gauvin et al. [74] pour des renforts de type mat.



Fig. 2-65 : Influence de la porosité sur la perméabilité longitudinale de mats. Comparaisons avec les résultats de Gauvin et al. [74]

2.3.1.5. Influence de la structure du renfort

Les expériences précédentes ont par ailleurs conduit à mettre en évidence l'influence de la structure du renfort sur la perméabilité longitudinale, et ce, pour un taux volumique de fibres constant de 35 %. Le taux volumique de 35%, choisi parmi les valeurs 20%, 35% et 55%, est le seul à pouvoir être appliqué à tous les types de renfort sans dépasser les valeurs limites de n/e déterminées en §2.2.2.. Le graphe fig. 2-66 illustre les résultats obtenus.





On constate la hiérarchie suivante entre les valeurs de perméabilité :

$$\mathbf{K}_{\mathbf{x}_{\mathrm{BD}}} > \mathbf{K}_{\mathbf{x}_{\mathrm{UDch}}} \geq \mathbf{K}_{\mathbf{x}_{\mathrm{UDtr}}} > \mathbf{K}_{\mathbf{x}_{\mathrm{MA}}}$$

Cette hiérarchie peut être expliquée sur la base des quatre phénomènes décrits ci-après.

Phénomène 1 :

Plus le nombre de fibres parallèles à l'écoulement est grand, plus la propagation du fluide sera favorisée (fig. 2-67). En effet, le liquide aura à franchir moins de fibres perpendiculaires à l'écoulement. Ce critère favorise donc la propagation d'un fluide dans les unidirectionnels dans le sens de la chaîne.



Fig. 2-67 : Effet de l'orientation des fibres sur l'écoulement

Phénomène 2 :

Plus les diamètres des mèches dans le sens chaîne et dans le sens trame sont proches, plus les vides aux intersections sont importants (fig. 2-68), donc plus la création de chemin d'écoulement préférentiel sera favorisée. Ce second phénomène tend à favoriser les écoulements dans le tissu bidirectionnel utilisé car les tailles des mèches chaîne et trame sont identiques.



Fig. 2-68 : Effet du diamètre relatif des mèches de trame par rapport aux mèches de chaine

Phénomène 3 :

Plus l'embuvage (rapport de la longueur d'une mèche dépliée sur sa longueur apparente au sein du renfort) est proche de l'unité pour les mèches perpendiculaires au sens de l'écoulement, plus la perméabilité sera importante. Si on suppose que l'écoulement a lieu dans la direction X, aux endroits où les mèches de la direction Y ne changent pas de côté par rapport aux mèches de la direction X, il existe un canal entre les mèches de la direction X qui favorise l'écoulement (fig. 2-69).



Fig. 2-69 : Effet de l'embuvage sur l'écoulement

Le tissu bidirectionnel étant un sergé de 1/3, la mèche dans la direction X passe au-dessus d'une mèche de la direction Y toutes les trois mèches. Ce mode de tissage peut favoriser l'écoulement par rapport au tissu unidirectionnel dont le tissage est de type taffetas : une mèche de la direction Y passe au-dessus d'une mèche de la direction X et au-dessous d'une mèche de la direction X.

Phénomène 4 :

Plus l'entraxe entre les mèches est important plus l'écoulement entre les mèches sera favorisé (fig. 2-70). Dans le tissu unidirectionnel, l'entraxe des mèches de trame est supérieur à celui des mèches de chaîne.



Fig. 2-70 : Effet de l'entraxe des mèches sur l'écoulement

Pour les renforts étudiés et sur la base des résultats expérimentaux obtenus, le second et le troisième phénomènes semblent ceux qui influencent le plus l'écoulement dans la mesure où, pour un même taux volumique, les perméabilités du tissu bidirectionnel sont supérieures à celles de l'unidirectionnel. Par ailleurs, dans le cas des mats, les fibres étant entremêlées, il ne peut pas se créer de chemin préférentiel, le fluide ne peut suivre les fibres, l'écoulement est donc plus difficile et la perméabilité est inférieure à celle des tissus. Pour 35 % de tissu unidirectionnel, il n'y a pas de différence de perméabilité selon que l'écoulement se fasse dans le sens chaîne ou dans le sens trame (fig. 2-66), signe que les phénomènes précédemment évoqués se compensent. À 55 %, la perméabilité est plus grande dans le sens chaîne (fig. 2-63) car les renforts étant davantage comprimés, les chemins préférentiels d'écoulement au croisement des fibres (phénomène 2) se forment plus difficilement. Le phénomène 1 devient prépondérant. Enfin, pour les renforts mixtes, on constate que le fait d'augmenter le nombre de couches de mat par rapport au nombre de couches d'unidirectionnel fait décroître la perméabilité. Il faut cependant noter que la perméabilité d'un renfort ne contenant que du tissu unidirectionnel est inférieure à celle du mixte contenant deux mats. Cela peut être dû à la répartition non homogène des taux de verre dans l'épaisseur. La porosité est supérieure dans le mat car ce dernier se comprime difficilement ce qui peut donc créer une veine d'écoulement préférentiel et favoriser à partir de là un écoulement transversal dans les plis de tissu voisins.

Il est difficile d'effectuer une comparaison des variations de perméabilité mesurées ici en fonction des structures des renforts avec les références relevées dans la littérature en raison des disparités trop prononcées de conditions expérimentales à la fois en terme de taux et de structures de renfort. Ainsi, à taux identique, alors que la perméabilité des tissus étudiés ici s'est révélée supérieure à celle des mats, une hiérarchie contraire a été observée par [47] et [61], la perméabilité du mat testé par [1] se situant quant à elle entre celles des tissus unidirectionnel et bidirectionnel. L'ensemble montre ainsi que les paramètres technologiques tels que les effets de bord doivent pondérer de manière sensible les résultats.

2.3.1.6. Influence du préformage

Pour améliorer la productivité, il est courant dans l'industrie, on l'a vu, de préformer le renfort avant de l'introduire dans le moule. Aussi est-il important vérifier si le fait de préformer un renfort modifie de manière importante ses caractéristiques de perméabilité. À

cette fin, ont été menées deux séries d'essais de manière à comparer les perméabilités, d'une part de renforts préformés et non préformés, et d'autre part de renforts ayant subit deux cycles de préformage différents.

La première série d'essais concerne tous les empilements figurant dans le tableau F ainsi que des mesures réalisées sur les renforts mixtes : MI161, MI242, MI323.

Perméabilités longitudinales (m²)			
Renfort	Taux volumiques		
	20 %	35 %	55 %
BD	/	3,5.10-9	2,0.10-10
UDch	/	3,4.10 ⁻⁹	8,6.10 ⁻¹²
UDtr	/	1,2.10 ⁻⁹	8,4 .10 ⁻¹²
MA	2,3.10 ⁻⁹	3,9.10 ⁻¹⁰	/
MI1/6/1	/	5,7.10 ⁻¹⁰	/
MI2/4/2	/	9,3.10 ⁻⁹	/
MI3/2/3	/	2,3.10 ⁻⁹	1 .

Tableau H (préformage type I)





Les résultats obtenus (fig. 2-71) montrent que les valeurs de perméabilité des renforts préformés sont en général inférieures à celles des renforts non préformés. Une tendance contraire est néanmoins observée pour les renforts composés de 35% de tissu unidirectionnel.

Cette apparente contradiction peut cependant s'expliquer dans la mesure où le préformage du renfort peut engendrer deux phénomènes faisant évoluer les perméabilités de manière inverse.

Phénomène 1 :

En fondant, le liant vient obstruer des espaces entre les fibres du renfort ce qui a pour effet de diminuer la perméabilité. En outre, le liant en poudre rajouté dans les tissus occupe un volume supplémentaire.

Phénomène 2 :

En raison de leur résistance à l'écrasement, les renforts non préformés agissent comme des ressorts sur les parois du moule. Un tel comportement peut permettre d'empêcher la formation de canaux d'écoulement entre le renfort et la paroi sous l'effet de la pression du fluide. Lorsqu'un renfort est préformé à 4 mm et que les mesures se font dans un moule d'épaisseur 4 mm cet effet est supprimé. Autrement dit, un renfort préformé n'exerce pas d'effort sur les parois du moule lorsque ce dernier est fermé. Des canaux d'écoulement peuvent donc ainsi se former plus facilement lors des essais sur renforts préformés, les pertes de charges sont alors inférieures et la valeur de perméabilité mesurée est alors plus grande. Ce phénomène est vraisemblablement accentué lorsque les taux de renforts sont faibles.

La prépondérance du phénomène 2 peut donc expliquer les variations contradictoires observées pour les renforts composés à 35% de tissu unidirectionnel. Pour les autres renforts le phénomène 1 reste le plus influent.

En modifiant la technique de préformage (cf. §2.3.1.1.), les structures BD 55%, MA 35%, MI242 ont de nouveau été testées et les résultats obtenus sont présentés sur la figure 2-72.

Perméabilités longitudinales (m ²)			
Renfort	Taux		
	35 %	55 %	
BD	/	1,8.10-10	
MA	4,2.10 ⁻¹⁰	/	
MI2/4/2	1,4.10 ⁻⁹	/	

Tableau I (préformage type II)



La modification apportée à la technique de réalisation des préformes ne modifie pas l'effet du phénomène 2 (la préforme a toujours 4 mm d'épaisseur), par contre la fonte et la répartition du liant au sein des fibres (phénomène 1) peuvent être différents puisque le cycle thermique n'est pas le même. Ce changement affecte peu néanmoins les valeurs des perméabilités.

2.3.1.7. Influence de l'état de surface des fibres

Les essais ont ici été réalisés uniquement sur les renforts MA 20% et BD 55%. Les résultats inscrits dans le tableau J sont présentés sur la figure 2-73.

Perméabilités longitudinales (m ²)			
Renfort	Taux		
	20 %	55 %	
BD	/	1,4.10-10	
MA	2,6.10-9	/	

Tableau J (renforts calcinés)



longitudinales

On constate que la perméabilité diminue légèrement dans le cas du tissu bidirectionnel et reste constante dans le cas du mat. La diminution de la valeur de perméabilité dans le cas du tissu bidirectionnel peut être provoquée par deux facteurs. Le premier est la suppression du fil de couture qui peut engendrer une plus grande mobilité des mèches et des fibres. Le second est la disparition d'un agent mouillant favorisant la propagation du fluide. Dans le cas du mat, la suppression du volume occupé par le liant de préformage semble avoir été compensé par un accroissement de la mobilité des fibres du fait de l'absence du thermoplastique.

Dans la littérature, l'influence de l'état de surface des renforts sur la perméabilité n'a pas été traitée. Certaines études ont cependant été réalisées sur l'influence de l'ensimage sur les énergies libres de surfaces et l'angle de contact. Ces paramètres sont liés à la pression capillaire [81], et peuvent donc, lors des mesures de pertes de charge, influencer indirectement la détermination des perméabilités. Cette influence sera d'autant plus importante que le débit est faible, puisque dans ce cas la pression capillaire a un rôle prépondérant par rapport aux forces visqueuses. Mais il s'agit a priori de débits très inférieurs aux débits industriels minima.

2.3.1.8. Influence de la position des capteurs

Les seuils d'injection en RTM peuvent avoir différentes formes. Il est donc dans un premier temps intéressant de vérifier si la pression à proximité du seuil de géométrie donnée, peut influencer les valeurs de perméabilité déterminées à partir de la loi de Darcy. Ainsi, sont comparée ici les mesures 10-75 et 35-75 pour les quelles la distance entre les capteurs est constante (75 cm) tandis que la distance par rapport au seuil est soit 10 cm, soit 35 cm.

Pour les empilements du tableau F (sauf le renfort UDtr qui n'est pas assez long) et les renforts mixtes MI323, MI242 et MI161 les résultats obtenus sont reportés dans le tableau K et présentés sur la figure 2-74 :

Perméabilités longitudinales (m ²)						
	20 %		35 %		55 %	
	35-75	10-75	35-75	10-75	35-75	10-75
BD	/	/	4,8.10-9	7,1.10-9	2,3.10-10	4,9.10-10
UDch	/	/	9,8.10 ⁻¹⁰	1,1.10 ⁻⁹	2,6.10-11	9,6.10-11
MA	2,8.10 ⁻⁹	4,3.10 ⁻⁹	1,1.10-10	1,5.10 ⁻⁹	/	/
MI1/6/1	/	/	8,7.10 ⁻¹⁰	1,4.10 ⁻⁹	/	/
MI2/4/2	/	/	1,5.10-9	2,4.10 ⁻⁹	/	/
MI3/2/3	/	/	3,4.10-9	4,9.10 ⁻⁹	/	/

	•	4	
T	ab	leau	1 K



Fig. 2-74 : Influence des effets d'entrée sur les valeurs de perméabilités longitudinales

On constate, quelle que soit la structure, que les perméabilités déterminées à partir des mesures effectuées à 10-75 sont supérieures à celle calculées avec celles réalisées à 35-75, parfois avec des écarts importants (UDch 55%).

Les différences ne peuvent être dues qu'aux perturbations générées par le seuil et le système de maintien des renforts. Deux phénomènes peuvent fausser les valeurs de perméabilité en les augmentant :

* Près du seuil, la pression à l'intérieur du moule est importante et peut engendrer une déformation locale du moule. La section d'écoulement effective (A) devient supérieure à la section nominale utilisée pour calculer la perméabilité par la loi de Darcy, cette dernière étant alors surévaluée. Cependant, un montage comportant un comparateur a permis de mesurer la déformation maximum du moule au débit maximum. Cette déformation est inférieure à 0,2 mm. En considérant une augmentation de l'entrefer de 0,2 mm, l'erreur commise sur la perméabilité est de 5 %, ce qui est trop faible pour expliquer les écarts obtenus.

* L'obtention de perméabilités supérieures dans le cas où l'un des capteurs est près du seuil est probablement dûe à la création de canaux locaux d'écoulements préférentiels initiés par les perturbations provoquées par le seuil et le système de maintien des renforts.

Dans un second temps, il s'agit d'étudier l'influence de l'effet de gradient de pression qui peurt être mis en évidence pour chaque renfort en comparant les valeurs de perméabilité obtenues avec des distances différentes entre capteurs de pression. Nous comparons donc ici les mesures 10-25 et 10-100 pour les quelles la distance entre le premier capteur est constante (10 cm), en revanche, la distance entre les deux capteurs de pression est soit 25 cm, soit 100 cm.

Les essais ont été menés sur les mêmes empilements que précédemment et les résultats obtenus sont reportés dans le tableau L et présentés sur la figure 2-75 :

Perméabilités longitudinales (m ²)						
	20 %		35 %		55 %	
	10-25	10-100	10-25	10-100	10-25	10-100
BD	/	/	5,2.10 ⁻⁹	4,9.10 ⁻⁹	2,4.10-10	2,4.10-10
UDch	/	/	1,1.10 ⁻⁹	1,0.10 ⁻⁹	3,6.10-11	2,8.10-11
MA	2,4.10 ⁻⁹	2,7.10 ⁻⁹	5,2.10 ⁻¹⁰	8,4 .10 ⁻¹⁰	/	/
MI1/6/1	/	/	6,1.10 ⁻¹⁰	8 ,0.10 ⁻¹⁰	/	1
MI2/4/2	/	/	1,1.10 ⁻⁹	1,3.10 ⁻⁹	/	/
MI3/2/3	/	/	3,9.10 ⁻⁹	3,5.10-9	./	/

Tableau L	,
-----------	---


longitudinales

On constate que les écarts entre les perméabilités déterminées avec les deux configurations sont relativement faibles et de plus, n'ont pas de caractère systématique d'un empilement à l'autre. Le fait d'espacer plus ou moins les capteurs de pression pour déterminer les perméabilité ne semble donc pas modifier de manière significative les valeurs mesurées à condition, d'adapter la distance entre les capteurs (ΔL) dans la loi de Darcy.

2.3.1.9. Influence des effets de bord

Les résultats des essais effectués sur les renforts MA 20% et BD 55% sont reportés dans le tableau M et présentés sur la figure 2-76.

Perméabilités longitudinales (m ²)				
Renfort	Taux			
	20 %	55 %		
BD	/	2,9.10-10		
MA 4,5.10 ⁻⁹ /				

Tableau M



Compte tenu de la répétabilité des mesures (tableau E), les écarts restent faibles notamment par rapport aux différences de perméabilité rencontrées d'un type de renfort à l'autre. On constate que les valeurs de perméabilités déterminées avec un moule de 60 mm de large sont supérieures à celles trouvées avec une empreinte de largeur 100 mm, ce qui confirme une sensible insuffisance du silicone pour éliminer les effets de bord.

2.3.1.10. Influence de la résine

D'après la loi de Darcy, les perméabilités sont des caractéristiques intrinsèques à la porosité du renfort, qui ne sont donc pas supposées changer en fonction du fluide. Afin de vérifier cette hypothèse, deux types de résines industrielles (vinyl ester et époxy cf. §2.1.2.) outre le fluide modèle, ont été employées.

Les mesures de perméabilités longitudinales ont été ici réalisées uniquement sur le renfort MA 20%. Les résultats obtenus sont inscrits dans le tableau N et reportés sur la figure 2-77. Ils montrent que les valeurs de perméabilité obtenues avec les résines sont identiques, mais cependant légèrement supérieures à celle trouvée en utilisant le fluide modèle.

	Perméabilités l	ongitudinales (m ²	2)
Renfort		Résine	
	Fluide modèle	Vinylester	Époxy
MA 20%	2,6.10-9	3,8.10-9	3,6.10-9
	Tal	oleau N	



rig. 2-77 : influence de la resilie sur les valeurs de portifeuonites fongradmales

Contrairement aux forces visqueuses, les forces capillaires ne sont pas intégrées dans la loi de Darcy. Or, un changement de résine implique des valeurs différentes de tensions de surfaces interfaciales, d'où une variation de l'importance relative des forces capillaires vis à vis des forces de viscosité. Les différences observées peuvent ainsi provenir d'une variation de proportion entre les forces capillaires et les forces visqueuses. Le rôle relatif de ces deux forces est abordé par Davé [79]. Les forces visqueuses sont proportionnelles à la viscosité (η) et à la vitesse du fluide \underline{v} alors que les forces capillaires sont fonction des tensions de surface interfaciales résine/vapeur (γ_{LV}). L'importance relative des forces capillaires par rapport aux forces visqueuses est donné par le nombre capillaire : Ca.

$$Ca = \frac{\eta \cdot \underline{v}}{\gamma_{1V}}$$
(80)

En prenant $\eta = 0,1$ Pa.s, $\underline{v} = 1$ m.s⁻¹, et $\gamma_{LV} = 20$ mJ.m⁻², on obtient Ca ≈ 5 . Cependant, d'après Davé [79], la valeur critique de Ca change en fonction du type de renfort. Toutefois, aux débits d'injection utilisés industriellement, les forces capillaires restent faibles par rapport aux forces visqueuses, aussi les variations des valeurs de perméabilités dues à un changement de résine peuvent être négligées.

2.3.1.11. Conclusions sur les déterminations de perméabilités longitudinales par la méthode uniaxiale

L'étude paramétrique précédente permet de tirer les conclusions suivantes quant à la détermination de la perméabilité longitudinale par méthode uniaxiale :

- Les valeurs de perméabilité longitudinale dépendent essentiellement du taux et des paramètres de structure du renfort.

- Les changements d'état de surface du renfort, de résine et le préformage ne modifient pas la perméabilité longitudinale d'une manière significative. On reste toujours dans le champs de dispersion de la répétabilité.

- Pour effectuer des déterminations de perméabilité, il est préférable de mesurer les pertes de charge suffisamment loin du seuil d'injection qui est source de perturbations, et utiliser une empreinte assez large pour minimiser l'importance relative des effets de bord.

2.3.2. Détermination des perméabilités longitudinales par méthode biaxiale

Dans un second temps est mis en œuvre une autre méthode de détermination des perméabilités longitudinales : la méthode biaxiale qui permet de mesurer à partir d'un même essai, les deux perméabilités principales longitudinales de chaque renfort. Sont ici étudiées :

- l'influence du débit en fixant le nombre de plis de renfort et l'entrefer du moule (donc également le taux de renfort),

- l'influence du taux de renfort en faisant varier le nombre de plis et en fixant l'entrefer et le débit,

- l'influence du nombre de plis à débit et taux de renfort constants (en ajustant l'entrefer pour chaque nombre de pli);

Hormis l'analyse des évolutions des valeurs de perméabilités en fonction de ces trois paramètres, on comparera également les valeurs de perméabilités mesurées par cette méthode à celles déterminées par la méthode uniaxiale.

2.3.2.1. Dispositif expérimental et procédure

La méthode retenue ici est celle présentée au §1.2.2.2., mise au point par Greve et Soh [47] et dont la démarche est rappelée ci-après pour mémoire :

- Réalisation d'écoulements à débit constant (Q) dans un moule à injection transverse centrale de seuil de section S₀ et d'entrefer e. Une paroi du moule est transparente de manière à pouvoir déterminer à chaque instant (t) les surfaces S(t) délimitées par les fronts d'écoulement : S(t) = π . $\Phi_x(t)$. $\Phi_y(t)$ (38) avec $\Phi_i(t)$: diamètre de l'ellipse dans la direction i à l'instant t. Un capteur de pression permet de connaître la valeur de la pression au seuil P(t).

- Tracé du graphe P(t) =
$$f\left(\ln\left(\frac{S_0}{S(t)}\right)\right)$$
 : droite de pente m.

- Calcul de la perméabilité équivalente : Ke = $-\frac{Q.\eta}{4\pi.m.\phi.e}$ (81), η étant la viscosité de la

résine et e l'épaisseur du moule.

- Calcul des perméabilités principales : $\begin{cases} K_x = K_e \cdot E \\ K_y = K_e / E \end{cases}$ (40 et 41), E étant la moyenne des

excentricités instantanées calculées à chaque instant t : $E(t) = \frac{\Phi_x(t)}{\Phi_y(t)}$ (42).

Le *moule* carré à injection centrale présenté au §2.2.3.2. - figure 2-50 - est utilisé. Un capteur de pression Kyowa 0-2 bars est monté en amont du seuil, le conditionneur lié à ce capteur, placé juste à proximité du moule, affichent en continu la pression mesurée. Le champ

de la caméra est règlé pour que puissent être filmés l'écoulement dans le moule et l'évolution de la valeur de pression apparaissant sur le conditionneur. Le système d'injection associé est celui décrit figure 2-51.

2.3.2.2. Paramètres

Lors de la série d'essais destinée à analyser *l'influence du débit*, l'entrefer est fixé à 3 mm. Pour chaque renfort, le nombre de plis est également fixé de manière à travailler, pour chacun d'eux à taux de renfort constant (tableau O) :

Renfort	Entrefer (mm)	Nombre de plis	n/e	Taux volumique
MA	3	7	2,33	40 %
BD	3	3	1,00	68 %
UD	3	11	3,67	60 %
		Tableau O	4	

	Les	débits	étudiés	couvrent	quatre	décades	:	0,00025 l.min ⁻¹ ,	0,0025 l.min ⁻¹ ,
0,0251	.min ⁻	1, 0,25 1	l.min ⁻¹ et	2,5 l.min-	1				

En choisissant un débit moyen (0,25 l.min⁻¹) et en gardant l'entrefer constant (3 mm), *le taux de renfort* est ensuite modifié en faisant varier le nombre de plis (tableau P) :

Renf.	Nb. plis	n/e	Taux vol.
MA	7	2,33	41 %
	6	2,00	35 %
	5	1,67	30 %
	4	1,33	24 %
	3	0,61	18 %
	2	0,50	12 %
BD	3	1,00	68 %
	2	0,67	46 %
UD	11	3,67	61 %
	10	3,33	54 %
	9	3,00	50 %
	8	2,67	44 %
	7	2,33	39 %
	6	2,00	33 %

Taux vol.	Nb.plis	n/e
40 %	11	2,24
	9	2,25
	7	2,33
	5	2,27
	3	2,31
68 %	4	0,87
	3	1,00
	2	0,87
	1	0,91
60 %	15	3,66
	13	3,61
	11	3,67
	9	3,60
	7	3,68
	5	3,57
	68 %	$ \begin{array}{c ccccccccccccccccccccccccccccccccccc$

Tableau P

Tableau Q

L'influence du nombre de pli est enfin étudiée pour un débit de 0,25 l.min⁻¹, en faisant varier le nombre de couches de renfort tout en maintenant le taux de verre constant, c'est à dire en modifiant la dimension de l'entrefer en conséquence (tableau Q).





Débit	K _x	K _v	K_x/K_v
(l.mn ⁻¹)	(m^2)	(m ²)	(m^2)
0,00025	1,8.10-9	1,8.10-9	1,00
0,0025	5,1.10-10	7,0.10-10	0,72
0.025	8010-10	1 2 10-9	0.65

1.6.10-9

1.3.10-8

0.25

2,5

Tableau R-a : Résultats pour le mat

Tableau R-b : Résultats pour le bidirectionnel

 $2.3.10^{-9}$

2.0.10-8

0,69

0.64

Débit	K _x	K _v	K_x/K_v
$(1.mn^{-1})$	(m ²)	(m ²)	(m^2)
0,00025	7,0.10-11	7,0.10-11	1,00
0,0025	2,1.10-10	1,2.10-10	1,81
0,025	1,8.10-9	1,6.10-9	1,14
0,25	1,8.10-9	8,3.10-10	2,13
2,5	8,7.10-9	4,9.10 ⁻⁹	1,77

Tableau R-c : Résultats pour l'unidirectionnel

Débit	K _x	K _v	K_x/K_v
(l.mn ⁻¹)	(m^2)	(m ²)	(m^2)
0,00025	5,1.10-11	9,0.10-12	5,64
0,0025	5,1.10-10	9,0.10-11	5,64
0,025	3,5.10-10	9,8.10-11	3,52
0,25	4,3.10-10	1,4.10-10	2,94
2,5	6,0.10-9	1,5.10-9	3,97

Fig. 2-78 : Valeurs des perméabilités longitudinales en fonction des débits d'injection pour différents types de renforts

Sur la base des résultats obtenus (fig. 2-78), les différences de valeurs entre perméabilités longitudinales en sens chaîne et perméabilités longitudinales en sens trame, confirment les allures des fronts des pièces incomplètes analysées au §2.2.1.4. pour chaque type de renfort :

- MA : léger déséquilibre illustré par des valeurs de perméabilités en sens trame légèrement supérieures à celles du sens chaîne (rapport K_x/K_y de l'ordre de 0,7)

- BD : contrairement au mat, un léger déséquilibre est observé en faveur du sens chaîne (rapport K_x/K_v de l'ordre de 1,6)

- UD : les perméabilités en sens chaîne sont largement plus élevées que celle en sens trame (rapport K_x/K_v de l'ordre de 4,3) ; le renfort est fortement déséquilibré.

Par ailleurs, quel que soit le renfort, une augmentation des perméabilités est observée en fonction du débit, sachant que les différences de perméabilités observées en fonction du sens chaîne ou du sens trame ont déjà été analysées au §2.2.14..

Concernant les variations constatées en fonction du débit, une interprétation globale, sans discernement du renfort, peut être dans un premier temps avancée. Lors d'une injection à faible débit, la propagation du front devient suffisamment lente pour qu'il n'y ait pas emprisonnement d'air, les forces capillaires deviennent prépondérantes par rapport aux forces visqueuses et permettent un meilleur cheminement de la résine au sein des mèches. Le volume occupé par le fluide devient plus important (meilleur mouillage) ce qui fait diminuer en apparence le débit et donc la perméabilité. À débit élevé, une déformation du renfort (compression du renfort puis écoulement entre ce dernier et la paroi du moule ou bien écartement des mèches créant des chemins préférentiels d'écoulement) peut provoquer une hausse apparente brutale de la perméabilité.

Dans le cas du mat, au débit le moins élevé, le front d'écoulement dans l'épaisseur est plus incliné car l'influence de la gravité devient plus importante. Du fait du positionnement aléatoire des mèches, des espaces relativement importants sans renfort existent et les effets de capillarité ne s'exercent donc que dans les zones où les mèches sont suffisamment proches. Aux débits les plus faibles le contour du front n'est pas net et la teinte de la zone imprégnée n'est pas uniforme (une couleur foncée indique une imprégnation locale dans toute l'épaisseur) (fig. 2-79 et 2-80). Ainsi, comme pour les débit élevés, les mesures faites au débit le plus faible dans le cas particulier du mat, intègrent une phase d'air et font augmenter de façon apparente les perméabilités.





2.3.2.4. Influence du taux de renfort et comparaison avec les mesures uniaxiales

Taux (%)

12

Fig. 2-81 : Influence du taux de renfort sur les perméabilités longitudinales de différents types de renforts

Quel que soit le renfort (fig. 2-81), on constate que les variations de perméabilités longitudinales déterminées par la méthode biaxiale sont du même ordre de grandeur que celles déterminées par la méthode uniaxiale quoique supérieures.

Le fait que les variations de perméabilité en fonction du taux de renfort observées avec la méthode biaxiale soient similaires à celles constatées avec la méthode uniaxiale ne nécessite pas d'explication particulière. En effet, quelle que soit la méthode adoptée, il est clair que lorsque le taux de renfort augmente, les sections d'écoulement laissées au fluide sont plus

18 4.0.10-9 5.8.10-9 $\overline{20}$ 2,6.10-09 242.3.10-9 3.0.10-9 30 1,7.10-9 $2,4.10^{-9}$ 1.5.10-9 $2.2.10^{-9}$ 35 8.0.10-10 41 1.6.10-9 2.3.10-9

Tableau S-a : résultats pour le mat

Κv

 (m^2)

6,5.10⁻⁹

K_x

 (m^2)

4,6.10-9

K_v(uni)

 (m^2)

Tableau S-b : résultats pour le bidirectionnel

		<u></u>	
Taux (%)	K _x	K _v	K _x (uni)
	(m ²)	(m ²)	(m ²)
35			5,0.10-9
46	2,2.10-9	1,2.10-9	
55			2,4.10-10
68	1,7.10-9	7,9.10-9	

Tableau S-c : résultats pour l'unidirectionnel

Taux (%)	K _x	Ку	K _x (uni)
	(m^2)	(m^2)	(m^2)
33	5,2.10 ⁻⁹	3,3.10 ⁻⁹	
35			1,0.10 ⁻⁹
39	3,4.10-9	1,5.10-9	
44	2,2.10-9	6,9.10-10	
50	1,7.10-9	3,8.10-10	
54	1,2.10-9	3,2.10-10	
55			3,0.10-11
61	3,8.10-10	1,2.10-10	

perméabilité transversale est plus grande.

petites et, puisque la perméabilité est proportionnelle à la section de passage du fluide (cf. §1.2.1.), celle-ci tend à diminuer.

En revanche, les valeurs supérieures de perméabilité trouvées avec la méthode biaxiale peuvent provenir du fait que cette méthode ne prend pas en compte la perte de charge dûe au cheminement du fluide dans l'épaisseur, notamment au droit du point d'injection, pendant le début du remplissage. Or il s'avère, on le verra plus loin, que l'influence de l'écoulement transversal est loin d'être négligeable, surtout dans le cas des tissus.



En exagérant leur courbure, les graphes $P(t) = f\left(ln\left(\frac{S_0}{S(t)}\right)\right)$ ont une allure

schématisée sur la figure 2-82. Y figurent P_{xy} , la perte de charge due à l'écoulement dans le plan du renfort et P_z , la perte de charge provoquée par l'écoulement selon l'épaisseur du renfort. Une régression linéaire a permis de calculer une pente m_1 supérieure à la pente m_2 qui est la pente de l'évolution de P en fonction de $ln\left(\frac{S_0}{S(t)}\right)$ lorsque la perte de charge due à l'écoulement transversal devient négligeable devant celle provoquée par l'écoulement dans le plan du renfort. La perméabilité est alors effectivement surévaluée car si K_i est la perméabilité calculée avec la pente m_i : $K_i = -\frac{Q.\eta}{4\pi . m_i. \phi. e}$ (82) et $m_1 < m_2$ alors on a effectivement $K_1 > K_2$. Aux taux de renfort élevés, la différence est plus nette car l'influence de la



2.3.2.5. Influence du nombre de plis

Fig. 2-83 : Influence du nombre de plis sur les perméabilités longitudinales de différents types de renforts

On constate (fig. 2-83), quel que soit le type de renfort, que les perméabilités décroissent en fonction du nombre de plis.

Les différences de perméabilités peuvent ici provenir du fait que le front d'écoulement dans l'épaisseur ne soit pas droit, mais plus avancé du côté où le fluide a été injecté. Cette différence est d'autant plus marquée que l'entrefer est grand, et elle augmente au cour de l'injection. Dans les calculs le front est supposé droit et la surface d'écoulement considérée est la surface observée : S (fig. 2-84). Or, en pratique, le front n'étant pas droit, un volume supplémentaire de fluide qui a pourtant été injecté n'est pas pris en compte. Si l'on considère qu'en ramenant ce volume de manière à avoir un front droit on observerait une surface S', alors on aurait S' > S.

Tableau	T-a :	résultats	pour	le	mat
---------	--------------	-----------	------	----	-----

Nb. de plis	$K_{x}(m^{2})$	$K_{y}(m^{2})$
11	1,1.10 ⁻⁹	1,3.10-9
9	1,5.10 ⁻⁹	1,5.10 ⁻⁹
7	1,7.10-9	2,5.10-9
5	2,8.10-9	3,2.10-9
3	7,2.10-9	7,6.10-9

Tableau T-b : résultat	s pour le	bidirectionnel
------------------------	-----------	----------------

Nb. de plis	$K_{x}(m^{2})$	$K_{\rm V}({\rm m}^2)$
4	1,5.10 ⁻⁹	9,3.10-10
3	2,8.10 ⁻⁹	1,2.10-9
2	4,4.10 ⁻⁹	2,9.10 ⁻⁹
1	9,0.10-9	4,5.10-9

Tableau T-c : résultats pour l'unidirectionnel

	~	
Nb. de plis	$K_{x}(m^{2})$	$K_{y}(m^{2})$
15	6,0.10-10	1,6.10-10
13	7,2.10 ⁻¹⁰	1,4.10-10
11	3,9.10-10	1,2.10-10
9	1,5.10-9	4,1.10-10
7	1,9.10-9	5,7.10-10
5	4,1.10-9	7,2.10-10



Fig. 2-84 : Allures du front de matière dans l'épaisseur du moule

L'allure de P(t) = $f\left(\ln\left(\frac{S_0}{S(t)}\right)\right)$ en prenant S' en lieu et place de S est représentée sur la figure

2-85. La différence S' - S augmentant au cours du temps, la pente m_1 ' de la courbe tracée avec S' est supérieure à la pente m_1 tracée avec S. Comme les perméabilités sont inversement proportionnelles aux pentes, la perméabilité K_1 ' calculée avec la pente m_1 ' est effectivement inférieure à K_1 , celle calculée avec m_1 .



2.3.2.6. Conclusions sur les déterminations de perméabilités longitudinales par la méthode biaxiale

La technique de détermination des perméabilités longitudinales par écoulement biaxial est intéressante dans la mesure où elle permet de déterminer en une seule opération les perméabilités selon deux directions principales. Cependant, il faut prendre en considération des perturbations dues au fait de l'écoulement transversal qui a lieu dans les premiers instants du remplissage. Cette difficulté qu'a le fluide à traverser l'épaisseur du renfort peut provoquer une diminution apparente de la perméabilité lorsque l'on augmente le nombre de plis tout en gardant le taux de renfort constant. Enfin, lors d'une injection à débit élevé, il faut veiller à ce que la compressibilité du renfort soit telle que ce dernier ne soit pas comprimé au droit du

point d'injection de façon à éviter un écoulement préférentiel entre la paroi et le premier pli de renfort.

2.4. DÉTERMINATION ET ANALYSE EXPERIMENTALE DE LA PERMEABILITÉ TRANSVERSALE

La dernière étape de cette analyse expérimentale s'attache à déterminer les perméabilités transversales des renforts dont les perméabilités longitudinales ont été étudiées jusqu'ici. La méthode employée pour la détermination des perméabilités transversales est la même que celle utilisée pour les perméabilités longitudinales (§2.3.1.) et repose sur la loi de Darcy.

2.4.1. Dispositif expérimental et procédure

L'appareil mis au point pour la détermination des perméabilités transversales est décrit fig. 2-86.



Fig. 2-86 : Dispositif réalisé pour la détermination des perméabilités transversales

L'échantillon de renfort {5} est découpé à l'emporte-pièce {6}. L'ensemble est placé dans le corps de l'appareil {7}. Une grille {4} servant au maintien du renfort pendant l'essai et l'entretoise {3} y sont ensuite introduits. Connaissant la chaîne de cotes du montage, un jeu de cales {2} est choisi en fonction de l'entrefer souhaité. Les cales sont placées entre le manchon de serrage {1} et le corps {7}. Lors du serrage, l'entretoise est maintenue en translation grâce à une vis de guidage {8} ; l'ensemble grille/renfort vient se placer dans la chambre de mesure. Cette dernière a été alésée de manière à ce que son ajustement avec l'entretoise {3} soit du type "glissant" (H7g6) afin que l'étanchéité soit correcte. Cette technique de translation de l'échantillon permet d'eviter sa détérioration par effilochage. Un capteur de pression {9} est placé en amont du renfort. Par différence entre la perte de charge à vide et celle en présence de l'échantillon est déduite la perte de charge uniquement provoquée par le renfort.

L'écoulement du fluide est réalisé ici à débit constant, le vérin de transfert étant manœuvré par un dynamomètre ZWICK modèle 1474 (fig. 2-87). Le débit est calculé à partir du mouvement de la traverse et des dimensions du vérin.





La procédure de mesure adoptée est la suivante :

- découpe du renfort à l'emporte-pièce

- introduction dans l'appareil de l'ensemble renfort/emporte-pièce, de la grille, puis de l'entretoise

- choix et positionnement du jeu de cales de réglage
- vissage du manchon
- mouillage manuel du renfort en remplissant l'appareil
- purge du capteur de pression
- remplissage du vérin de transfert
- écoulement dans le fût puis dans le dispositif

- pour chaque consigne (une dizaine par échantillon) : attente de la stabilisation en pression et relevé de la pression

- purge du vérin de transfert et nettoyage du dispositif

- calcul des perméabilités par régression

Des séries de mesures sur cinq échantillons de même type ont été effectuées. Des variations du même ordre de grandeur que celles déjà observées précédemment pour les perméabilités longitudinales (quelques dizaines de pourcents) sont mises en évidence (tableau U).

Renfort A	Renfort B
4,7.10-12	2,9.10-11
2,0.10-12	6,6.10-12
2,2.10-12	4,6.10-12
1,1.10 ⁻¹¹	2,6.10-11
6,1.10-12	1,8.10-11
5,2.10-12	1,7.10-11
3,0.10-12	8,9.10-12
58	53
	Renfort A 4,7.10 ⁻¹² 2,0.10 ⁻¹² 2,2.10 ⁻¹² 1,1.10 ⁻¹¹ 6,1.10 ⁻¹² 5,2.10 ⁻¹² 3,0.10 ⁻¹² 58

Ces variations peuvent provenir de la découpe ou de la manutention de l'échantillon bien que ce dernier soit prélevé à l'emporte-pièce, puis placé avec lui dans le dispositif. Les écarts peuvent provenir aussi des variations de densité surfacique du renfort. Les fournisseurs de mats et de tissus donnent d'ailleurs une tolérance très large sur ce paramètre (\pm 10%) ce qui peut entraîner une erreur sur la valeur de perméabilité du même ordre de grandeur. La surface relativement petite de l'échantillon ne permet pas de limiter l'effet de variation de la densité surfacique. Les problèmes de fluctuation du grammage ont été abordés par ailleurs [74], les auteurs constatant une variation cyclique sur la largeur du rouleau. Pour limiter les répercussions de ce type de variation il est conseillé de réaliser des essais avec un nombre de plis suffisamment grand.

Par ailleurs, on remarque systématiquement qu'au-delà d'un certain débit (qui diffère selon le renfort et l'entrefer), la pression ne se stabilise plus et ne cesse d'augmenter. Ce phénomène peut avoir plusieurs origines :

- un réarrangement des fibres sous l'effet de la pression qui aurait pour effet de colmater les pores existants à l'origine,

- un tassement du renfort par la résine qui réduirait les dimensions des pores.

Ce phénomène divergeant s'amplifie de lui-même puisque, lorsque l'écoulement devient difficile, la pression augmente provoquant ainsi une nouvelle progression du colmatage ou/et du tassement du renfort. Cela induit une augmentation supplémentaire de la pression qui engendre un colmatage et/ou une compression de l'échantillon plus important et ainsi de suite.

2.4.2. Influence du taux de renfort

L'influence du taux de renfort sur la perméabilité transversale a été étudié sur des structures analogues à celles utilisées pour les déterminations de perméabilités longitudinales (cf. §2.3.1.2. - tableau F). Les résultats obtenus dans les différentes configurations sont synthétisés dans le tableau V.

Perméabilités transversales (m ²)			
Renfort	Taux volumiques		
	20 %	35 %	55 %
BD	/	4,7.10 ⁻¹¹	1,0.10-11
UD	/	1,2.10-11	2,0.10-12
MA	1,3.10 - 9	6,2.10 ⁻¹⁰	/
MI1/6/1	/	1,6.10-10	/
MI2/4/2	1	1,5.10-10	/
MI3/2/3	/	3,2.10-11	1.





Fig. 2-88 : Influence du taux de renfort sur les valeurs de perméabilités transversales

De façon analogue à la perméabilité longitudinale, la perméabilité transversale augmente lorsque le taux de verre diminue, ceci en raison des variations de taille des pores en fonction du taux de renfort (fig. 2-88). Des tendances identiques ont été observées par les rares chercheurs ayant étudié la perméabilité transversale de divers renforts [1] (fig. 2-89).



Fig. 2-89 : Comparaison des valeurs expérimentales de perméabilités transversales avec celles de Trévino et al. [1]

2.4.3. Influence de la structure du renfort

Comme précédemment pour les perméabilités longitudinales, l'influence des structures des renforts a été étudiée au taux volumique commun de 35% pour les configurations suivantes : MA, UD, BD, MI161, MI242, MI323. Les résultats tirés du tableau V sont reportés sur la figure 2-90.



Fig. 2-90 : Perméabilités transversales de différents renforts à 35 % en volume

Il apparaît que la hiérarchie des valeurs de perméabilités transversales est différente de celle trouvée pour les perméabilités longitudinales, avec ici :

$$K_{Z_{MA}} > K_{Z_{BD}} > K_{Z_{UD}}$$

On peut supposer que le fluide a tendance à s'écouler facilement soit aux croisements des mèches, soit entre les mèches. À partir de ce postulat, l'ordre constaté peut s'expliquer en considérant deux critères principaux :

Critère 1 :

Plus l'écartement entre les mèches est important, plus le fluide s'écoule facilement. L'écoulement dans le mat est favorisé par ce critère puisque, de par sa fabrication, les mèches sont disposées aléatoirement. Des espaces importants existent donc entre les mèches contrairement aux tissus où les mèches sont juxtaposées.

Critère 2 :

Plus les diamètres de deux mèches se croisant sont proches, plus l'espace à leur intersection est important, donc plus le fluide peut facilement s'écouler. Ainsi, dans le tissu unidirectionnel, les mèches de trame sont beaucoup plus fines que celles de chaîne, et épousent davantage l'espace entre les mèches de chaîne. Le vide aux intersections étant moindre, la propagation du fluide y est moins facile que pour le tissu bidirectionnel dont les mèches trame et chaîne sont de même diamètre (cf. fig. 2-91).



Fig. 2-91 : Influence sur l'écoulement du diamètre relatif des mèches de chaine et des mèches de trame

Sur la base des données expérimentales disponibles, il semble que ce soit le critère n°1 privilégiant le mat qui soit prépondérant.

Que ce soit pour le tissu unidirectionnel ou pour le tissu bidirectionnel, les espaces permettant une circulation aisée du fluide ne proviennent que des intersections des mèches. En effet, les mèches de chaîne étant juxtaposées, il n'y a pas d'espace entre ces dernières et, par conséquent, seul le critère n°2 régit la différence de perméabilité.

Dans le cas des renforts mixtes, il s'avère que les valeurs de perméabilités transversales se situent entre celles déterminées pour des renforts composés soit uniquement de mat, soit uniquement de tissu unidirectionnel. Cela s'explique par le fait que, contrairement aux essais en longitudinal réalisés dans le cas des mixtes, la non-homogénéité du taux de renfort dans l'épaisseur n'influence plus l'écoulement puisque le fluide doit traverser l'échantillon de part en part.

Enfin, il est intéressant d'analyser le rapport des perméabilités longitudinales sur les perméabilités transversales, présenté figure 2-92 pour les différentes structures.



Fig. 2-92 : Rapports des perméabilités longitudinales sur les perméabilités transversales

On constate que seules les structures en mat ont un rapport K_x/K_z proche de l'unité, tandis que ce rapport peut avoisiner 100 pour certaines structures en tissu. Un rapprochement est ici à faire avec les observations de pièces incomplètes du §2.2.1.. Les décalages de front dans l'épaisseur observés alors dans certaines structures en tissu ont eu lieu pour des rapports de perméabilité élevés. À l'inverse, on rappelle que pour les mats le front est systématiquement droit dans l'épaisseur, ce qui correspond ici à un rapport proche de l'unité. Le rapport des perméabilités peut donc être utilisé pour prévoir les problèmes de propagation de résine qui peuvent survenir dans l'épaisseur.

2.4.4. Influence du préformage

Les préformes dans lesquelles sont prélevés à l'emporte-pièce les échantillons sont réalisées selon la procédure décrite en §2.3.1.1.

Les renforts testés sont du type MA 20% et 35%, UD 35% et BD 55%. Les résultats obtenus sont portés dans le tableau W et présentés sur la figure 2-93.

Perméabilités transversales (m²)				
Renfort	Taux volumiques			
	20 % 35 % 55 %			
BD	1	1	7,0.10-12	
UD	/	9,4.10-12	1	
MA	1,5.10-9	3,3.10-10	/	
Tableau W				



Fig. 2-93 : Influence du préformage sur les perméabilités transversales

Il est à noter que les valeurs de perméabilités des renforts préformés sont généralement plus faibles que celles des renforts non préformés dans une proportion analogue à celle précédemment observée pour les perméabilités longitudinales. Tout comme pour les perméabilités longitudinales, le phénomène d'obstruction des pores lors de la fonte du liant pendant le préformage semble être prépondérant puisqu'après préformage les valeurs de perméabilités transversales ont diminué. Ce phénomène tend à disparaître pour les faibles taux de renfort (MA 20 %)

2.4,5. Influence de l'état de surface des fibres

La modification de l'état de surface des renforts est réalisée comme en §2.3.1.1. uniquement sur le renfort MA 20%. Les résultats obtenus figurent dans le tableau X et sont présentés sur la figure 2-94.

Pern	<i>iéabilités tra</i>	nsversales	(m^2)
Renfort	Taux volumiques		
	20 %	35 %	55 %
MA	1,5.10-9	/	/
	Table	au X	•



Fig. 2-94 : Influence de l'état de surface des fibres sur les valeurs de perméabilités transversales

Il apparaît que la perméabilité du renfort calciné a diminué de manière relativement importante et nettement plus prononcée que pour les perméabilités longitudinales (tableau J et figure 2-73). En effet, le liant de préformage inclu dans le mat lors de sa fabrication donne au renfort une résistance certaine à la compression et freine d'autre part de manière importante le mouvement des mèches les unes par rapport aux autres. Après sa disparition suite à la calcination, le renfort est plus souple et la mobilité des mèches est augmentée. Sous l'effet de la pression, le renfort a davantage tendance à se tasser et les fibres parviennent plus facilement à combler les espaces non occupés. Ce comportement différent provoque une baisse de la perméabilité transversale du renfort. En outre, ce tassement des fibres suite à la calcination a une influence plus importante dans le sens traversal d'où des baisses de perméabilité plus importantes que dans le sens longitudinal.

2.4.6. Influence de la résine

Les perméabilités de renforts constitués de 20% de mat ou de 55% de tissu bidirectionnel sont déterminées ici en utilisant successivement comme fluides modèles des résines vinylester puis époxy. Les résultats obtenus sont synthétisés dans le tableau Y et sur la figure 2-95.

Perméabilités longitudinales (m ²)				
Renfort Résine				
	Fluide modèle	Vinylester	Époxy	
BD 55%	1,0.10-11	1,1.10-11	7,2.10-12	
MA 20% 1,3.10 ⁻⁹ 1,4.10 ⁻⁹ 1,8.10 ⁻⁹				
Tableau Y				



Fig. 2-95 : Influence de la résine sur les valeurs de perméabilités transversales

Il est à noter que les valeurs de perméabilités transversales sont du même ordre de grandeur quelle que soit la résine employée. Ce phénomène est observé pour les deux renforts testés. Ainsi, comme pour la perméabilité longitudinale, la perméabilité transversale n'est quasiment pas influencée par un changement de fluide, ce qui peut s'expliquer par le fait que l'influence des forces capillaires dépendantes de la viscosité et non intégrées dans la loi de Darcy reste négligeable devant celle des forces visqueuses.

2.4.7. Conlusion sur les déterminations des perméabilités transversales

Comme pour les perméabilités longitudinales, les paramètres influençant le plus la perméabilité transversale sont le taux et le type de renfort. Comparativement, et compte tenu de la répétabilité des mesures, préformage, état de surface du renfort et changement de résine n'affectent que très peu les valeurs des perméabilités transversales. On retiendra aussi que les rapports des perméabilités longitudinales sur les perméabilités transversales diffèrent énormément selon les types de renfort. Très élevé dans le cas des tissus, ce rapport sera révélateur de problèmes de propagation de la résine dans l'épaisseur ; proche de l'unité dans le cas des mats, le front d'écoulement sera, au contraire, pratiquement droit.

2.5. CONCLUSION SUR L'ÉTUDE EXPERIMENTALE

L'analyse qualitative des écoulement a d'une part mis en évidence la nécessité d'étudier la perméabilité transversale en complément de la perméabilité longitudinale et d'autre part a permis de déterminer pour chaque renfort une plage de taux de fibres en dehors de laquelle soit l'outillage est déformé, soit le renfort n'est plus comprimé. En outre, cette analyse préliminaire a permis de concevoir des dispositifs pour les déterminations des perméabilités longitudinales et transversales.

L'étude quantitative a montré que les valeurs des perméabilités longitudinale et transversale dépendent essentiellement de la structure des renforts et du taux de fibre et qu'elles n'étaient pas modifiées de manière significative par l'état de surface du renfort, la résine et le préformage. En règle générale, il est préférable de mesurer les pertes de charge loin du seuil qui est source de perturbations et, dans le cas particulier où la perméabilité longitudinale est déterminée par la méthode uniaxiale, il convient de minimiser l'importance relative des effets de bord en utilisant une empreinte d'outillage suffisament large. Par ailleurs, les perméabilités longitudinales déterminées par la méthode uniaxiale tout en restant du même ordre de grandeur, la différence provenant du fait que l'écoulement transversal est négligé dans la méthode biaxiale. Enfin, il est apparu que les rapports des perméabilités longitudinales sur les perméabilités transversales peuvent atteindre pour certains renforts des valeurs proches de la centaine et être alors révèlateurs de problèmes de propagation de la résine dans l'épaisseur.

Chapitre III

Calculs de prévision et interprétations

L'objectif est ici de rechercher des modèles simples permettant de déterminer les valeurs de perméabilités nécessaires à des calculs d'écoulement, pour des renforts homogènes ou mixtes dans des fourchettes industrielles de taux de renfort.

3.1. CALCUL DES PERMÉABILITÉS D'UN RENFORT MAT OU TISSU UNIDIRECTIONNEL

Il s'agit de juger de la capacité de certains modèles (présentés précédemment au chapitre §1.2.4.) à estimer les perméabilités longitudinale et transversale de renforts mat et tissu unidirectionnel, et leur évolution en fonction du taux de verre. Les modèles testés sont :

- le modèle capillaire
- le modèle de Kozeny
- le modèle de Kozeny-Carman
- le modèle de la lubrification (arrangements carré et hexagonal)
 le modèle cellulaire

dont les constantes, obtenues par ajustement sur un point central ou deux points extrèmes des graphes expérimentaux, donnent l'évolution des perméabilités en fonction du taux de renfort.

3.1.1. Perméabilité longitudinale

Une analyse comparée des différents modèles servant de base aux validations envisagées est présentée sur la figure 3-1. Elle est effectuée en ajustant les constantes des modèles de façon à ce que les courbes aient un point commun arbitraire.



Fig. 3-1 : Comparaison des modèles en longitudinal

Il apparaît que les allures des courbes issues de la relation de Kozeny-Carman, la théorie de la lubrification et le modèle cellulaire sont similaires.

3.1.1.1. Modèle capillaire

Les comparaisons sont effectuées ici avec les perméabilités calculées à partir d'une relation du type (cf §1.2.4.) :

$$K = \frac{\phi . D^2}{a}$$
 (52)

en prenant comme diamètre de fibre $D = 1,7.10^{-5}$ m.



Fig. 3-2 : Comparaison des perméabilités longitudinales expérimentales avec celles calculées avec le modèle capillaire pour un mat (a = 9,7) et un tissu (a = 8,4)

On constate (fig. 3-2) que la relation de type capillaire est insuffisante pour décrire l'évolution de la perméabilité en fonction du taux de renfort, la perméabilité n'étant pas une fonction linéaire du taux de renfort. Les écarts importants peuvent provenir du fait que la relation étudiée ici ne prend pas en compte les dimensions variables des capillaires d'écoulement correspondant aux espaces entre les fibres dont les dimensions varient.

3.1.1.2. Modèle de Blake-Kozeny-Carman (BKC)

On rappelle que la relation de Blake-Kozeny-Carman (voir §1.2.4.2.) relie la perméabilité au taux de renfort :



$$K = \frac{r^2}{4.k} \cdot \frac{(1 - V_f)^3}{V_f^2}$$
(61)

Fig. 3-3 : Comparaison des perméabilités longitudinales expérimentales avec celles calculées avec l'équation de Blake-Kozeny-Carman pour un mat (k = 6,1) et un tissu (k = 0,7)

On constate (fig. 3-3) que la relation de Blake-Kozeny-Carman permet de relier les perméabilités aux taux de renfort de manière satisfaisante, notamment dans le cas du tissu unidirectionnel. Cependant, en accord avec les hypothèses correspondant à l'utilisation de cette équation (cf. §1.2.4.2.), les valeurs calculées s'éloignent de celles mesurées lorsque le taux de renfort diminue car selon [54] la situation se rapproche davantage de particules dispersées affectant l'écoulement plutôt que de la notion de capillaire.

3.1.1.3. Théorie de la lubrification

Les relations perméabilité/taux de renfort analysées ici sont issues de la théorie de la lubrifiation hydrodynamique en considérant un arrangement hexagonal des fibres (cf. §1.2.4.2.) :

$$K_{x} = \mathbf{a} \cdot \frac{\sqrt{6}}{9} \cdot \frac{r^{2}}{1,144} \cdot \left(\sqrt{\frac{\pi}{2\sqrt{3}.V_{f}}} - 1\right)^{\frac{5}{2}}$$
(69)

Il faut noter que la formule utilisée pour un arrangement en carré des fibres donne la même évolution de la perméabilité en fonction du taux de renfort, la constante a prend une valeur différente.



Fig. 3-4 : Comparaison des perméabilités longitudinales expérimentales avec celles calculées avec la théorie de la lubrification pour un mat ($a = 7,5.10^{-3}$) et un tissu ($a = 1,1.10^{-3}$)

On constate (fig. 3-4) que les perméabilités calculées avec le modèle sont proches des mesures lorsque l'on choisit des valeurs de **a** très faibles. L'écart par rapport à la valeur théorique (a = 1 d'après (69)) signifie que le modèle sans ajustement par la constante **a** donne des perméabilités beaucoup trop élevées. En fait, ce type de modèle basé sur l'approximation de la lubrification est plus adapté à un calcul de perméabilité au sein de mèches, là où le taux local de renfort est très élevé, son utilisation pour un calcul macroscopique n'est pas valable

sur des renforts dont la forme est très éloignée d'un lit de fibres alignées, notamment pour les mats formés de fibres enchevêtrées.

3.1.1.4. Modèle cellulaire

Le modèle cellulaire, décrit au §1.2.4.2., conduit aux relations établies par Berdichevsky et Cai [75] :



$$K_{x} = \mathbf{a} \cdot \frac{r^{2}}{8.V_{f}} \cdot \left(\ln \frac{1}{V_{f}^{2}} - (3 - V_{f}) \cdot (1 - V_{f}) \right)$$
(72)

Fig. 3-5 : Comparaison des perméabilités longitudinales expérimentales avec celles calculées avec le modèle cellulaire pour un mat (a = 80) et un tissu (a = 520)

On constate (fig. 3-5) que les perméabilités calculées avec le modèle sont proches des mesures lorsque l'on choisit des valeurs de **a** très élevées. L'écart par rapport à la valeur théorique (a = 1 d'après (72)) signifie que le modèle sans ajustement par la constante **a** donne des perméabilités beaucoup trop faibles. En fait, ce type de modèle basé sur un schéma de fibre isolée est plus adapté à un calcul de perméabilité entre les mèches en négligeant l'infiltration de résine à l'intérieur des mèches, son utilisation pour un calcul macroscopique donne des valeurs éloignées des perméabilités mesurées.

3.1.1.5. Formules empiriques

Compte tenu de l'imprécision obtenue avec les modèles théoriques de comporterment présentés dans la littérature, la validité d'une relation simple compatible avec l'expérience, du type $log(K) = a.log(V_f) + b$ (83), a été vérifiée comme l'ont fait Trévino et al. [73].



Fig. 3-6 : Comparaison des perméabilités longitudinales expérimentales avec celles calculées avec une formule empirique pour un mat (a = -2,1; b = -5,8) et un tissu (a = -7,8; b = 3,0)

Il s'avère ici que les valeurs calculées s'approchent des valeurs expérimentales de manière satisfaisante. La variation de la perméabilité en fonction de la porosité (ou du taux de renfort) semble donc bien être proche d'un graphe log-log linéaire ce qui confirme les observations de Trévino et al. [73]. Le fait que la relation contienne deux constantes ajustables contribue à ce que ce type de formule puisse suivre de manière satisfaisante les points expérimentaux.

3.1.2. Perméabilité transversale

De la même manière que pour la perméabilité longitudinale, la figure 3-7 présente une analyse comparée des différents modèles permettant de calculer la perméabilité transversale des renforts. Hormis la courbe issue du modèle capillaire, les différents graphes ont une allure similaire.



Fig. 3-7 : Comparaison des modèles en transversal

3.1.2.1. Modèle capillaire

Les comparaisons ont été faites avec une relation du type :

$$K = \frac{\phi . D^2}{a}$$
 (52)

en prenant comme diamètre de fibre $D = 1,7.10^{-5}$ m. Les résultats obtenus (fig. 3-8) montrent à nouveau que la relation de type capillaire est insuffisante pour décrire l'évolution de la perméabilité en fonction du taux de renfort. En effet, l'expérience montre que cette évolution n'est manifestement pas linéaire, en outre, l'architecture des renforts est très éloignée d'une agglomération de tubes de diamètres faibles et identiques.



Fig. 3-8 : Comparaison des perméabilités transversales expérimentales avec celles calculées avec le modèle capillaire pour un mat (a = 63) et un tissu (a = 1608)

3.1.2.2. Équation BKC

Les comparaisons ont été effectuées avec la relation de Blake-Kozeny-Carman et sont présentées sur la figure 3-9.

$$K = \frac{r^2}{4.k} \cdot \frac{(1 - V_f)^3}{V_f^2}$$
(61)



Fig. 3-9 : Comparaison des perméabilités transversales expérimentales avec celles calculées avec l'équation de Blake-Kozeny-Carman pour un mat (k = 7) et un tissu (k = 279)

On constate que la relation de Blake-Kozeny-Carman permet de relier de manière correcte les valeurs de perméabilités à celles des taux de renfort pour des valeurs supérieures à 30 % en volume. En deçà de cette valeur, les perméabilités calculées par la relation BKC sont supérieures à celles trouvées expérimentalement, les espaces entre les fibres sont alors trop importants pour être considérés comme des capillaires.

3.1.2.3. Théorie de la lubrification

Comme précédemment, les relations perméabilité/taux de renfort analysées dans cette partie sont issues de la théorie de la lubrifiation hydrodynamique en considérant un arrangement hexagonal des fibres (cf. §1.2.4.2.) :

$$K_{z} = \mathbf{a} \cdot \frac{\sqrt{6}}{6} \cdot \frac{r^{2}}{1,144} \cdot \left(\sqrt{\frac{\pi}{2\sqrt{3}.V_{f}}} - 1\right)^{\frac{5}{2}}$$
(70)





On observe (fig. 3-10) une bonne corrélation entre les mesures et les perméabilités calculées. Comparativement à ce qui a été observé pour les perméabilités longitudinales, les valeurs de la constante a sont plus proches de l'unité, notamment pour le tissu unidirectionnel. Pour ce renfort et pour un taux volumique supérieur à 30 %, l'application directe (a = 1) de la théorie de la lubrification permet de déterminer la perméabilité transversale avec une bonne précision.

3.1.2.4. Modèle cellulaire

L'utilisation d'un modèle cellulaire du type :

$$K_{z} = \mathbf{a} \cdot \frac{r^{2}}{16. V_{f}} \cdot \left(\ln \frac{1}{V_{f}} - \frac{1 - V_{f}^{2}}{1 + V_{f}^{2}} \right)$$
(73)

conduit à des valeurs de perméabilités transversales calculées correctes pour les renforts et la plage de taux de renfort considérés (fig. 3-11).



Fig. 3-11 : Comparaison des perméabilités transversales expérimentales avec celles calculées avec le modèle cellulaire pour un mat (a = 91) et un tissu (a = 2)

3.1.2.5. Formules empiriques

Enfin, une relation du type $log(K) = a.log(V_f) + b$ (83) permet d'obtenir une corrélation correcte entre perméabilités transversales calculées et expérimentales (fig. 3.12), ce qui était également vérifié pour les perméabilités longitudinales.



Fig. 3-12 : Comparaison des perméabilités transversales expérimentales avec celles calculées avec une formule empirique pour un mat (a = -1,3; b = -7,2) et un tissu (a = -4,0; b = -4,8)

3.1.3. Conclusions sur le choix d'un modèle de calcul

Les modèles théoriques trouvent la plupart du temps rapidement une limite aux taux de renfort extrèmes (très importants ou très faibles) et ne peuvent donc convenir que pour une plage restreinte de taux de renfort. Or le champ des applications en RTM est tel que la plage de taux de renfort modèlisable doit être la plus large possible (20 % à 60 % en volume, selon le comportement en compression du renfort considéré). Toutefois, lorsque certains modèles semblent convenir pour un sens d'écoulement sur la totalité de la plage de taux de renfort utilisable (cas du modèle cellulaire ne transversal), ils divergent aux taux extrèmes pour l'autre sens d'écoulement (cas du modèle cellulaire en longitudinal). De plus, ces modèles faisant intervenir certaines caractéristiques des renforts sont finalement "semi-théoriques" puisqu'ils corrèlent les points expérimentaux par ajustement d'une constante qui diffère selon le type de renfort. Les relations empiriques du type $log(K) = a.log(V_f) + b$ (83) apparaissent donc comme étant suffisantes et pratiques pour caractériser la perméabilité d'un renfort sur toute sa plage d'utilisation en terme de taux de verre.

Pour cette dernière relation, les valeurs des constantes **a** et **b** ont été calculées pour les trois types de renforts testés dans le cadre de cette étude (mat, unidirectionnel et bidirectionnel) et comparées à celles déterminées par d'autres auteurs. Les résultats obtenus sont synthétisés sur la figure 3-13 en terme de perméabilité longitudinale et sur la figure 3-14 en terme de perméabilité transversale.

Perméabilités longitudinales	а	b
MA	-2,1	-5,8
UDch	-7,8	3,0
BD	-6,7	2,1
Mat U812 Gauvin et al. [74]	-1,4	-6,8
Mat OCF8610 Gauvin et al. [74]	-1,1	-7,1
Mat OCF-M8610 Trévino et al. [1]	-1,2	-6,9
UD Cofab-A0108 Trévino et al. [1]	-3,5	-3,4
BD Cofab-A1118B Trévino et al. [1]	-2,5	-4,6





Fig. 3-13 : Comparaison des paramètres **a** et **b** de la formule $log(K) = a.log(V_f) + b$ calculés à partir des mesures expérimentales de perméabilités longitudinales et de celles d'autres auteurs

Perméabilités transversales	а	b
MA	-1,3	-7,2
UD	-4,0	-4,8
BD	-3,4	-5,0
Mat OCF-M8610 Trévino et al. [1]	-2,6	-5,1
UD Cofab-A0108 Trévino et al. [1]	-4,3	-3,6
BD Cofab-A1118B Trévino et al. [1]	-4,3	-2,7




Fig. 3-14 : Comparaison des paramètres **a** et **b** de la formule $log(K) = a.log(V_f) + b$ calculés à partir des mesures expérimentales de perméabilités transversales et de celles d'autres auteurs

Pour un même type de renfort dans le sens transversal comme dans la direction longitudinale, les valeurs des coefficients **a** et **b** peuvent différer fortement. Cela s'explique par le fait que les architectures des tissages peuvent être très différentes même pour une catégorie de renfort donnée.

3.2. CALCUL DES PERMÉABILITÉS APPARENTES DE RENFORTS MIXTES MAT/TISSU

Alors que l'analyse précédente a mis en évidence la possibilité de déterminer un ordre de grandeur de la perméabilité d'un empilement constitué d'un seul type de renfort à partir d'une relation semi-empirique, on cherche à calculer ici la perméabilité globale d'un empilement contenant différents types de renfort (mat et unidirectionnel) à partir des perméabilités de chaque type de renfort.

3.2.1. Principe du calcul des perméabilités apparentes de renforts mixtes

3.2.1.1. Démarche

Les données de base du problème sont celles que possède le concepteur désirant fabriquer une pièce contenant deux types de renfort A et B :

- l'épaisseur de la pièce : e
- le nombre de pli de renfort $A : n_A$
- le nombre de pli de renfort $B : n_B$
- le grammage du renfort $A : \zeta_A$
- le grammage du renfort $B : \zeta_B$

Le taux volumique global de renfort peut aisément être déterminé. Cependant, du fait du comportement en compression différent des deux types de renfort, le taux volumique local sera variable dans l'épaisseur de l'empilement. Les perméabilités étant liées au taux de renfort, celles-ci seront donc localement différentes en fonction de l'endroit de l'empilement considéré. Pour connaître les perméabilités apparentes (globales) du renfort mixte, il est donc nécessaire de pouvoir déterminer chaque perméabilité locale, ce qui requiert le calcul prélable des taux de renforts locaux associés.

Dans un premier temps, il faut étudier le comportement en compression de chaque renfort de base. En résolvant le système suivant on obtient les taux locaux (V_{f_a} et V_{f_b}) :

$$\begin{cases} \Pr_{A} = f(V_{f_{A}}) \\ \Pr_{B} = f(V_{f_{B}}) \\ \Pr_{A} = \Pr_{B} \\ V_{f_{A}} = \frac{n_{A}.\zeta_{A}}{e_{A}.\rho} \\ V_{f_{B}} = \frac{n_{B}.\zeta_{B}}{e_{B}.\rho} \\ e = e_{A} + e_{B} \end{cases}$$
(84)

avec :

 Pr_A : pression de compression du renfort A Pr_B : pression de compression du renfort B e_A : épaisseur occupée par le renfort A e_B : épaisseur occupée par le renfort B ρ : masse volumique du verre

Connaissant les relations $K_A = f(V_{f_A})$ et $K_B = f(V_{f_B})$ pour les sens d'écoulement longitudinal et transversal, les perméabilités locales K_A et K_B peuvent alors être calculées. Une loi des mélanges propre à chaque sens d'écoulement permet enfin d'obtenir les valeurs de perméabilités apparentes.

3.2.1.2. Hypothèses

Hypothèse sur la variation de la pression de compression en fonction du taux de renfort

Au paragraphe §2.2.2.5. il a été montré que la relation $\log(V_f) = C_1 \cdot \log(Pr) + C_2$ (77) était représentative des mesures expérimentales. En conséquence, cette relation entre pression de compression du renfort l (Prl) et taux de renfort local associé (V_{f_l}) sera ici utilisée : $\ln(P_l) = a_l \cdot \log(V_{f_l}) + b_l$ (77). Les constantes a_l et b_l pour les renforts MA et UD sont calculées à partir des essais de compression effectués sur les empilements 5MA et 6UD. Les figures 3-15 permettent de préciser les valeurs de ces constantes et de vérifier que la corrélation entre les mesures expérimentales et la relation proposée est satisfaisante :



Fig. 3-15 : Comportement en compression du mat et de l'unidirectionnel

En pratique, il serait donc possible, à partir de deux mesures de compression, de déterminer les constantes a et b pour n'importe quel renfort afin de connaître totalement son comportement en compression.

Hypothèse sur la variation de la perméabilité en fonction du taux de renfort

On supposera ici que la variation des perméabilités en fonction du taux de renfort obéit à la relation semi-empirique présentée au §3.1. (log(K) = a.log(Vf) + b) et pour laquelle les coefficients **a** et **b** ont précédemment été calculés pour chaque renfort.

Perméabilités longitudinales	а	b
MA	-2,1	-5,8
UDch	-7,8	3,0

Ī	ab	leau	AB	-a
*		ouu		u

Perméabilités transversales	а	b
MA	-1,3	-7,2
UD	-4,0	-4,8

Tableau AB-b

3.2.1.3. Calculs

Compte tenu des relations proposées en §3.2.1.1., le système à résoudre pour obtenir les *taux de renfort locaux* devient :

$$\Rightarrow \begin{cases} \ln(P_{A}) = a_{A} \cdot \ln(V_{f_{A}}) + b_{A} \\ \ln(P_{B}) = a_{B} \cdot \ln(V_{f_{B}}) + b_{B} \\ P_{A} = P_{B} \\ V_{f_{A}} = \frac{n_{A} \cdot \zeta_{A}}{e_{A} \cdot \rho} \\ V_{f_{B}} = \frac{n_{B} \cdot \zeta_{B}}{e_{B} \cdot \rho} \\ e = e_{A} + e_{B} \end{cases}$$

$$\Rightarrow \begin{cases} V_{f_{B}} \frac{a_{B}}{a_{A}} - \frac{n_{B} \cdot \zeta_{B}}{e_{A} \rho} \cdot V_{f_{B}} \frac{a_{B}}{a_{A}} - \frac{n_{A} \cdot \zeta_{A}}{e_{A} \rho} \cdot \exp\left(\frac{b_{A} - b_{B}}{a_{A}}\right) = 0 \\ V_{f_{A}} = V_{f_{B}} \frac{a_{B}}{a_{A}} \cdot \exp\left(\frac{b_{B} - b_{A}}{a_{A}}\right) \end{cases}$$

$$(86)$$

La résolution graphique de la première équation permet de déterminer V_{f_B} , valeur qui est ensuite introduite dans la seconde équation afin de déterminer V_{f_A} . Les relations exposées en §3.2.1.2. permettent alors de calculer directement les *perméabilités locales*.

Pour le calcul des perméabilités longitudinales apparentes, les hypothèses suivantes sont faites :

- La perte de charge dans le sens de l'écoulement est la même quel que soit le renfort considéré, par conséquent :

$$\frac{\Delta P_{A}}{\Delta L_{A}} = \frac{\Delta P_{B}}{\Delta L_{B}} = \frac{\Delta P}{\Delta L}$$
(87)

- Le débit volumique total est la somme des débits volumiques du fluide s'écoulant dans chaque renfort. On suppose donc que la perméabilité transversale du renfort unidirectionnel se trouvant de part et d'autre du mat central, est suffisamment faible pour que le débit du fluide qui passe du mat vers l'unidirectionnel soit négligeable devant le débit longitudinal du fluide dans le mat. En négligeant ainsi l'écoulement transversal on a :

$$Q = Q_{A} + Q_{B}$$

$$\Rightarrow K \cdot \frac{A}{\eta} \cdot \frac{\Delta P}{\Delta L} = K_{A} \cdot \frac{A_{A}}{\eta} \cdot \frac{\Delta P}{\Delta L} + K_{B} \cdot \frac{A_{B}}{\eta} \cdot \frac{\Delta P}{\Delta L}$$

$$\Rightarrow K.e = K_{A}.e_{A} + K_{B}.e_{B}$$

$$\Rightarrow K = \frac{1}{e} \cdot (K_{A}.e_{A} + K_{B}.e_{B})$$
(88)

Pour le calcul de la perméabilité transversale apparente, les hypothèses suivantes sont faites :

- La perte de charge totale est la somme des pertes de charge provoquées par chaque type de renfort, par conséquent :

$$\Delta \mathbf{P} = \Delta \mathbf{P}_{\mathsf{A}} + \Delta \mathbf{P}_{\mathsf{B}} \tag{89}$$

- En négligeant l'écoulement longitudinal, le débit volumique du fluide passant à travers chaque couche de renfort est identique, soit :

$$Q = Q_{A} = Q_{B}$$

$$\Rightarrow K \cdot \frac{A}{\eta} \cdot \frac{\Delta P}{e} = K_{A} \cdot \frac{A}{\eta} \cdot \frac{\Delta P_{A}}{e_{A}} = K_{B} \cdot \frac{A}{\eta} \cdot \frac{\Delta P_{B}}{e_{B}}$$

$$\Rightarrow K \cdot \frac{\Delta P}{e} = K_{A} \cdot \frac{\Delta P_{A}}{e_{A}} = K_{B} \cdot \frac{\Delta P_{B}}{e_{B}}$$

$$\Rightarrow K = K_{A} \cdot \frac{\Delta P_{A}}{e_{A}} \cdot \frac{e}{\Delta P}$$

$$\Rightarrow K = K_{A} \cdot \frac{e}{e_{A}} \cdot \frac{\Delta P - \Delta P_{B}}{\Delta P}$$

$$\Rightarrow K = K_{A} \cdot \frac{e}{e_{A}} \cdot \left(1 - \frac{K}{K_{B}} \cdot \frac{e_{B}}{e}\right)$$

$$\Rightarrow K = \frac{K_{A} \cdot K_{B} \cdot e}{K_{B} \cdot e_{A} + K_{A} \cdot e_{B}}$$
(90)

3.2.2. Résultats

Les résultats des calculs effectués sur cette base sont présentés fig. 3-16 et 3-17.

Taux volumiques		Epais	seurs	Perméabilités longitudinales		Perméabilités transversales			
locaux (%)		(m	(mm)		(m ²)		(m ²)		
V_{f_A}	V _{fB}	е _А	е _В	Kx _A	Kx _B	Kx	Kz _A	Kz _B	Kz
-	35	0	4	-	8,0e-10	8,0e-10	•	6,2 e-10	6,2e-10
61,5	33	0,26	3,67	1,3e-11	9,1e-10	8,4e-10	1,3e-12	6,7e-10	1,9e-11
59,5	30,4	0,54	3,42	1,6e-11	1,1e-09	9,4e-10	1,5e-12	7,5e-10	1,1e-11
54,5	24,8	1,18	2,77	3,2e-11	1,7e-09	1,2e-09	2,1e-12	9,8e-10	7,1e-12
47,5	18,1	2,04	1,92	9,4e-11	3,2e-09	1,6e-09	3,6e-12	1,5e-9	7,0e-12
41,5	13,3	2,72	1,3	2,7e-10	6,1e-09	2,2e-09	6,1e-12	2,2e-9	9,0e-12
35	-	4	0	1,0e-09	-	1,0e-09	1,2e-11	-	1,2e-11
	$\begin{array}{c} \text{Taux vo.} \\ \text{locau} \\ \hline \\ V_{f_A} \\ \hline \\ \hline \\ 61,5 \\ 59,5 \\ 54,5 \\ \hline \\ 47,5 \\ 41,5 \\ 35 \\ \end{array}$	$\begin{array}{c c c} Taux \ volumiques \\ \hline locaux \ (\%) \\ \hline V_{f_A} & V_{f_B} \\ \hline - & 35 \\ \hline 61,5 & 33 \\ \hline 59,5 & 30,4 \\ \hline 54,5 & 24,8 \\ \hline 47,5 & 18,1 \\ \hline 41,5 & 13,3 \\ \hline 35 & - \\ \hline \end{array}$	Taux volumiques locaux (%) Epais (m V_{f_A} V_{f_B} e_A - 35 0 61,5 33 0,26 59,5 30,4 0,54 54,5 24,8 1,18 47,5 18,1 2,04 41,5 13,3 2,72 35 - 4	$\begin{array}{c c c c c c c c c c c c c c c c c c c $	Taux volumiques locaux (%) Epaisseurs (mm) Perméab V_{f_A} V_{f_B} e_A e_B Kx_A - 35 0 4 - 61,5 33 0,26 3,67 1,3e-11 59,5 30,4 0,54 3,42 1,6e-11 54,5 24,8 1,18 2,77 3,2e-11 47,5 18,1 2,04 1,92 9,4e-11 41,5 13,3 2,72 1,3 2,7e-10 35 - 4 0 1,0e-09	$\begin{array}{c c c c c c c c c c c c c c c c c c c $	$\begin{array}{c c c c c c c c c c c c c c c c c c c $	$\begin{array}{c c c c c c c c c c c c c c c c c c c $	$\begin{array}{c c c c c c c c c c c c c c c c c c c $

avec :

A : UD ; B : MA e = 4 mm ; ρ = 2,6 ζ_A = 420 g.m⁻² ; ζ_B = 450 g.m⁻²



Fig. 3-16 : Perméabilités longitudinales calculées (locales pour le mat et le tissu, globale pour le mixte associé)



Fig. 3-17 : Perméabilités transversales calculées (locales pour le mat et le tissu, globale pour le mixte associé)

Il a été précédemment montré qu'à un taux volumique de 35%, les renforts constitués uniquement de mat ou uniquement d'unidirectionnel avaient des perméabilités longitudinales en sens chaîne du même ordre de grandeur. Lorsque les deux types de renfort sont mélangés on constate que la perméabilité longitudinale apparente calculée est systématiquement supérieure et atteint un maximum lorsqu'un seul pli de mat est disposé dans un empilement du tissu unidirectionnel. Ce phénomène est dû à la très faible compressibilité du mat utilisé qui procure une zone de très faible taux volumique local de renfort se traduisant par une zone de très haute perméabilité. La perméabilité globale est de ce fait largement augmentée.

En ce qui concerne la perméabilité transversale apparente, on constate que sa valeur est imposée par la plus faible perméabilité des différents renforts présents dans l'empilement. La perte de charge due au franchissement par le fluide de la zone de renfort la plus perméable est négligeable devant celle provoquée par le renfort le moins perméable.

3.2.3. Comparaisons calculs/expérience



3.2.3.1. Comparaison des perméabilités longitudinales

Fig. 3-18 : Comparaison entre les mesures et les calculs des perméabilités longitudinale des renforts mixtes (mesures 1)

Hormis le cas d'un renfort constitué uniquement d'unidirectionnel, il est à constater (fig. 3-18) que plus le nombre de plis de mat est faible, plus les mesures divergent par rapport au calcul en se rapprochant des perméabilités calculées pour la zone de mat. En fait c'est lorsqu'il y a le moins de mat que la différence entre les perméabilités calculées de chaque zone est la plus importante. Ainsi, moins il y a de mat, plus le renfort se comporte, en terme de perméabilité, comme si la zone d'unidirectionnel était la paroi du moule ne faisant cheminer aucun liquide.

Des nouvelles mesures ont été réalisées en plaçant les plis de mats de part et d'autre des plis d'unidirectionnel (mesures 2 : 3MA/2UD/3MA, 2MA/4UD/2MA et 1MA/6UD/1MA) (fig. 3-19) :



Fig. 3-19 : Comparaison entre les mesures et les calculs des perméabilités longitudinale des renforts mixtes (mesures 1 et 2)

Bien que l'ordre des plis soit changé, les nouvelles mesures confirment les précédentes. Lorsque la différence des perméabilités longitudinales entre deux types de renforts juxtaposés est importante (6/2), la perméabilité longitudinale de l'empilement doit être assimilée à celle du renfort le plus perméable. On peut observer que l'on a une bonne estimation de la perméabilité globale du multicouche en l'assimilant à la perméabilité locale du renfort le plus perméable, ce qui signifie que l'écoulement n'a lieu que dans le renfort possédant la plus grande perméabilité une fois que celui dont la perméabilité est la plus faible est infiltré de fluide.



3.2.3.2. Comparaison des perméabilités transversales



On remarque (fig. 3-20) que plus le nombre de pli de part et d'autre de la zone de mat est faible, plus la perméabilité mesurée diverge par rapport au calcul. Le fait que les perméabilités mesurées soient supérieures peut provenir d'un écartement des mèches du tissu unidirectionnel provoqué par le passage du fluide à travers le renfort. L'espace entre les mèches alors anormalement augmenté favoriserait le cheminement du fluide à travers le pli et provoquerait ainsi une hausse artificielle de la perméabilité. Le phénomène supposé d'écartement des mèches peut d'ailleurs d'autant plus survenir que le nombre de plis d'unidirectionnel est faible.

De même que pour la perméabilité longitudinale, des essais supplémentaires ont été effectués en plaçant les plis de mats de chaque côté de l'unidirectionnel (fig. 3-21). Il est aussi permis de supposer que la mobilité des mèches de l'unidirectionnel est limitée par la présence du mat. Les nouvelles mesures (mesures 2) ont été réalisées sur : 3MA/1UD/4MA, 3MA/2UD/3MA, 2MA/4UD/2MA et 1MA/6UD/1MA :



Fig. 3-21 : Comparaison entre les mesures et les calculs des perméabilités transversale des renforts mixtes (mesures 1 et 2)

Le fait de placer l'unidirectionnel entre les plis de mat amoindrit sa déformation dûe au passage du fluide. Les nouvelles valeurs déterminées sont plus proches des valeurs calculées.

3.2.4. Conclusions sur les calculs des perméabilités apparentes des renforts mixtes

Dans le cas d'un écoulement longitudinal, l'écart entre les mesures et les calculs provient du fait que l'écoulement tend à se faire uniquement dans la zone de mat lorsque le nombre de plis de ce type de renfort tend vers un car la perméabilité locale dans le mat devient importante par rapport à la perméabilité locale de l'unidirectionnel. Dans ce cas, le mouillage du tissu doit vraisemblablement s'effectuer transversalement et l'hypothèse consistant à dire qu'il n'y a pas d'échange de fluide entre les différentes zones devient irréaliste. Il faudrait dès lors prendre en compte dans les calculs les échanges de fluide entre zones de différents renforts, ce qui ne peut se faire que par calcul numérique. Néanmoins, une valeur de perméabilité longitudinale globale suffisamment précise peut être obtenue en l'assimilant à la perméabilité locale du renfort le plus perméable.

Concernant les comparaisons des perméabilités transversales, elles ont été perturbées par le fait que les plis de tissus se sont probablement déformés lorsqu'ils étaient trop peu nombreux, en effet, lorsque le tissu est placé entre les plis de mat sa déformation est moindre et les valeurs mesurées sont proches de celles calculées. Ce type de comparaison devrait être réitérée en remplaçant le renfort tissu par un renfort résistant mieux aux déformations engendrées par la compression.

3.3. DÉTERMINATION DE LOIS EMPIRIQUES DE PERMÉABILITÉ

Dans cette partie est proposée une relation empirique permettant de déterminer un ordre de grandeur de perméabilité longitudinale ou transversale d'un empilement constitué de deux types de renfort. Sont supposés connus :

- K_A : la perméabilité d'un empilement homogène de renfort A au taux nominal considéré (V_f), dans la direction considérée

- K_B : la perméabilité d'un empilement homogène de renfort B au taux nominal considéré (V_f), dans la direction considérée

- $n_{A/B}$: le rapport du nombre de plis de renfort A sur le nombre de plis de renfort B, dont la valeur permet d'atteindre pour une épaisseur donnée, le taux de renfort nominal considéré (V_f).

Les modèles proposés dérivent de la loi des mélanges et prennent les formes explicitées ci-après :

* pour la perméabilité longitudinale :

 $K = K_{B} + c.n_{A/B}.K_{A}$ (91) et K = K_{A} si le renfort est uniquement constitué de A

* pour la perméabilité transversale :

 $K = K_{\mathsf{B}} + \mathsf{d.ln}(1 + \mathbf{n}_{\mathsf{A}/\mathsf{B}}^{\mathsf{e}}).K_{\mathsf{A}}$ (92)

et $K = K_A$ si le renfort est uniquement constitué de A

Les constantes c, d et e dépendent des comportements en compression de chaque renfort et du taux de renfort global considéré et sont déterminées par dichotomie dans chaque cas.

Pour un empilement constitué des renforts mat et unidirectionnels étudiés, dont le comportement en compression a été précédemment déterminé et pour un taux global de renfort égal à 35 %, on obtient :

* pour la perméabilité longitudinale (c = 0.9) :



Fig. 3-22 : Comparaison entre les perméabilités longitudinales mesurées et celles calculées avec une loi empirique



* pour la perméabilité transversale (d = -63 et e = 0,1)

Fig. 3-23 : Comparaison entre les perméabilités transversales mesurées et celles calculées avec une loi empirique

Les relations proposées permettent de retrouver l'ordre de grandeur des valeurs de perméabilités mesurées. Ce type de relation permet donc en connaissant les perméabilités des renforts homogènes pour un taux global de renfort donné, d'obtenir une valeur approchée de la perméabilité de n'importe quelle composition contenant les types de renforts considérés, et ce avec une précision suffisante.

3.4. CONCLUSION SUR LES CALCULS DE PRÉVISION

On retiendra de cette dernière partie que les modèles théoriques permettant de calculer les perméabilités sont généralement limités à une plage de taux de renfort restreinte. En revanche, des formules semi-empiriques simples permettent d'obtenir, à partir d'un nombre réduit de mesures, des valeurs suffisamment précises de perméabilité sur toute la plage d'utilisation des renforts. Par ailleur, il a été montré qu'il était possible d'estimer de manière correcte une valeur globale de perméabilité longitudinale ou transversale d'un empilement de différents renforts à partir des perméabilités locales des renforts unitaires. Certaines réserves sont néanmoins à formuler pour des configurations extrèmes (présence d'un pli d'un certain renfort parmi plusieurs couches d'un autre renfort). Enfin, pour un taux de verre nominal donné, des relations faisant intervenir le rapport du nombre de plis de renfort A sur le nombre de plis de renfort B $(n_{A/B})$, ont été proposées pour calculer directement un ordre de grandeur de la perméabilité longitudinale ou transversale de n'importe quel empilement de même taux nominal global et constitué des renforts A et B. Cependant, cette valeur calculée n'est qu'une équivalence en terme de perméabilité globale de l'empilement, elle ne reflète pas les mécanismes réels d'écoulements longitudinaux et transversaux comme il a été montré expérimentalement.

CONCLUSION ET PERSPECTIVES

Les technologies d'injection sur renfort sont, depuis quelques années, en fort développement en raison des nombreux avantages qu'elles procurent (faibles investissements, grande flexibilité, hygiène, ...). L'un des objectifs industriels actuels lié à l'optimisation de ces procédés est leur modélisation. La simulation permettra en effet notamment de réduire les temps de mise au point des outillages tout en améliorant la qualité des produits. Toutefois, la modélisation des procédés d'injection sur renfort ne peut se faire sans avoir au préalable appréhendé les principaux mécanismes d'écoulement de la résine au sein du renfort, dictés par une grandeur spécifique : la *perméabilité*. D'une manière générale, ce paramètre intrinsèque au renfort relie perte de charge à débit par l'intermédiaire de la loi dite *de Darcy*.

La partie expérimentale préliminaire de cette étude a montré que si la perméabilité permet de décrire les anisotropies d'écoulement, elle ne suffit pas pour expliquer certains phénomènes constatés expérimentalement tels que les cheminements de bord, le plissement des renforts, son tassement ou l'écartement des mèches. Ces phénomènes sont pour partie liés au comportement mécanique du renfort et pour partie à l'action qu'exerce la résine sur ce dernier, analyse totalement absente de la littérature. Il a donc fallu, dans un premier temps, déterminer les limites en compression acceptables du renfort : une limite basse en decà de laquelle, le renfort n'étant plus comprimé, n'occupe plus toute l'épaisseur de l'empreinte ; une limite haute, au-delà de laquelle le moule se déforme ou ne se ferme plus. Ces limites en compression forment des bornes d'utilisation en terme de taux de renfort. Néanmoins, le respect de ces bornes s'avèrant insuffisant, il a également été nécessaire de se fixer un débit limite au-delà duquel le renfort peut se comprimer ou être chassé sous l'action de la pression de la résine. On a enfin montré la nécessité d'étudier la perméabilité non seulement selon le plan du renfort (perméabilité longitudinale) mais également selon son épaisseur (perméabilité transversale). Cela signifie en conséquence qu'une modélisation du procédé ne sera correcte que si elle est tridimensionnelle, une simulation en deux dimensions ne pouvant traiter que des renforts de type mat.

Des dispositifs expérimentaux ont alors été réalisés pour déterminer les perméabilités logitudinales et transversales en fonction de différents paramètres liés au renfort, à la résine, à l'écoulement, au moule et au système métrologique. De l'étude paramétrique des variations des perméabilité, il ressort que *la perméabilité dépend essentiellement de la structure et du taux de renfort*. Les variations de perméabilité en fonction d'un des ces paramètres peuvent couvrir plusieurs décades et, dans le cas particulier des renforts étudiés et pour un taux de fibres donné, les hiérarchies suivantes ont été mises en évidence :

$$\begin{split} \mathbf{K}_{\mathbf{X}_{\mathsf{BD}}} > & \mathbf{K}_{\mathbf{X}_{\mathsf{UDch}}} \geq \mathbf{K}_{\mathbf{X}_{\mathsf{UDtr}}} > & \mathbf{K}_{\mathbf{X}_{\mathsf{MA}}} \\ & & \mathbf{K}_{\mathsf{Z}_{\mathsf{MA}}} > & & \mathbf{K}_{\mathsf{Z}_{\mathsf{BD}}} > & & \mathbf{K}_{\mathsf{Z}_{\mathsf{UD}}} \end{split}$$

Le préformage, l'état de surface (ensimage), le type de résine sont quant à eux des paramètres qui affectent les perméabilités de manière négligeable. En revanche, dans le cas des perméabilités longitudinales, on a montré qu'il était préférable d'utiliser une empreinte suffisamment large pour diminuer l'importance relative des effets de bord. De même il est recommandé de réaliser les mesures de pression suffisamment loin du seuil d'injection qui est un élément perturbateur pour les mesures. Les déterminations de perméabilité par écoulement

biaxial ont par ailleurs mis en évidence des variations de perméabilité similaires, quoique légèrement supérieures à celles mesurées par la méthode uniaxiale. Enfin, il est apparu que les rapports des perméabilités transversales sur les perméabilités longitudinales peuvent révéler a priori les difficultés de propagation de la résine dans les épaisseurs de certains renforts.

Dans une dernière partie, on a vu enfin que les modèles théoriques permettant de calculer les valeurs de perméabilités sont, en règle générale, limités à une plage de taux de renfort restreinte. Par contre, des formules semi-empiriques assez simples permettent, à partir d'un nombre réduit de mesures, de calculer des valeurs correctes de perméabilité sur toute l'étendue possible de taux de renfort.

Pour un taux de renfort donné, les mesures de perméabilités sur les empilements mixtes ont montré qu'il est possible de trouver des combinaisons de renfort telles que sa perméabilité longitudinale soit supérieure à celles des types de renforts les constituant. Par exemple, le fait de placer du mat dans un empilement de tissu unidirectionnel procure à l'ensemble une bonne perméabilité du fait du comportement différent du mat en compression. Ce dernier, moins compressible, crée une zone de faible taux de renfort où la perméabilité locale est supérieure. À l'inverse, les perméabilités transversales des empilements mixtes sont toujours comprises entre celles des renforts homogènes les composant.

Le calcul des perméabilités des renforts mixtes à partir des valeurs expérimentales de perméabilités des renforts homogènes et de leur comportement en compression, ont montré les mêmes tendances. Il est donc possible d'estimer les perméabilités d'un empilement de différents types de renfort en connaissant pour chaque type de renfort son comportement en compression et en perméabilités en fonction de son taux volumique. Des lois de comportement de type $\log(Pr) = a.\log(V_f) + b$ et $\log(K) = c.\log(V_f) + d$ sont assez précises et seules deux mesures suffisent pour déterminer leurs paramètres. Cependant, des écarts entre valeurs calculées et valeurs mesurées peuvent apparaître pour certaines configurations extrêmes. Ainsi, la mesure de la perméabilité longitudinale d'un empilement contenant une couche de mat parmi des plis de tissu donnera une valeur proche de celle de la perméabilité longitudinale locale de la couche de mat, l'hypothèse consistant à dire qu'il n'y a pas de flux transversal de résine, est, dans ce cas, illusoire. De même, la perméabilité transversale expérimentale d'un empilement contenant un pli de tissu isolé et dont les mèches peuvent s'écarter facilement sous l'effet de la pression, peut atteindre une valeur élevée par rapport à la perméabilité calculée qui ne tient pas compte d'une déformation du renfort.

En terme de perspectives et au-delà du présent travail, d'autres voies mériteraient d'être étudiées. Par exemple, il serait intéressant de déterminer tout d'abord, les perméabilités de mèches plus ou moins comprimées, puis de mèches juxtaposées ou croisées de manière élémentaire, afin de cerner l'influence du tissage (entre-mèches, embuvage, mode de tissage,...) sur les perméabilités des renforts. Par ailleurs, il serait souhaitable de mener des études particulières pour des applications SRIM afin d'affiner les relations débit/perte de charge dans le cas où les débits sont élevés et où des turbulences ou des mouvements des renforts peuvent avoir lieu. On peut en outre penser qu'au-delà du caractère tridimensionnel d'un logiciel de simulation du procédé RTM nécessaire pour traiter n'importe quel empilement de renfort il faudrait idéalement que les perméabilités locales soient recalculées à chaque pas parallèlement à la pression, le débit ou la viscosité, en fonction de l'état de compression du local. Cette opération supplémentaire renfort. donc de son taux augmenterait vraisemblablement considérablement le temps de calcul mais elle permettrait de mettre en évidence, par exemple, l'écoulement en peau que l'on observe dans le cas d'une injection transverse à débit élevé qui provoque une compression du renfort et qui fait tendre localement la perméabilité transverse vers zéro. Enfin, pour revenir à la préoccupation industrielle, réponse devra être apportée à la question suivante : que devra faire l'utilisateur lorsque le logiciel sera en attente de la saisie des valeurs de perméabilités nécessaires pour le calcul de l'écoulement ? Actuellement, les perméabilités ne sont pas calculables à partir de la géométrie des fibres et des mèches et ne figurent pas parmi les caractéristiques listées dans les fiches techniques des renforts. L'utilisateur du logiciel en Bureau d'Etudes sera alors contraint soit de développer des appareils permettant de déterminer expérimentalement les valeurs requises, soit de faire appel à un organisme extérieur. Les fabricants de renforts pourraient également souhaiter caractériser leurs produits en terme de perméabilité. Il serait donc souhaitable de développer un dispositif simple permettant de déterminer des perméabilités longitudinales et transversales afin de connaître les paramètres **a** et b des relations $log(K) = a.log(V_f) + b$ pour chaque renfort. Ce dispositif dont la normalisation serait souhaitable, pourra par exemple utiliser l'eau ou une huile étalon comme fluide et utiliser une injection par gravité (pression constante).

BIBLIOGRAPHIE

- [1] **Trévino L., Lee L. J., Liou M. J., Rupel K.**; "Permeability and compressibility measurement of fiber mats in resin transfer molding and structural RIM"; *SPI, 9-E*; Février 1990
- [2] Carley E. P., Dockum J. F., Schell P. L ; "Preforming for liquid composite molding" ; SPI, 9-B ; Février 1990
- [3] Griffith T. E., Marsh H. N., Spitale J. V. ; "RTM tooling and molding for corrosion resistant applications" ; *SPI*, 3-A ; 1979
- [4] Kötte R., Michaeli W.; "RTM process technique and mold design"; Antec, pp. 1079-1082; 1990
- [5] Macosko C. W. ; "R.I.M."
- [6] N. N.; "RTM the present : but what about the future ?"; *Reinforced plastics, pp. 18-21*; Octobre 1991
- [7] Jeannetaud P. ; "Étude et caractérisation des zones de jonction de renforts dans les composites R.T.M." ; *Diplôme d'Études Approfondies, Mines de Douai* ; Septembre 1991
- [8] N. N. ; "Primary processing equipment for RTM" ; *Reinforced plastics, pp. 38-41* ; Juin 1991
- [9] Kötte R., Mahlke M., Michaeli W. ; "Fortsetzung aus GAK 5/90 Teil 2 Das resin tranfer molding" ; *GAK 6/90, pp. 315-318* ; 1990
- [10] N. N.; "Closed moulding : viable alternative to SMC"; Reinforced plastics pp.14-19; Juin 1991
- [11] Advani S. G., Bruschke M. V. ; "A finite element/control volume approach to mold filling in anisotropic porous media"; *Polymer Composites*, Vol. 11, n°6, pp. 398-405; Décembre 1990
- [12] N.N.; "Developments in resin transfer moulding"; *Reinforced plastics, pp. 34-37*; Juin 1991
- [13] Harper A. R.; "Automating RTM : closing the loop"; SPI, 14-B; Février 1988
- [14] N. N.; "Is RTM right for you ?"; Reinforced plastics, pp. 24-26; Juin 1991
- [15] N. N.; "A bright future for RTM ?"; Reinforced plastics, pp. 42-44; Juin 1991
- [16] Miller E.; "Resin transfer molding now a big-league process"; Plastics world, pp. 61-64; Mai 1990
- [17] Breitigam W. V., Davis D. G., Farris R. D.; "Resin transfer moulding (RTM) of high performance resins"; *Sampe 35, pp. 423-437*; avril 1990
- [18] Kagaya K., Kayano T., Owen G. E., Saitou T. ; "Novel resin system for high-speed RTM" ; SPI, 14-D ; Février 1990
- [19] N. N. ; "La technologie RTM resin transfer moulding" ; *Rapport de l'Observatoire des Matériaux Nouveaux* ; 1990
- [20] Simon H. ; "Présentation générale des procédés RTM et SRIM" ; *Rapport RNUR* ; Décembre 1989
- [21] Miller B.; "Composites are off to the races"; Plastics world, pp. 42-47; Avril 1991
- [22] Batch G. L., Cumiskey S. ; "Multilayer compaction and flow in composites processing"; SPI, 9-A; Février 1990
- [23] Berthet G., Gulino J., Harrison A.R. ; "Moulage par R.T.M. d'un hayon de pick-up avec état de surface de classe A" ; *Vetrotex technique, pp. 15-19*

- [24] **Satge T.**; "Le préformage : passeport industriel pour le RTM et le SRIM" ; *JEC* ; Avril 1991
- [25] La Barbera A., Mazzola M., Stivali F.; "R.T.M. technologie for car body panels : new outlines of development"; *Composite, n°30*; mai 1990
- [26] N. N.; "Industrial RTM : moulding and performing developments"; *Reinforced plastics, pp. 28-33*; Juin 1991
- [27] N. N.; "RTM SRIM : la deuxième génération de préformeur industriels" ; *Présentation Cannon, JEC* ; Avril 1991
- [28] N. N.; "Resin injection yesterday's problem today's solution"; *Reinforced plastics, pp.* 46-48; Juin 1991
- [29] Chibani M., Gauvin R. ; "Modelization of the clamping force and mold filling in resin transfer molding" ; *SPI*, 22-C ; Février 1988
- [30] Chibani M., Gauvin R., Lafontaine P. ; "The modeling of pressure distribution in resin transfer molding"; *Journal of reinforced plastic and composite*, Vol. 6, pp. 367-377; Octobre 1987
- [31] N. N.; "Tooling for RTM"; Reinforced plastics, pp. 20-23; Juin 1991
- [32] Reighter B. J.; "Soft tooling for RTM and LPM processes"; SPI, 5-B; Février 1990
- [33] Marcellas M.; "Le R.T.M. technologie majeure de Matra automobile"; 3^{ème} section technique : "architecture et carrosserie" SIA n° 90016, pp. 52-56; 1990
- [34] Berthet G., Blanc A. ; "Le moulage par injection de résine" ; *Document Vetrotex* ; Janvier 1994
- [35] Cabinet Solving ; "L'industrie des matériaux composites à matrice organique" ; Marériaux et Techniques, p. 57 ; mars 1991
- [36] Lee W. I., Um M. K.; "A study on the mold filling process in resin transfer molding"; *Polymer engineering and science, Vol. 31, n°11, pp. 765-771 ;* Juin 1991
- [37] N. N.; "RTM and ICI's Modar combine to cut lost"; *European plastics news*, p. 32; Décembre 1991
- [38] Chibani M., Gauvin R., Lafontaine P. ; "The modeling of pressure distribution in resin transfer molding"; SPI, 19-B; Janvier 1986
- [39] Johnson C. F. ; "Resin transfer molding" ; Engineered materials handbook, Vol. 1, A.S.M., pp. 564-568 ; 1987
- [40] **Beutin P.**; "Les matériaux composites suscitent des progrès technologiques dans l'industrie automobile"; *Matériaux et techniques, pp. 7-10*; Mai 1990
- [41] Cossolo A., Mazzoni B. ; "SRIM turnkey production systems" ; SPI, 14-C ; Février 1990
- [42] Gélin J. C., Sabhi H. ; "Constitutive equations for glass fiber networks and consequences on resin flow during processes" ; *PPS, pp. 195-196* ; Avril 1991
- [43] Harris B., Hayward J. S. ; "Effect of process variables on the quality of RTM mouldings"; *Sampe journal, Vol. 26, n°3, pp. 39-46*; Mai 1990
- [44] **Turng L. S., Wang V. W.**; "Simulation of injection mold filling and curing with reactive materials"; *Antec, pp. 1265-1267*; 1991
- [45] Scheidegger A. E.; "The physic of flow through porous media"; University of Toronto press; 1974
- [46] Hammes V., Kirberg L., Kötte R. ; "Process simulation in the RTM technique" ; *Kunststoffe German Plastics, pp. 49-51* ; 1989
- [47] Greve B. N., Soh S. K. ; "Directional permeability measurement of fiberglass reinforcements" ; pp. 101-113

- [48] Strömbeck A.; "Optimization of the resin transfer moulding process for advanced composites"; *ICCM9, V3, pp. 497-504*; Juillet 1993
- [49] Kenny J. M., Molina G., Trivisano A. ; "Mathematical modelling of resin transfer molding of composites for automotive applications" ; *ICCM9*, V3, pp. 513-520 ; Juillet 1993
- [50] Chibani M., Gauvin R. ; "The modelling of mold filling in resin transfer molding" ; Intern. Polymer Processing, pp. 42-46 ; 1986
- [51] Wissler E. H.; "Viscoelastic effects in the flow of non-newtotonian fluids through a porous medium"; *Ind. Eng. Chem. Fundam., Vol. 10, n°3, pp. 411-417*; 1971
- [52] Kardos J. L., Lam R. C. ; "The permeability and compressing of aligned and crossplied carbon fiber bed during processing of composites" ; *Antec, pp. 1408-1412* ; 1989
- [53] Castro J. M., Gonzales V. M., Macosko C. W. ; Congress of chemical engineering Montréal, pp. 519-525 ; Octobre 1981
- [54] Kardos J. L., Khomami B., Skartsis L. ; "Resin flow through fiber beds during composite manuacturing processes. Part 1 : review of newtonian flow through fiber beds"; *Polymer engineering and science, Vol. 32, n°4, pp. 221-230*; Février 1992
- [55] Gauvin R., Trochu F., Zang Z. ; "Numerical analysis of the resin transfer molding process by the finite element method" ; *Antec, pp. 1954-1957* ; 1992
- [56] Bruno A., Caneva C., Mazzola M., Russo M., Spoleti R. M., Molina G. ; "Technologie RTM : caractérisation des paramètres critiques des renforts fibreux en méthodologie d'optimisation des conditions de mise en œuvre" ; Composites, n°3, pp. 174-181 ; Mai 1992
- [57] Lee W. I., Seo J. W.; "A model of the resin impregnation in thermoplastic composites" ; *Journal of composites materials, Vol. 25, pp. 1127-1142*; Septembre 1991
- [58] Martin G. Q., Son J. S. ; "Fluid mechanics of mold filling for reinforced plastics" ; pp. 149-157
- [59] Kardos J. L., Lam R. C.; "The permeability and compressibility of aligned and crossplied carbon fiber beds during processing of composites"; *Polymer engineering and science, Vol. 31, n° 14, pp. 1064-1070*; Juillet 1991
- [60] Gauvin R., Li S.; "Numerical analysis of the resin flow in resin transfert molding"; Journal of reinforced plastics and composites, Vol. 10, pp. 314-327; Mai 1991
- [61] Lee L. J., Molnar J. A., Trevino L. ; "Mold filling in SRIM and RTM : controlling a critical processing parameter" ; *Modern plastics international*, pp. 64-69 ; Décembre 1989
- [62] Han K., Lee L. J., Liou M. J., Young W. B., Rupel K. ; "Simulation and experimental verification of mold filling in resin transfer molding and structural RIM"; SPI, 9-D; Février 1990
- [63] Bruno A., Mazzola M., Molina G. ; "Modélisation de l'écoulement et validation expérimentale du procédé RTM" ; Composites, n° 3, pp. 397-404 ; Mai 1992
- [64] Adams K. L., Miller B., Rebenfeld L. ; "Forced in-plane flow of an epoxy resin in fibrous networks" ; Polymer engineering and science, Vol. 26, n° 20, pp. 1434-1441 ; Novembre 1986
- [65] Adams K. L., Rebenfeld L. ; "In-plane flow of fluids in fabrics : structure/flow characterization"; *Textile research journal, pp. 647-654*; Décembre 1987
- [66] Advani S.G., Bruschke M.V. ; "A numerical simulation of the resin transfer mold filling process" ; *Antec*, pp. 1769-1773 ; 1989
- [67] Chan A. W., Hwang S. T. ; "Anisotropic in-plane permeability of fabric media" ; *Polymer engineerig and science, Vol. 31, n°16, pp. 1233-1239* ; Août 1991

- [68] Rudd C. D., Rice E. V., Bulmer L. J., Longbottom A. C., Owen M. J. ; "Process modelling & design for resin transfer moulding", *ICCM9*, V3, pp. 551-558 ; Juillet 1993
- [69] Lee L. J., Perry M. J., Wang T. J. ; "Analysis of permeability and void formation in resin transfer molding" ; *Antec, pp.* 756-460 ; 1992
- [70] Bauer S., Boucher D., Gutowski T. G. ; "Consolidation experiments for laminate composites" ; *Journal of composite materials, Vol. 21, pp. 650-669* ; Juillet 1987
- [71] Bates P. J., Charrier J. M., Ripert H. ; "Transverse permeability of fiber rovings to fluids"; *Antec, pp. 1709-1711*; 1992
- [72] Barron D. L., Barron J. H., Morse C. T., Walsh T. J., Ochoa O. O. ; "Composite auto bumper : design and process evaluation" ; *ICCM9*, V6, pp. 252-259 ; Juillet 1993
- [73] Cai Z.; "Estimation of the permeability of fibrous preforms for resin transfer moulding processes"; *Composites manufacturing, Vol. 3, n°4, pp. 251-257*; 1992
- [74] Gauvin R., Kerachni A. ; "Influence des variations de densité surfacique des mats utilisés pour le moulage par transfer de résine ; *JEC* ; Août 1992
- [75] Berdichevsky A. L., Cai Z. ; "Estimation of the permeability of aligned fibers in composite processing"; *Antec, pp. 1705-1708* ; 1992
- [76] Advani S. G., Bruschke M. V. ; "On modelling the permeability for creeping flow across fiber beds" ; *PPS, pp. 184-185* ; Avril 1991
- [77] Chibani M., Gauvin R. ; "Analysis of composites molding with woven and non woven reinforcements" ; *SPI*, *9-F* ; Février 1990
- [78] Hoareau C. ; "Étude du remplissage de moule et détermination théorique de la perméabilité des tissus" ; *Thèse de Doctorat École Nationale des Mines de Paris* ; 1994
- [79] **Davé R.**; "A unified approach to modeling resin flow during composite processing"; Journal of Composite Materials, Vol. 24, pp. 22-41; Janvier 1990
- [80] Chun J. H., Nowak T.; "Three-dimensional measurement of preform impregnation in composites manufacturing"; *Composites manufacturing, Vol. 3, n°4, pp. 259-271*; 1992
- [81] Drzal L. T., Larson B. K. ; "Parameters affecting wetting and spreading in a liquid composite molding environment"; *Antec, pp.* 752-755 ; 1992

TABLE DES FIGURES

- Fig. 1-1 : Comparaisons entre SRIM et RTM d'après DOW CHEMICAL
- Fig. 1-2 : Hiérarchie entre les procédés d'injection sur renfort
- Fig. 1-3 : Déroulement d'un cycle RTM
- Fig. 1-4 : Caractéristiques de différentes résines pour RTM à 25°C
- Fig. 1-5 : Évolution du marché européen des résines utilisées en RTM
- Fig. 1-6 : Comparaison des caractéristiques mécaniques de pièces RTM réalisées avec différents renforts Positions par rapport à l'aluminium et à l'acier
- Fig. 1-7 : Thermopréformeur
- Fig. 1-8 : Influence de la conception du seuil d'injection sur la qualité de l'écoulement
- Fig. 1-9 : Moule à attaches périphériques
- Fig. 1-10 : Etanchéités réalisées par écrasement d'un joint
- Fig. 1-11 : Exemple type de machine RTM
- Fig. 1-12 : Exemple type de système SRIM
- Fig. 1-13 : Zones de mise en œuvre acceptables pour différents procédés de fabrication
- Fig. 1-14 : Tonnages des différents modes d'élaboration de composites en France en 1989
- Fig. 1-15 : Répartition de la production RTM selon les différents pays
- Fig. 1-16 : Répartition de la production RTM en France en 1989 par secteur d'activité
- Fig. 1-17 : Pénétration des plastiques dans l'automobile
- Fig. 1-18 : Falençage
- Fig. 1-19 : Dispositif utilisé par Darcy
- Fig. 1-20 : Convention d'appellation des perméabilités
- Fig. 1-21 : Dispositif utilisé par Martin et Son
- Fig. 1-22 : Dispositif longitudinal utilisé par Lam et Kardos
- Fig. 1-23 : Dispositif utilisé par Mazzola et al.
- Fig. 1-24 : Schéma du dispositif utilisé par Kenny et al.
- Fig. 1-25 : Dispositif utilisé par Gauvin et al.
- Fig. 1-26 : Phénomènes perturbateurs lors d'une injection en plan de joint
- Fig. 1-27 : Dispositif utilisé par Um et Lee
- Fig. 1-28 : Dispositif utilisé par Chan et Hwang
- Fig. 1-29 : Dispositif utilisé par Greve et Soh
- Fig. 1-30 : Dispositif transversal utilisé par Lam et Kardos
- Fig. 1-31 : Dispositif utilisé par Gutowski et al.
- Fig. 1-32 : Dispositif utilisé par Ruppel et al.
- Fig. 1-33 : Dispositif utilisé par Bates et al.
- Fig. 1-34 : Comparaison entre la théorie de Kozeny et les résultats théoriques et expérimentaux de Gauvin et Chibani
- Fig. 1-35 : Disposition schématique du renfort utilisée pour l'approximation de la lubrification hydrodynamique (mèche ou fibre cylindrique)
- Fig. 1-36 : Disposition schématique du renfort utilisée pour l'approximation de la lubrification hydrodynamique (mèche lenticulaire)
- Fig. 1-37 : Disposition schématique du renfort utilisé pour le modèle cellulaire de fibre unitaire

- Fig. 2-1 : "Moule RENAULT"
- Fig. 2-2 : "Moule PEUGEOT"
- Fig. 2-3 : Profil du front pour une injection en plan de joint sur un mat
- Fig. 2-4 : Recto et verso d'une demi-plaque injectée transversalement et contenant 35 % en volume d'unidirectionnel
- Fig. 2-5 : Évolution de la position du front de matière en fonction du temps pour 20 % en volume de mat
- Fig. 2-6 : Evolution de la position du front de matière en fonction du temps pour 35 % en volume d'unidirectionnel
- Fig. 2-7 : Injection transverse centrale dans un mat
- Fig. 2-8 : Injection transverse centrale dans un biditrectionnel
- Fig. 2-9 : Recto et verso d'une plaque injectée transversalement au centre contenant un empilement d'unidirectionnels faiblement comprimé (4 plis pour 3 mm)
- Fig. 2-10 : Recto et verso d'une plaque injectée transversalement au centre contenant un empilement d'unidirectionnels comprimé (8 plis pour 3 mm)
- Fig. 2-11 : Écartement des mèches au droit du point d'injection pour un empilement de tissu unidirectionnel
- Fig. 2-12 : Dispositif utilisé pour les essais de compression
- Fig. 2-13 : Dispositif utilisé pour les essais de compression de renforts en présence de fluide
- Fig. 2-14 : Courbe type d'un essai de compression
- Fig. 2-15 : Relation linéaire entre nombre de couches et entrefer à une pression de compression donnée dans le cas de renforts de même type
- Fig. 2-16 : Combinaison linéaire dans le cas d'un mélange de type de renfort
- Fig. 2-17 : Détermination d'une courbe de compression à partir de courbes maîtresses
- Fig. 2-18 : Différence de comportement en compression entre un mat sec et un mat imprégné de fluide
- Fig. 2-19 : Différence de comportement en compression entre un tissu sec et un tissu imprégné de fluide
- Fig. 2-20 : Évolution de la pression de compression en fonction du temps
- Fig. 2-21 : Influence de l'ajout de fluide sur la relaxation des renforts
- Fig. 2-22 : Modèle de Gutowski et al. pour la compression des renforts
- Fig. 2-23 : Modèle de Gutowski et al. appliqué à un empilement de mats
- Fig. 2-24 : Modèle de Gutowski et al. appliqué à un empilement de bidirectionnels
- Fig. 2-25 : Modèle de Gauvin et Chibani pour la compression de renforts
- Fig. 2-26 : Paramètres du modèle de Gauvin et Chibani pour différentes structures
- Fig. 2-27 : Modèle de Gauvin et Chibani appliqué à un empilement de mats (5MA)
- Fig. 2-28 : Modèle de Gauvin et Chibani appliqués à un empilement de bidirectionnels (3BD)
- Fig. 2-29 : Caractéristiques en compaction des mats et des tissus unidirectionnels selon Batch et Cumiskey
- Fig. 2-30 : Comportements en compression types de mats et de tissus unidirectionnels selon Batch et Cumiskey
- Fig. 2-31 : Logarithme de la pression de compression en fonction du taux volumique de fibre pour un mat, tissu unidirectionnel et tissu bidirectionnel, selon Trévino et al.
- Fig. 2-32 : Modèle de Trévino et al. appliqué à un empilement de mats (5MA)
- Fig. 2-33 : Modèle de Trévino et al. appliqué à un empilement de bidirectionnels (3BD)
- Fig. 2-34 : Paramètres du modèle de Trévino et al. appliqué à différents renforts
- Fig. 2-35 : Évolution du taux volumique de fibre en fonction de la pression de compression pour un mat U-816, selon Mazzola et al.

- Fig. 2-36 : Évolution du taux volumique de fibres en fonction de la pression de compression pour différents empilements de mat
- Fig. 2-37 : Évolution du taux volumique de fibres en fonction de la pression de compression pour différents empilements de tissu bidirectionnel
- Fig. 2-38 : Valeurs de compression à un entrefer de 4 mm pour les empilement envisagés
- Fig. 2-39 : Moule plaque 450x450x4 à injection centrale transverse
- Fig. 2-40 : Système d'injection utilisé avec le moule plaque 450x450x4
- Fig. 2-41 : Écoulement dans un mat (moule horizontal)
- Fig. 2-42 : Écoulement dans un mat (moule vertical)
- Fig. 2-43 : Tissu unidirectionnel
- Fig. 2-44 : Tissu bidirectionnel
- Fig. 2-45 : Écoulement dans un tissu bidirectionnel
- Fig. 2-46 : Écoulement dans un renfort mixte
- Fig. 2-47 : Schéma de propagation du fluide dans l'épaisseur d'un renfort mixte UD/MA/UD
- Fig. 2-48 : Disposition des plis permettant la mise en évidence d'un écoulement transversal du fluide
- Fig. 2-49 : Écoulement dans un tissu bidirectionnel disposé "en escalier"
- Fig. 2-50 : Moule plaque 250x250x5 à injection centrale transverse
- Fig. 2-51 : Système d'injection utilisé avec le moule plaque 250x250x5
- Fig. 2-52 : Allures du front au cour de l'injection à faible débit
- Fig. 2-53 : Allures du front au cour de l'injection à débit élevé
- Fig. 2-54 : Longueurs des axes des ellipses formées par le front de matière selon la position des plis dans un empilement d'unidirectionnels
- Fig. 2-55 : Détermination graphique de la perméabilité
- Fig. 2-56 : Moule utilisé pour la détermination des perméabilités longitudinales par écoulement uniaxial
- Fig. 2-57 : Système d'injection et de mesure de perméabilité longitudinale
- Fig. 2-58 : Technique permettant de limiter les effets cheminement sur les bords
- Fig. 2-59 : Technique permettant d'éviter le glissement du renfort
- Fig. 2-60 : Modification de la largeur du moule
- Fig. 2-61: Schéma illustrant les conventions de désignation des mesures de perméabilité
- Fig. 2-62 : Exemple de courbe expérimentale $Q = f\left(\frac{A}{\eta} \cdot \frac{\Delta P}{\Delta L}\right)$
- Fig. 2-63 : Écarts par rapport à la moyenne des mesures 10-25, 35-75 et 10-100
- Fig. 2-64 : Valeurs expérimentales de perméabilités longitudinales en fonction du taux de renfort pour différents types de renfort
- Fig. 2-65 : Influence de la porosité sur la perméabilité longitudinale de mats. Comparaisons avec les résultats de Gauvin et al.
- Fig. 2-66 : Perméabilités longitudinales de différents renforts à 35 % en volume
- Fig. 2-67 : Effet de l'orientation des fibres sur l'écoulement
- Fig. 2-68 : Effet du diamètre relatif des mèches de trame par rapport aux mèches de chaine
- Fig. 2-69 : Effet de l'embuvage sur l'écoulement
- Fig. 2-70 : Effet de l'entraxe des mèches sur l'écoulement
- Fig. 2-71 : Influence du préformage sur les valeurs de perméabilités longitudinales
- Fig. 2-72 : Influence du mode de préformage sur les valeurs de perméabilités longitudinales
- Fig. 2-73 : Influence de l'état de surface des fibres sur les valeurs relatives de perméabilités longitudinales
- Fig. 2-74 : Influence des effets d'entrée sur les valeurs de perméabilités longitudinales

- Fig. 2-75 : Influence de l'effet de gradient de pression sur les valeurs de perméabilités longitudinales
- Fig. 2-76 : Influence de la largeur du moule sur les valeurs de perméabilités longitudinales
- Fig. 2-77 : Influence de la résine sur les valeurs de perméabilités longitudinales
- Fig. 2-78 : Valeurs des perméabilités longitudinales en fonction des débits d'injection pour différents types de renforts
- Fig. 2-79 : Écoulement dans un mat à très faible débit
- Fig. 2-80 : Schéma du front à faible débit
- Fig. 2-81 : Influence du taux de renfort sur les perméabilités longitudinales de différents types de renforts

Fig. 2-82 : Allure des courbes $P(t) = f\left(ln\left(\frac{S_0}{S(t)}\right)\right)$

- Fig. 2-83 : Influence du nombre de plis sur les perméabilités longitudinales de différents types de renforts
- Fig. 2-84 : Allures du front de matière dans l'épaisseur du moule

Fig. 2-85 : Allure des courbes P(t) =
$$f\left(ln\left(\frac{S_0}{S(t)}\right)\right)$$
 avec S(t) = S et S(t) = S'

- Fig. 2-86 : Dispositif réalisé pour la détermination des perméabilités transversales
- Fig. 2-87 : Système d'injection utilisé pour la détermination des perméabilités transversales
- Fig. 2-88 : Influence du taux de renfort sur les valeurs de perméabilités transversales
- Fig. 2-89 : Comparaison des valeurs expérimentales de perméabilités transversales avec celles de Trévino et al.
- Fig. 2-90 : Perméabilités transversales de différents renforts à 35 % en volume
- Fig. 2-91 : Influence sur l'écoulement du diamètre relatif des mèches de chaine et des mèches de trame
- Fig. 2-92 : Rapports des perméabilités longitudinales sur les perméabilités transversales
- Fig. 2-93 : Influence du préformage sur les perméabilités transversales
- Fig. 2-94 : Influence de l'état de surface des fibres sur les valeurs de perméabilités transversales
- Fig. 2-95 : Influence de la résine sur les valeurs de perméabilités transversales
- Fig. 3-1 : Comparaison des modèles en longitudinal
- Fig. 3-2 : Comparaison des perméabilités longitudinales expérimentales avec celles calculées avec le modèle capillaire pour un mat et un tissu
- Fig. 3-3 : Comparaison des perméabilités longitudinales expérimentales avec celles calculées avec l'équation de Blake-Kozeny-Carman pour un mat et un tissu
- Fig. 3-4 : Comparaison des perméabilités longitudinales expérimentales avec celles calculées avec la théorie de la lubrification pour un mat et un tissu
- Fig. 3-5 : Comparaison des perméabilités longitudinales expérimentales avec celles calculées avec le modèle cellulaire pour un mat et un tissu
- Fig. 3-6 : Comparaison des perméabilités longitudinales expérimentales avec celles calculées avec une formule empirique pour un mat et un tissu
- Fig. 3-7 : Comparaison des modèles en transversal
- Fig. 3-8 : Comparaison des perméabilités transversales expérimentales avec celles calculées avec le modèle capillaire pour un mat et un tissu
- Fig. 3-9 : Comparaison des perméabilités transversales expérimentales avec celles calculées avec l'équation de Blake-Kozeny-Carman pour un mat et un tissu

- Fig. 3-10 : Comparaison des perméabilités transversales expérimentales avec celles calculées avec la théorie de la lubrification pour un mat et un tissu
- Fig. 3-11 : Comparaison des perméabilités transversales expérimentales avec celles calculées avec le modèle cellulaire pour un mat et un tissu
- Fig. 3-12 : Comparaison des perméabilités transversales expérimentales avec celles calculées avec une formule empirique pour un mat et un tissu
- Fig. 3-13 : Comparaison des paramètres **a** et **b** de la formule log(K) = a.log(Vf) + b calculés à partir de mesures expérimentales de perméabilités longitudinales et de celles d'autres auteurs
- Fig. 3-14 : Comparaison des paramètres **a** et **b** de la formule log(K) = **a**.log(Vf) + **b** calculés à partir de mesures expérimentales de perméabilités transversales et de celles d'autres auteurs
- Fig. 3-15 : Comportement en compression du mat et de l'unidirectionnel
- Fig. 3-16 : Perméabilités longitudinales calculées (locales pour le mat et le tissu, globale pour le mixte associé
- Fig. 3-17 : Perméabilités transversales calculées (locales pour le mat et le tissu, globale pour le mixte associé
- Fig. 3-18 : Comparaison entre les mesures et les calculs des perméabilités longitudinale des renforts mixtes (mesures 1)
- Fig. 3-19 : Comparaison entre les mesures et les calculs des perméabilités longitudinale des renforts mixtes (mesures 1 et 2)
- Fig. 3-20 : Comparaison entre les mesures et les calculs des perméabilités transversale des renforts mixtes (mesures 1)
- Fig. 3-21 : Comparaison entre les mesures et les calculs des perméabilités transversale des renforts mixtes (mesures 1 et 2)
- Fig. 3-22 : Comparaison entre les perméabilités longitudinales mesurées et celles calculées avec une loi empirique
- Fig. 3-23 : Comparaison entre les perméabilités transversales mesurées et celles calculées avec une loi empirique

GLOSSAIRE

- a : diamètre du grand axe de l'ellipse formée par le front de matière
- **a** : constante
- **a**_I : constante associée au renfort |
- A : section d'écoulement (m^2) ou (cm^2)
- A_I : section d'écoulement associée au renfort l
- b : diamètre du petit axe de l'ellipse formée par le front de matière
- \mathbf{b} : constante
- c : constante
- D_c : diamètre des capillaires
- D : diamètre des fibres ou des particules constituant le milieu poreux
- d : constante
- e : épaisseur de l'empilement
- e_l : épaisseur du renfort l
- e_0 : épaisseur de l'empilement pour Pr = 0
- E(t) : excentricité à l'instant t
- $f(\phi)$: facteur de porosité
- g : accélération de la pesanteur
- h : hauteur du lit filtrant
- h_i : hauteur manométrique i
- $h(t_i)$: différence de hauteur de fluide dans le manomètre à l'instant t_i
- h(x) : hauteur du canal d'écoulement à l'abscisse x
- H : constante de ressort Hookien
- K : perméabilité (m²) ou (Darcy)
- K : matrice de perméabilité
- $\overline{K_i}$: perméabilité intrinsèque
- K_r : perméabilité relative
- K_x , K_y ou K_z : perméabilité selon la direction principale x, y ou z
- K_I : perméabilité du renfort l
- K_{ii} : composante du tenseur de perméabilité
- $K_e^{\tilde{e}}$: perméabilité équivalente
- k : constante de Kozeny
- \mathbf{k} : constante
- k_i : constante de Kozeny selon la direction i
- k' : constante de perméabilité
- L : longueur de l'échantillon (cm)
- M : paramètre de la loi puissance (consistance)
- M_f : taux de renfort en masse
- m ou m_i : pente
- n : paramètre de la loi puissance (indice de pseudo-plasticité)
- n : nombre de plis de renfort
- n_{I} : nombre de plis de renfort I

n_{A/B} : le rapport du nombre de pli de renfort A sur le nombre de pli de renfort B et dont la valeur permet d'atteindre, pour une épaisseur donnée, le taux de renfort nominal considéré

P: pression

- P_i: pression d'injection
- P₀ : pression au front de matière
- p_i : pression en i
- P(t) : pression au temps t
- P(x,t): pression à l'abscisse x au temps t
- Pr : pression de compression du renfort
- Pr_I : pression de compression du renfort I
- Pr_{min} : pression de compression minimum
- Pr_{max} : pression de compression maximum
- Q : débit volumique $(m^3.s^{-1})$ ou $(cm^3.s^{-1})$
- R : résistance au compactage
- R : rayon du front de matière
- r : rayon des fibres
- R_0 : rayon du seuil
- R_i : rayon du front de matière dans la direction i
- $R_{x_0,e}$: rayon du seuil après conversion
- r : rayon hydraulique
- Re : nombre de Reynolds
- S : surface spécifique des particules constituant le milieu poreux
- ${\rm S}_0$: surface définie par le front quand il atteint le capteur
- S(t) : surface définie par le front à l'instant t
- s : surface spécifique du milieu
- t : temps
- T²: tortuosité
- u : composante de la vitesse du fluide selon x
- v : composante de la vitesse du fluide selon y
- \underline{v} : champ des vitesses du fluide
- V : vitesse superficielle du fluide
- V_f : taux volumique de verre
- $V_{f_{max}}$: taux volumique de verre maximum
- $V_{f_{min}}$: taux volumique de verre minimum
- V_0 : taux volumique de verre pour lequel Pr = 0
- (x,y,z) : coordonnées dans le repère lié au laboratoire
- (x',y') : coordonnées dans le repère lié aux perméabilités principales
- (x_e,y_e) : coordonnées équivalentes
- x : direction longitudinale chaine
- x_f : position du front de matière au temps t
- $x_{f}(t)$: abscisse du front au temps t
- y : direction longitudinale trame
- α : rapport des perméabilités de deux directions du renfort
- ΔL : longueur d'écoulement (m) ou (cm)
- ΔP : perte de charge (Pa) ou (atm)

 ϵ : largeur de renfort colmaté

φ: porosité

 $\Phi_i(t)$: diamètre de l'ellipse formée par le front de matière dans la direction i à l'instant t

 $\dot{\gamma}$: gradient de cisaillement (s⁻¹)

 γ_{LV} : tension de surface interfaciale liquide/vapeur

 η : viscosité (Pa.s) ou (cP)

 θ : angle entre le repère lié aux perméabilités principales et le repère du laboratoire

 π : nombre pi

- ρ_r : densité du fluide
- ρ : densité du verre

 ξ_{fi} : équivalent elliptique dans la direction i

 ξ_0 : équivalent elliptique du rayon du seuil

 ζ : masse surfacique du renfort (g.m⁻²)

