



HAL
open science

Mesure et calcul des contraintes résiduelles dans les pièces injectées en thermoplastiques avec et sans fibres de renfort

Thomas Giroud

► **To cite this version:**

Thomas Giroud. Mesure et calcul des contraintes résiduelles dans les pièces injectées en thermoplastiques avec et sans fibres de renfort. Mécanique [physics.med-ph]. École Nationale Supérieure des Mines de Paris, 2001. Français. NNT : . tel-00392610

HAL Id: tel-00392610

<https://pastel.hal.science/tel-00392610>

Submitted on 8 Jun 2009

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

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

Table des matières

Introduction	1	
CHAPITRE 1 ETAT DE L'ART SUR LES CONTRAINTES RESIDUELLES DANS LES PIECES INJECTEES	5	
1.1	LE CYCLE D'INJECTION	5
1.2	DEFORMATIONS ET CONTRAINTES RESIDUELLES	6
1.2.1	<i>Introduction</i>	6
1.2.2	<i>Les principaux phénomènes physiques</i>	6
1.2.2.1	Le retrait thermique	6
1.2.2.1.1	Cas d'une trempe libre.....	6
1.2.2.1.2	Cas d'une pièce refroidissant dans un moule sans pression.....	8
1.2.2.2	Les contraintes figées	9
1.2.2.3	Combinaison du retrait thermique et de la pression figée	11
1.2.3	<i>Autres phénomènes physiques</i>	13
1.2.3.1	Caractéristiques du matériau.....	13
	Le comportement viscoélastique	13
	La transition liquide – solide	18
	La cristallisation	18
	Hétérogénéité et anisotropie structurelle	18
1.2.3.2	Interface pièce-moule	19
	Contact mécanique pièce-moule.....	19
	Contact thermique	20
1.2.3.3	La déformation du moule.....	20
1.2.3.4	Les effets 3D.....	21
1.2.3.5	Cas du refroidissement dissymétrique	21
1.2.3.5.1	Refroidissement dissymétrique libre.....	22
1.2.3.5.2	Refroidissement dissymétrique d'une pièce dans le moule.....	22
1.3	DETERMINATION EXPERIMENTALE DES CONTRAINTES RESIDUELLES	23
1.3.1.1	Les méthodes de détermination des contraintes résiduelles.....	23
1.3.1.1.1	La méthode du trou	23
1.3.1.1.2	La méthode de relaxation	23
1.3.1.1.3	La photoélasticimétrie.....	23
1.3.1.1.4	La diffraction des rayons X.....	24
1.3.1.1.5	La technique d'enlèvement de couches.....	24
	La détermination des contraintes dans le cas d'un matériau hétérogène dans l'épaisseur	24
	Les perturbations engendrées lors de l'enlèvement des couches.....	25
1.3.1.2	Les contraintes résiduelles mesurées dans les pièces injectées	26
1.4	CALCUL DES DEFORMATIONS ET CONTRAINTES RESIDUELLES.....	27
1.4.1	<i>Approches théoriques 2D</i>	27
	Les principales hypothèses	29
	Les principales conditions aux limites.....	31
1.4.2	<i>Approche semi-empirique Moldflow</i>	32
1.4.2.1	Motivations.....	32
1.4.2.2	L'approche semi-analytique Moldflow.....	32
1.4.3	<i>Les approches 3D</i>	33
1.5	CONCLUSION DU CHAPITRE 1.....	34

CHAPITRE 2 DETERMINATION EXPERIMENTALE DES DEFORMATIONS ET CONTRAINTES RESIDUELLES

35

2.1	INTRODUCTION	35
2.2	LES MOULES ET LES MATIERES UTILISES	35
2.2.1.1	Matières	35
	Le Polypropylène (PP)	35
	L'acrylonitrile butadiène-styrène (ABS)	36
	Le polyarylamide (PAA)	36
2.2.1.2	Moules et conditions d'injection	36
2.2.1.2.1	Le moule plaque	36
	Le moule et son instrumentation	36
	Conditions d'injection	37
	Position des échantillons pour l'analyse des contraintes	38
2.2.1.2.2	Le moule coins	38
	Géométrie du moule	38
	Conditions d'injection	39
2.3	MESURE DES DEFORMEES RESIDUELLES	39
2.4	MESURE DES CONTRAINTES RESIDUELLES	39
2.4.1	<i>L'approche de Treuting et Read</i>	39
2.4.1.1	Principe	39
2.4.1.2	Hypothèses associées à la relation de Treuting & Read	41
2.4.2	<i>L'approche des moments de flexion</i>	41
2.4.2.1	Principe et équations	42
	Relation contrainte-moment	42
	Relation moment – force	43
2.4.2.2	Dispositif expérimental	44
2.4.2.3	Analyse et méthodologie	45
	Organigramme	45
	Traitement des données	46
2.4.2.4	Détermination des propriétés mécaniques par analyse inverse	47
	Mise en équation du problème	47
	Résolution	48
2.4.3	<i>Validation de l'approche des moments de flexion</i>	48
2.4.3.1	Etude de l'ABS	49
2.4.3.2	Etude du PP	49
	Résultats de profils de contraintes résiduelles	49
	Détermination du module dans l'épaisseur par analyse inverse pour le PP	50
2.4.4	<i>Discussion sur la technique d'enlèvement de couche</i>	50
2.4.4.1	Introduction	50
2.4.4.2	Mesure expérimentale de l'échauffement pendant l'usinage	51
2.4.4.2.1	Influence de la profondeur de passe	52
2.4.4.2.2	Détermination de la zone de perturbation	52
2.4.4.2.3	Conclusions	53
2.4.4.3	Influence de l'usinage sur les profils de contraintes résiduelles	54
2.4.4.3.1	Influence de la vitesse d'avance	54
	Cas du PP	54
	Cas du PAA 50	54
2.4.4.3.2	Influence du diamètre de la fraise	55
2.4.4.3.3	Influence de la profondeur de passe	55
	Analyse du PP	55
	Analyse du PAA 50	56
2.4.4.3.4	Influence de la vitesse de rotation	57
2.4.4.3.5	Comparatif avec d'autres techniques d'enlèvement de couche	57
	L'ablation laser	57
	Le polissage	57
2.4.4.4	Conclusions	57
2.5	RESULTATS ET DISCUSSION	58
2.5.1	<i>Protocole de mesure des contraintes résiduelles</i>	58

CHAPITRE 3 CALCUL DES CONTRAINTES RESIDUELLES ET CONFRONTATION AUX MESURES

	67
3.1	SIMULATION DES CONTRAINTES RESIDUELLES PAR LE LOGICIEL MOLDFLOW 67
3.1.1	<i>Simulation du remplissage – compactage</i> 67
3.1.1.1	Écoulement 67
3.1.1.1.1	Énoncé du problème 67
3.1.1.1.2	L'écoulement dans la cavité 68
3.1.1.1.3	La transition de phase liquide – solide 69
3.1.1.2	Equation d'état 69
3.1.2	<i>Description des propriétés mécaniques et thermiques</i> 71
3.1.2.1	Cas d'un matériau anisotrope 71
3.1.2.1.1	Première étape: description des propriétés du composite unidirectionnel 71
3.1.2.1.2	Deuxième étape: procédure de pondération à l'aide de l'orientation calculée 73
3.1.2.2	Cas d'un matériau isotrope 73
3.1.3	<i>Loi de comportement thermo – viscoélastique anisotrope</i> 74
3.1.3.1	Modèle thermo – viscoélastique anisotrope 74
3.1.3.2	Hypothèses et conditions aux limites 76
3.1.4	<i>Formulation numérique</i> 77
3.1.4.1	Phases de remplissage et de compactage 77
3.1.4.2	Calcul des contraintes résiduelles 78
3.1.5	<i>Procédure de calcul</i> 80
3.1.6	<i>Calcul des déformations résiduelles</i> 80
3.2	DEROULEMENT DU CALCUL 81
3.2.1	<i>Protocole de simulation</i> 81
3.2.1.1	Les pièces étudiées 81
3.2.1.2	Les paramètres d'injection 83
3.2.1.3	Le profil de pression de compactage 83
3.2.2	<i>Caractéristiques utilisées pour la simulation de l'injection du PP</i> 83
3.2.2.1	Les caractéristiques mécaniques 83
3.2.2.2	Les caractéristiques thermiques 83
3.2.2.3	Les données <i>pVT</i> 83
3.2.2.4	Les données rhéologiques 84
Dépendance de la viscosité avec le taux de cisaillement et la température 84	
Données viscoélastiques linéaires 84	
3.3	MESURE DU COMPORTEMENT VISCOELASTIQUE 84
3.3.1	<i>Détermination expérimentale de la rhéologie du polymère</i> 84
Mesure expérimentale 84	
Présentation du logiciel Rheometrics® RHIOS 85	
Présentation du logiciel Rheometrics® RHECALC 85	
La préparation des échantillons de PP 86	
Etude de la reproductibilité 86	
3.3.2	<i>Résultats et discussion</i> 87
3.3.2.1	Détermination du domaine linéaire 87
3.3.2.2	Balayage en température 87
3.3.2.3	Balayages en fréquence- température 87
Vérification du comportement thermo-rhéologiquement simple 87	
Construction de la courbe maîtresse 88	
3.3.2.4	Résultats de reproductibilité 88
Reproductibilité de la mesure 89	
Reproductibilité du mode opératoire 89	
3.3.2.5	L'influence de la vitesse de refroidissement 89
3.3.2.6	Comparaison avec le comportement d'échantillons issus de pièces injectées 90
3.3.2.7	Détermination du spectre de relaxation discret 91
3.3.2.8	Influence de la modélisation du comportement viscoélastique sur les contraintes et déformations résiduelles 92
Couples de Maxwell utilisés 92	
Influence sur le calcul de contraintes et déformations 93	
3.3.2.9	Conclusions 96
3.4	RESULTATS ET DISCUSSION 96

CHAPITRE 4 DETERMINATION DES CONTRAINTES RESIDUELLES DANS LE CAS D'UN MATERIAU CHARGE DE FIBRES 111

4.1	MESURE EXPERIMENTALE DE L'ORIENTATION DES FIBRES DANS LA PIECE	111
4.1.1	<i>Introduction</i>	111
4.1.1.1	Représentation de l'orientation des fibres.....	111
4.1.1.1.1	La fonction de distribution d'orientation de fibres.....	111
4.1.1.1.2	Les tenseurs d'orientation.....	112
4.1.1.1.3	Notations.....	113
4.1.1.2	Etat des connaissances sur l'orientation des fibres en injection.....	114
4.1.1.2.1	Les phénomènes d'orientation de fibres dans un écoulement.....	114
	Le cisaillement simple.....	115
	L'écoulement élongationnel.....	115
4.1.1.2.2	La structure cœur – peau.....	115
4.1.1.2.3	Principaux paramètres ayant de l'influence sur l'orientation des fibres.....	116
4.1.1.2.4	Autres influences.....	117
4.1.2	<i>Mesure de l'orientation des fibres dans des pièces injectées</i>	118
4.1.2.1	Principe.....	118
4.1.2.2	Méthodes d'analyse des paramètres de l'ellipse d'intersection.....	120
4.1.2.2.1	Technique des seconds moments (TSM).....	120
4.1.2.2.2	Technique des moindres carrés (TMC).....	121
4.1.2.3	Methodologie expérimentale.....	122
4.1.2.3.1	Préparation des échantillons.....	122
4.1.2.3.2	Montage expérimental.....	123
4.1.2.3.3	Protocole de mesure.....	123
4.1.3	<i>Estimation des erreurs dues à l'analyse 2D</i>	124
4.1.3.1	Présentation de l'analyse 3D.....	124
4.1.3.2	Methodologie.....	125
4.1.3.3	Résultats.....	125
4.1.4	<i>Correction des erreurs</i>	127
4.1.4.1	Erreur de mesure.....	128
4.1.4.2	Erreur systématique.....	129
4.1.4.3	Conclusion.....	132
4.1.5	<i>Résultats</i>	132
4.1.5.1	Methodologie.....	132
4.1.5.1.1	Le moule et son alimentation.....	132
4.1.5.1.2	Matières.....	133
4.1.5.1.3	Conditions d'injection.....	133
4.1.5.1.4	Zones d'analyse.....	134
4.1.5.2	Etude du cas standard.....	135
4.1.5.2.1	Cas standard pour le PAA 50.....	135
4.1.5.2.2	Cas standard pour le PAA 30.....	136
4.1.5.3	Influence des paramètres d'injection.....	137
4.1.5.3.1	Effet de la pression de maintien.....	137
4.1.5.3.2	Effet de la vitesse d'injection.....	137
4.1.5.3.3	Effet de la température de moule.....	138
4.1.5.4	Influence de la position dans la plaque.....	138
4.1.5.4.1	Dans la direction de l'écoulement.....	138
4.1.5.4.2	Dans la direction perpendiculaire à l'écoulement.....	139
4.1.5.5	Influence de l'épaisseur de la plaque.....	140
4.1.5.6	Influence du taux de fibres.....	141
4.1.5.7	Etude de l'orientation dans le seuil d'injection.....	142
4.1.5.8	Mesures de densité de fibres.....	142
4.1.6	<i>Synthèse</i>	143
4.2	MODELISATION DE L'ORIENTATION DES FIBRES	144
4.2.1	<i>Introduction</i>	144
4.2.2	<i>Modélisation de l'orientation des fibres</i>	144
4.2.2.1	Fibre unique : modèle de Jeffery.....	144
4.2.2.2	Ensemble de fibres : modèle de Folgar-Tucker.....	145

Conclusion.....175
Annexe A.....181
Annexe B.....187
Références.....193

Introduction

L'injection est un procédé complexe

Le procédé d'injection pose un certain nombre de questions récurrentes. Faut-il injecter lentement pour éviter le cisaillement et l'échauffement ou vite pour minimiser la gaine solide et optimiser le maintien ? Faut-il imposer une pression élevée pour minimiser les retraits et améliorer le dimensionnel ou un maintien faible pour réduire les tensions résiduelles et minimiser la force de fermeture du moule ? Faut-il une température de moule élevée pour faciliter l'écoulement et relaxer les contraintes ou faible pour minimiser le temps de cycle ? Faut-il un seuil épais pour un remplissage aisé et un meilleur contrôle du maintien ou mince pour rapidement sceller la pièce et diminuer les contraintes résiduelles ? Faut-il utiliser des polymères chargés pour réduire les déformations ? Oui, car une plus grande rigidité diminuera les déformations. Non, car l'orthotropie des retraits augmentera la déformée.

On voit que bon nombre de questions sont liées aux contraintes et déformations résiduelles. De celles-ci dépendent bien sûr la forme de la pièce, mais aussi d'autres propriétés, mécaniques, optiques... La thèse a pour but de préciser les niveaux de contraintes résiduelles, et de les calculer.

L'exemple de l'étude d'un moule *boite*, avec lequel notre projet avait commencé, en est une parfaite illustration. La pièce présentait en sortie de moule, une déformation classique dite en "as de carreau", c'est à dire que le côtés de la boite s'incurvent vers le centre. L'étude des contraintes résiduelles (dans les petits et grands côtés) ne permettait pas, a priori, d'expliquer la nature et le niveau de déformation de celle-ci. Une étude complémentaire réalisée sur la même pièce, quelques mois après, a montré que, pour les mêmes positions, les contraintes s'étaient sensiblement relaxées, alors que le niveau de déformation de la boite n'avait pas évolué. Dans ce type de géométrie, la courbure des grandes et petites faces de la boite sont principalement générées par les coins. L'établissement d'une relation de cause à effet entre la déformée finale de la pièce et les profils de contraintes mesurées est difficile puisque ces derniers, outre le fait qu'ils sont (par définition) de nouveau équilibrés, ne donnent qu'une représentation locale de la déformation.

Les enjeux de la simulation

La simulation permet d'apporter un certain nombre de réponses sans avoir à adopter une démarche de type "essais – erreurs", coûteuse en temps et moyens. Le premier enjeu de la

simulation est de répondre aux besoins des dessinateurs et concepteurs de pièces plastiques et du moule nécessaire à sa réalisation, en permettant d'identifier et de traiter les points critiques de qualité et de fabrication dès la phase de conception, afin d'anticiper les problèmes de production qui peuvent survenir en aval. Le deuxième enjeu est de fournir aux analystes techniques des données prévisionnelles détaillées permettant, à terme, d'optimiser chacune des phases du procédé.

Les logiciels de simulation des phases de remplissage et de compactage, ainsi que le calcul de la thermique de l'outillage constituent, aujourd'hui, des outils puissants d'aide à la conception des pièces plastiques et sont largement sollicités dans nombre de secteurs industriels (automobile, électroménager, matériel électrique et électronique ...). Ils sont utilisés, d'une part, pour réduire les temps de mise au point des moules (détermination des seuils d'injection, lignes de ressoudure, positionnement des canaux de refroidissement) et, d'autre part, pour diminuer les coûts matière en optimisant les épaisseurs des pièces. La modélisation des contraintes et déformées résiduelles n'a été abordée que plus tardivement pour plusieurs raisons. D'abord elle dépend étroitement de celle des précédentes phases, ensuite la physique particulièrement complexe des phénomènes impliqués est difficile à incorporer, enfin, les données physiques nécessaires sont délicates à mesurer.

Objectifs de la thèse

Au même titre que l'instrumentation adaptée des moules et des presses a permis de mieux appréhender les phases de remplissage et de compactage, il est indispensable de mieux connaître les limites et les incertitudes liées à la mesure expérimentale des contraintes résiduelles dans le produit final. Notre premier objectif est donc d'être capable de proposer une approche expérimentale précise, reproductible et pertinente pour mesurer des profils de contraintes résiduelles dans des pièces injectées, non seulement en thermoplastiques amorphes (comme c'est le cas aujourd'hui), mais aussi semi-cristallins, et dans des polymères renforcés de fibres courtes. C'est à dire dans des pièces pour lesquelles l'hypothèse, communément faite, de supposer les propriétés mécaniques constantes dans l'épaisseur n'est plus acceptable.

Cette démarche expérimentale validée doit nous permettre de répondre à notre second objectif qui est de tester l'influence des paramètres d'injection sur les niveaux de contraintes et déformations. Dans le cas des matériaux chargés, cela passe obligatoirement par une quantification précise du niveau d'orientation dans la pièce, avec, pour enjeu, l'estimation des propriétés thermiques et mécaniques du produit final.

Pour contourner les problèmes de modélisations liés à la complexité des phénomènes et à l'obtention de données expérimentales pertinentes, la société Moldflow propose une approche semi-analytique pour le calcul des contraintes et déformations basée sur les retraits locaux qui est spécifique à chaque polymère. Cette démarche ne permet pas de tester les modèles physiques impliqués dans la construction des contraintes résiduelles et reste donc, d'un point de vue scientifique, peu enrichissante. Nous allons donc travailler sur un autre logiciel que propose Moldflow, basé sur des lois de comportement élastique ou viscoélastique réalistes, et qui peut être utilisé dans une version anisotrope dans le cas des polymères chargés de fibres. Notre objectif, à ce niveau, n'est pas tant de valider le code en terme de valeurs absolues dans diverses configurations que de tester la sensibilité de celui-ci à différents paramètres physiques qui seront jugés prépondérants à la suite de l'étude expérimentale.

Plan de la thèse

Le premier chapitre sera consacré d'une part à un exposé des différents phénomènes physiques conditionnant l'apparition des contraintes résiduelles, et d'autre part à l'état de l'art sur leur détermination expérimentale et les outils de modélisation (Chapitre 1).

La détermination expérimentale des déformations et contraintes résiduelles dans deux pièces injectées simples sera l'objet du Chapitre 2. Après une brève description de la technique utilisée pour mesurer les déformées des pièces injectées, nous présenterons une approche originale de détermination des profils de contraintes résiduelles que nous validerons et discuterons dans le détail. Enfin, nous présenterons les résultats obtenus à l'aide de cette technique pour un polypropylène semi-cristallin. Nous regarderons, en particulier, l'influence des différentes conditions d'injection, principalement sur les profils de contraintes mesurés, mais aussi sur les déformations.

Après une présentation synthétique du modèle de calcul des contraintes utilisé par Moldflow, nous présenterons dans le Chapitre 3, les confrontations calculs/expériences pour ce même polypropylène. Nous regarderons plus particulièrement la sensibilité du code aux paramètres qui seront jugés importants à la suite de l'étude expérimentale.

On traitera, enfin, le cas des polymères renforcés dans un chapitre séparé (Chapitre 4). On s'intéressera à un polyarylamide renforcé de 30 et 50 % (en poids) de fibres de verre courtes. Cela nous conduira d'abord à étudier les spécificités liées à la mesure et à la modélisation de l'orientation des fibres dans la pièce. On mesurera ensuite les contraintes résiduelles dans une plaque, et on confrontera enfin les résultats du calcul à ces mesures.

Chapitre 1

Etat de l'art sur les contraintes résiduelles dans les pièces injectées

De façon générale, les contraintes résiduelles dans une pièce sont dues à l'hétérogénéité de l'histoire thermomécanique de la matière injectée. Les aspects procédé et matériaux sont donc étroitement liés et seule une analyse combinée peut permettre d'en expliquer les mécanismes.

Le procédé d'injection sera, dans un premier temps, décrit de façon à illustrer la complexité de l'histoire thermomécanique que le matériau subit. Les origines ainsi que la construction, étape par étape, des contraintes résiduelles seront ensuite détaillées. Dans une troisième partie, on verra quels sont les outils disponibles pour mesurer des profils de contraintes dans les pièces injectées. Enfin, une revue des différentes approches numériques développées ces dernières années sera l'objet de la dernière partie.

1.1 Le cycle d'injection

C'est l'un des procédés les plus utilisés pour la production en très grandes séries. Il permet de fabriquer des pièces de géométries complexes avec des temps de cycle très compétitifs. L'architecture générale de la presse d'injection est présentée en Figure 1.1.

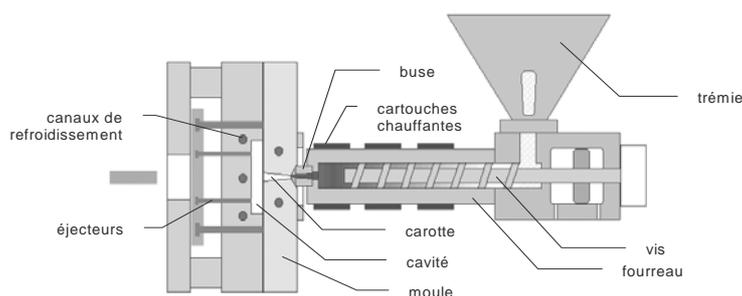


Figure 1.1: Représentation schématique d'une presse à injecter

Le procédé est le même qu'il s'agisse de polymères thermoplastiques amorphes ou semi-cristallins. Introduite sous forme de poudre ou de granulés dans une trémie, la matière est ensuite admise à l'entrée du fourreau dans laquelle elle va fondre sous l'effet combiné de la chaleur apportée par les résistances et par le cisaillement induit par la rotation de la vis: c'est la

phase de plastification. La vis est ensuite utilisée comme un simple piston (grâce à un clapet qui interdit le reflux de matière) pour transférer la matière dans le moule, qui est refroidi par des canaux de circulation d'eau: c'est la phase d'injection. Une fois la cavité remplie, une pression est maintenue jusqu'au figeage de la matière dans le moule. Cela permet de compenser la variation de volume spécifique au cours du refroidissement par un apport supplémentaire de matière fondue: c'est la phase de compactage-maintien. Le refroidissement continue dans le moule, puis la pièce est éjectée et achève son refroidissement à l'air libre.

1.2 Déformations et contraintes résiduelles

1.2.1 Introduction

La déformation des pièces en sortie de moule est un des problèmes les plus difficiles à résoudre pour les concepteurs d'outillage. Ces déformations sont liées aux contraintes résiduelles. Elles affectent les propriétés mécaniques et optiques des pièces moulées. Les contraintes résiduelles peuvent avoir deux origines:

Les **contraintes de cisaillement** dues à l'écoulement pendant le remplissage et le compactage ne se relaxent pas complètement au moment de la solidification du fait du caractère viscoélastique du matériau (elles s'annuleraient à la fin de l'écoulement pour un comportement purement visqueux). Les **contraintes normales, reliées à la pression**, ne s'annulent pas à la fin de l'écoulement, en raison du confinement du polymère dans la cavité. On parle de contraintes figées induites par l'écoulement.

Le **retrait thermique** associé au refroidissement hétérogène conduit aussi à des contraintes résiduelles appelées contraintes thermiques. On les retrouve dans bon nombre de procédés et de matériaux, comme le verre et les métaux.

1.2.2 Les principaux phénomènes physiques

Nous allons analyser, ici, dans le détail les principaux mécanismes qui conduisent à l'établissement de ces contraintes en considérant différents cas d'école. Pour chacun, une analyse simple semi-analytique, couche par couche, pour certaines étapes caractéristiques, est proposée.

1.2.2.1 Le retrait thermique

C'est le moteur des contraintes résiduelles d'origine thermique, c'est à dire des phénomènes de retrait.

1.2.2.1.1 Cas d'une trempe libre

Considérons d'abord les effets du retrait en trempe libre, c'est-à-dire sans considérer que des parois métalliques peuvent entraver ce retrait. Ces conditions sont plus proches en fait de ce que subit un polymère en sortie d'une filière d'extrusion, hors calibrage. Supposons qu'en dessous d'une température de solidification T_s , le polymère se comporte comme un solide élastique, avec un module E et un coefficient de Poisson ν , et au-dessus, comme un liquide, qui ne gêne pas le retrait. Durant le refroidissement, il y a d'abord progression d'un front de solidification, puis le polymère rejoint la température ambiante T_f sans changement de phase.

Considérons une plaque plane initialement à la température T_0 . Une première couche se

solidifie en surface, tout en étant donc libre d'effectuer son retrait thermique. La déformation associée est $\alpha(T_s - T_f)$, où α est le coefficient de dilatation linéaire. En revanche, les couches plus à l'intérieur qui vont se solidifier plus tard, seront soumises à la même déformation $\alpha(T_s - T_f)$, mais elles verront leur retrait bloqué par les couches externes. Elles se retrouveront donc en traction, et mettront les couches externes en compression.

Ces principes peuvent être mis en œuvre assez simplement. La loi thermo-élastique pour $T < T_s$ pour le tenseur des contraintes s'écrit,

$$\sigma = \frac{E}{1+\nu} \varepsilon + \frac{E}{1-2\nu} \left[\frac{\nu}{1+\nu} \text{Tr} \varepsilon - \frac{1}{3} \alpha \Delta T \right] \mathbf{I} \quad (1.1)$$

où ε est le tenseur des déformations, ΔT une variation de température et \mathbf{I} le tenseur unité.

Dans le cas de la plaque plane parallèle au plan (x,y) et perpendiculaire à la direction z , refroidie par ses faces supérieures et inférieures de façon identique sur tout le plan, on se retrouve dans un état de contraintes planes. Les tenseurs des contraintes et des déformations se réduisent à :

$$\sigma = \begin{pmatrix} \sigma_{xx}(z,t) & 0 & 0 \\ 0 & \sigma_{yy}(z,t) & 0 \\ 0 & 0 & 0 \end{pmatrix} \quad (1.2)$$

$$\varepsilon = \begin{pmatrix} \varepsilon_{xx}(t) & 0 & 0 \\ 0 & \varepsilon_{yy}(t) & 0 \\ 0 & 0 & \varepsilon_{zz} \end{pmatrix} \quad (1.3)$$

En utilisant la loi thermo-élastique précédente (1.1), et en écrivant que,

$$\int_{-h}^h \sigma_{xx}(z,t) dz = 0 \quad (1.4)$$

on obtient la valeur de la contrainte à tout instant t et cote z dans l'épaisseur [Struik, 78] :

$$\sigma_{xx}(z,t) = \frac{\alpha E}{1-\nu} \left[T_s - T(z,t) + \int_{t_s(z)}^t \frac{1}{h-h_s(\tau)} \left(\int_{h_s(\tau)}^h \frac{dT}{dt}(\zeta, \tau) d\zeta \right) d\tau \right] \quad (1.5)$$

Dans l'équation précédente, on a intégré sur le temps entre $t_s(z)$, instant où le front de solidification atteint la cote z , et l'instant courant t , et on a intégré dans l'épaisseur dans la zone solidifiée à l'instant t , incluse entre $h_s(\tau)$, qui est la position du front de solidification à l'instant τ , et h .

Il reste ensuite à déterminer le champ de température. On trouve des solutions semi-analytiques dans le cas d'une température de paroi imposée, ou dans le cas d'un coefficient de transfert thermique imposé en paroi. Dans ce dernier cas, Struik (90) a obtenu les profils représentés par la Figure 1.2,

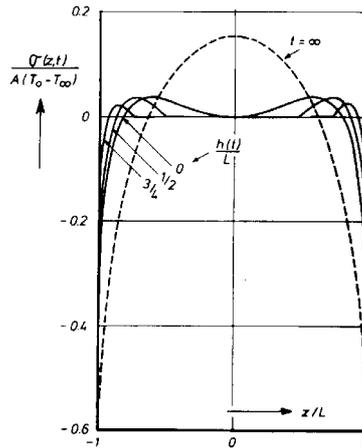


Figure 1.2: Profils de contraintes dans l'épaisseur en refroidissement libre, à la fin du refroidissement ($t = \infty$), et en cours de refroidissement, lorsque le front de solidification est à la cote $z/h=3/4, 1/2$ et 0. A représente $\alpha E/(1-\nu)$. Le coefficient de transfert h_T est tel que $h_T h/k = 10$. $[T_s - T_f]/[T_0 - T_f] = 0,5$ [Struik, 90].

En refroidissement libre, les deux conditions pour que des contraintes se bâtissent sont: (i) un refroidissement inhomogène, ce qui est toujours le cas en mise en forme des polymères, car le refroidissement progresse de la surface vers l'intérieur, et (ii) un changement dans les propriétés rhéologiques, dû à la variation de température; dans l'exemple précédent, nous avons choisi une variation abrupte, avec un module nul au-dessus d'une certaine température, et constant en dessous.

Ce cas de refroidissement est, en réalité, très éloigné de celui rencontré en injection, où la pression d'une part et les parois du moule, d'autre part, bloquent ce retrait. C'est ce que nous allons voir plus en détail dans les paragraphes suivants.

1.2.2.1.2 Cas d'une pièce refroidissant dans un moule sans pression

Considérons maintenant la pièce dans le moule. En première approximation, nous supposons que le contact polymère-cavité est collant. Dans ces conditions, tant que la pièce est dans le moule, aucun retrait ne peut s'effectuer lorsque la température d'une couche descend en dessous de la température de solidification, et cette couche se retrouve par conséquent en traction. Trois cas de figures peuvent se présenter;

(i) Si le démoulage a lieu lorsque toute la pièce est revenue à température ambiante (cas d'école correspondant à un moule régulé à la température ambiante et à un temps de séjour avant éjection très long¹), le retrait s'effectue de façon homogène juste après l'éjection, et la pièce ne sera le siège d'aucune contrainte.

(ii) Si le démoulage a lieu avant que la pièce ne soit revenue à température ambiante, mais alors qu'elle est solidifiée sur toute son épaisseur: juste avant éjection, les couches de peau sont en forte traction (elles ont subi un refroidissement important), et celles de cœur sont en traction plus légères (leur refroidissement est moindre). Au moment de l'éjection, lorsque les déplacements sont possibles, il y aura un retrait moyen, et donc des contraintes non nulles dans chaque couche. Par la suite, lorsque l'ensemble de la pièce rejoint la température ambiante, chaque couche va finalement effectuer le même retrait total $\alpha(T_s - T_f)$, et la pièce ne sera de nouveau le siège d'aucune contrainte.

¹ Industriellement on recherchera plutôt un temps de séjour de la pièce dans le moule minimal de façon à réduire le temps de cycle du procédé.

(iii) Si le démoulage a lieu alors que le polymère n'est pas solidifié sur toute son épaisseur: juste avant éjection (Figure 1.3-a), les couches solides sont en traction. Juste après éjection (b), les couches solidifiées vont effectuer leurs retraits librement, et les contraintes présentes disparaissent. Lorsque les deux couches vont rejoindre la température ambiante, celle de peau va subir un retrait plus faible que celle de cœur, puisque le refroidissement aura été plus important vers la peau. On aboutit à un état de traction/compression analogue à celui du refroidissement libre.

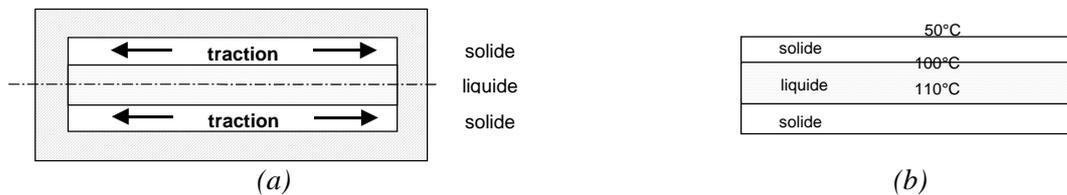


Figure 1.3: Refroidissement dans le moule, juste avant (a) et juste après (b) l'éjection

Cette analyse est toutefois à tempérer compte tenu des éléments suivants: le polymère solide n'a pas un comportement purement élastique, mais viscoélastique. Comme les couches de polymère se solidifient à des instants différents, leur histoire est également différente, et la relaxation des contraintes intervient de façon hétérogène. L'hypothèse de contact collant pièce-moule est probablement réaliste tant qu'une forte pression de maintien plaque les couches solides contre le moule. Lorsque la pression diminue, il est possible qu'un glissement intervienne, si aucune aspérité géométrique (seuil, nervure, coins, par exemple) ne bloque les mouvements. Enfin, suivant les conditions de refroidissement et d'orientation, les propriétés élastiques du matériau ne sont pas constantes. Ces différents sujets seront l'objet d'une discussion plus détaillée dans le paragraphe 1.2.3.

1.2.2.2 Les contraintes figées

Nous avons introduit au paragraphe 1.2.1 les **contraintes de cisaillement et normales figées**. Leur effet sur l'orientation moléculaire, sur la cristallisation, est de premier ordre [Struik, 78]. Elles induisent une anisotropie et une hétérogénéité de comportement rhéologique à l'état solide et de retrait. Cependant il est admis qu'elles sont d'un ordre de grandeur inférieur aux autres sources de contraintes [Douven, 91; Baaijens, 91] et sont négligées dans la grande majorité des modèles actuels.

En revanche, la **pression figée** est primordiale. Mills (83), puis Titomanlio *et al.* (87), Boitout *et al.* (93), Jansen (94), en ont montré les mécanismes. Au cours du cycle d'injection, les différentes couches se solidifient à des niveaux de pression très différents (Figure 1.4-a): relativement faible en peau pendant le remplissage, élevée sous la peau pendant le compactage, plus faible à cœur lorsque le seuil est solidifié et que la pression imposée par la machine n'est plus transmise. Lorsque la pièce sort du moule, elle subit une expansion liée au retour à la pression atmosphérique, qui est différente d'une couche à l'autre. Comme les couches sont solidaires, il y aura une expansion moyenne, et des contraintes de traction ou de compression vont apparaître dans l'épaisseur de la pièce (Figure 1.4-b).

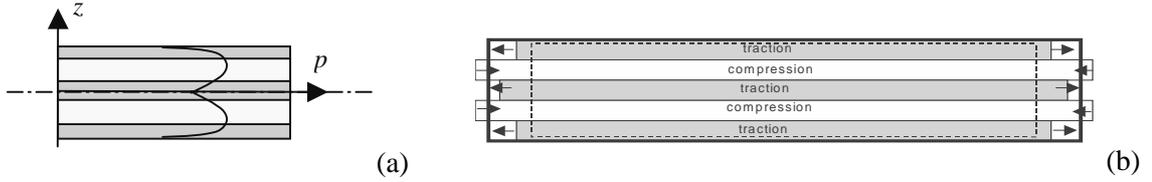


Figure 1.4: Principe d'action de la pression figée: (a) profil de pression dans l'épaisseur et (b) géométrie avant éjection (trait pointillé), expansion indépendante de chaque couche (en grisé) et géométrie après expansion moyenne (trait gras)

Jansen (94) a déterminé de façon semi-analytique le profil de contraintes final, avec un comportement de type élastique-solide, dans le cas d'une plaque plane. Il a trouvé l'expression des contraintes planes suivante :

$$\sigma_{xx}(z) = \sigma_{yy}(z) = -\frac{1-2\nu}{1-\nu} [p(h_s) - \overline{p(h_s)}] \quad (1.6)$$

$p(h_s)$ représente la pression à laquelle chaque couche solidifie et $\overline{p(h_s)}$ la moyenne dans l'épaisseur. Si on connaît l'évolution de la température et de la pression au cours du temps (calcul de remplissage-compactage), on peut en déduire l'évolution de l'épaisseur solidifiée h_s et de la pression p lorsqu'une couche passe la température de solidification ($T < T_S$), et donc le profil de contrainte $\sigma(z)$ à l'épaisseur z .

Dans une plaque plane (on suppose que $\sigma_{xx} = \sigma_{yy}$) constituée de cinq couches suivant l'axe z et de même épaisseur h_c , considérons le trajet de pression et refroidissement simplifié suivant: (i) la phase de remplissage s'effectue à une pression faible, en tout cas près du front. On prendra une pression figée nulle sur la couche solidifiée pendant cette phase, (ii) la phase de compactage s'effectue à la pression fixée p , figée sur une deuxième couche et (iii) la phase de refroidissement dans le moule s'effectue à pression décroissante; on suppose de nouveau que la pression figée est nulle pendant cette dernière phase du procédé.

Si h est l'épaisseur totale et h_c l'épaisseur d'une couche, alors la valeur moyenne de la pression à laquelle chaque couche solidifie est donnée par,

$$\overline{p(h_s)} = \frac{h_c}{h} p \quad (1.7)$$

On peut déduire la valeur de la contrainte dans chacune des trois couches suivant l'équation (1.6).

Dans les couches de remplissage et de refroidissement où la pression figée est nulle, la contrainte est donnée par :

$$\sigma_{xx} = \sigma_{yy} = \frac{1-2\nu}{1-\nu} \overline{p(h_s)} \quad (1.8)$$

Dans les couches qui refroidissent pendant la phase de compactage à la pression de maintien p , la contrainte est donnée par,

$$\sigma_{xx} = \sigma_{yy} = \frac{1-2\nu}{1-\nu} [p(h_s) - p] \quad (1.9)$$

On a donc le profil de contrainte indiqué sur la Figure 1.5.

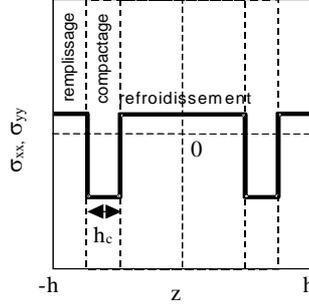


Figure 1.5: Profil de contrainte dans l'épaisseur d'une plaque plane décomposée en cinq couches de même épaisseur h_c avec des trajets de refroidissement et de pression simplifiés

1.2.2.3 Combinaison du retrait thermique et de la pression figée

Toujours dans le cas d'un comportement thermo-élastique au-dessous d'une température de solidification T_s , nous pouvons expliciter de façon analytique la combinaison des deux phénomènes précédents dans le cas de l'injection [Caspers, 95]. On peut distinguer les étapes suivantes (Figure 1.6) dans la construction des contraintes résiduelles.

Phase de remplissage: une première couche se solidifie et rejoint la température du moule (a), à une pression que l'on considérera nulle comme précédemment². Elle est donc soumise à une contrainte σ_{zz} nulle. Si l'on considère un contact collant avec le moule, alors $\varepsilon_{xx} = \varepsilon_{yy} = 0$, et la loi de comportement (1.1) conduit à,

$$\sigma_{zz} = \frac{E}{1+\nu} \varepsilon_{zz} + \frac{E}{1-2\nu} \left[\frac{\nu}{1+\nu} \varepsilon_{zz} - \frac{1}{3} \alpha \Delta T \right] = 0 \quad (1.10)$$

Où ΔT représente la variation de température, depuis la température de solidification jusqu'à la température ambiante. On en déduit donc la valeur de ε_{zz} . L'expression des contraintes dans le plan est donc donnée par,

$$\sigma_{xx} = \sigma_{yy} = -\frac{E}{3(1-\nu)} \alpha \Delta T \quad (1.11)$$

Phase de compactage à pression imposée p : la couche précédemment solidifiée voit sa contrainte diminuer de $\nu/(1-\nu)p$ (b), suivant le principe d'action d'une pression p appliquée par un liquide sur une surface solide. Une seconde couche se solidifie (c). On peut supposer qu'elle subit le même ΔT que la première couche³, et une contrainte imposée $\sigma_{zz} = -p$. La

² Elle ne l'est réellement que pour l'extrême surface qui est constituée par du polymère provenant du front de matière

³ Notons que, dans la couche de peau, la température peut déjà être bien inférieure à la température de solidification (elle est souvent proche de la température du moule): dans ce cas le ΔT considéré est inférieur aux ΔT suivants. On le verra dans la suite de l'étude, cette condition aux limites est très difficile à modéliser.

contrainte dans cette couche est donc,

$$\sigma_{xx} = \sigma_{yy} = -p - \frac{E}{3(1-\nu)} \alpha \Delta T \quad (1.12)$$

Phase de refroidissement dans le moule: on suppose que la pression se relaxe instantanément au début de cette phase. Les contraintes dans les zones déjà solidifiées remontent donc de $\nu/(1-\nu)p$ (d). Dans la zone de cœur encore liquide la contrainte est nulle. Cette zone rejoint ensuite la température du moule, subissant encore le même ΔT . La contrainte dans cette couche de cœur est donc égale à celle donnée par l'équation (1.11) (e).

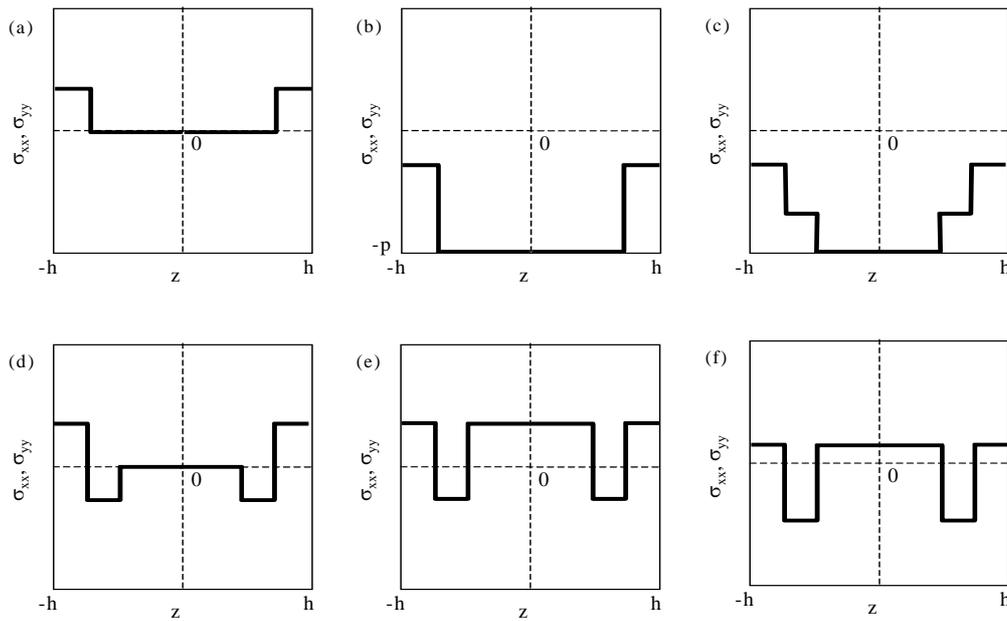


Figure 1.6: Différentes étapes de construction du profil de contrainte dans l'épaisseur d'une plaque plane décomposée en cinq couches de même épaisseur h_c , avec un trajet de refroidissement et de pression simplifié

Phase d'éjection: le blocage des déplacements et déformations dans le plan est annulé. Il y a donc un retrait moyen de la pièce, et un champ de contrainte tel que son intégrale sur l'épaisseur est nulle (f). On montre alors que le profil de contrainte résultant ($\sigma_{avant\éjection} - \bar{\sigma}$), où $\bar{\sigma}$ est la moyenne sur l'épaisseur de la contrainte avant éjection, est exactement égal à celui donné par les équations (1.8) et (1.9). Les effets thermiques sont annulés, il ne reste que la contribution de la pression figée.

Cette analyse est conduite pour un cas d'école mais elle permet d'appréhender de façon simple la construction d'un profil de contraintes résiduelles dans l'épaisseur, couche par couche, à différents étapes importantes du procédé. Ces résultats ne sont pourtant pas généralisables à des conditions d'injection industrielles. Dans la réalité, il faudrait tenir compte des éléments suivants: le caractère viscoélastique du matériau (E non constant dans le temps), l'hétérogénéité des propriétés thermomécaniques (E , α non constants dans l'épaisseur), une histoire de pression beaucoup plus complexe, pour ne citer que les principaux.

Plusieurs autres paramètres physiques doivent être pris en considération. Ils sont l'objet du prochain paragraphe.

1.2.3 Autres phénomènes physiques

Nous avons déjà mentionné, outre les rôles du refroidissement et de la pression figée, l'influence de la viscoélasticité. Quelle que soit la loi de comportement choisie, l'orientation moléculaire induite par l'écoulement peut entraîner une anisotropie de comportement rhéologique. Le coefficient de dilatation est également anisotrope. Ces paramètres peuvent également être hétérogènes, en particulier dans le cas des polymères semi-cristallins, dont le taux de cristallinité varie dans l'épaisseur et le long de l'écoulement. Nous avons également évoqué la question du contact polymère-moule et la possibilité d'un déplacement du polymère dans le moule. A l'extrême, on peut imaginer des situations où le polymère se sépare de la cavité. Le transfert thermique devient différent, ce qui affecte la construction des contraintes. Enfin le moule ne peut être considéré comme purement rigide et sa déformation peut participer à la qualité du compactage. est encore mal connue. Différents auteurs, que ce soit expérimentalement ou par le calcul, ont tenté de définir l'importance relative de chacun de ces paramètres. Nous proposons d'en faire ici une revue.

1.2.3.1 Caractéristiques du matériau

Le comportement viscoélastique

Le polymère est un matériau viscoélastique. A l'état de fluide, les contraintes dues à une déformation antérieure auront disparu après une durée de l'ordre de la seconde. Par contre, si le matériau est solide les contraintes peuvent mettre plusieurs mois avant de disparaître. Distinguons donc les effets de relaxation des contraintes à long terme et les effets à court terme (générateurs de contraintes).

A long terme, donc, les contraintes internes se relaxent. Par exemple dans un essai de fissuration effectué sur du polystyrène dans le n-heptane (crazing), on montre qu'il ne se passe plus rien dans des échantillons vieux de plus d'une vingtaine de jours [Schmidt *et al.*, 81]. Le niveau de contrainte est devenu trop bas. Un des problèmes relatifs au phénomène de relaxation peut être une inversion du signe des contraintes en peau. Si le matériau passe en traction en peau, il peut devenir sensible à la fissuration [Coxon *et al.*, 80; Schmidt *et al.*, 81].

Mais ce qui nous intéresse plus particulièrement dans le cas de la formation des contraintes résiduelles dans le solide, ce sont des temps plus courts, qui correspondent à la durée du procédé. Nous l'avons vu, une pièce injectée est très hétérogène thermomécaniquement. La température et le chargement mécanique varient fortement dans la pièce. Le matériau étant viscoélastique, il conservera en mémoire cette hétérogénéité qui se retrouvera dans le champ de contrainte final au sein de la pièce. La méthode la plus employée pour déterminer les propriétés viscoélastiques, dans le domaine linéaire et en petites déformations, du polymère dans le solide est l'essai de sollicitation dynamique (DMTA⁴). On soumet l'échantillon à une déformation sinusoïdale et on mesure simultanément les contraintes qui en résultent. Pour un comportement viscoélastique linéaire les déformations et les contraintes vont toutes les deux varier selon un profil sinusoïdal, mais avec un déphasage δ entre les deux mesures. Le comportement du matériau peut donc être représenté à l'aide des modules dynamiques définis par [Ferry, 80] :

⁴ Dynamic Mechanical Thermal Analysis

$$\varepsilon = \varepsilon_0 \sin(\omega t) \tag{1.13}$$

$$\begin{aligned} \sigma &= \sigma_0 \sin(\omega t + \delta) = \sigma_0 \sin(\omega t) \cos(\delta) + \sigma_0 \cos(\omega t) \sin(\delta) \\ &= \varepsilon_0 G' \sin(\omega t) + \varepsilon_0 G'' \cos(\omega t) \end{aligned} \tag{1.14}$$

$$G' = \frac{\sigma_0}{\varepsilon_0} \cos(\delta) \quad G'' = \frac{\sigma_0}{\varepsilon_0} \sin(\delta) \quad \tan(\delta) = \frac{G''}{G'} \tag{1.15}$$

G' et G'' représentent respectivement les composantes élastique et visqueuse du module. Soit en représentation complexe,

$$\varepsilon^* = \varepsilon_0 e^{i\omega t} \tag{1.16}$$

$$\sigma^* = \sigma_0 e^{i(\omega t + \delta)} \tag{1.17}$$

Et donc :

$$G^*(\omega) = \frac{\sigma^*(\omega)}{\varepsilon^*(\omega)} = G' + iG'' \tag{1.18}$$

La détermination de ces fonctions viscométriques se fait donc à partir de l'amplitude de la contrainte σ_0 , celle de la déformation ε_0 et du déphasage δ .

Les évolutions des modules G' , G'' et de $\tan \delta$ en fonction de la fréquence ω sont représentées, schématiquement, sur la Figure 1.7 pour un solide viscoélastique. A basse et haute fréquence le module G' ne dépend pas de la fréquence. Nous retrouvons le plateau caoutchoutique à basse fréquence G_r , le plateau vitreux à haute fréquence G_u et une zone de transition entre ces deux plateaux correspondant au comportement viscoélastique.

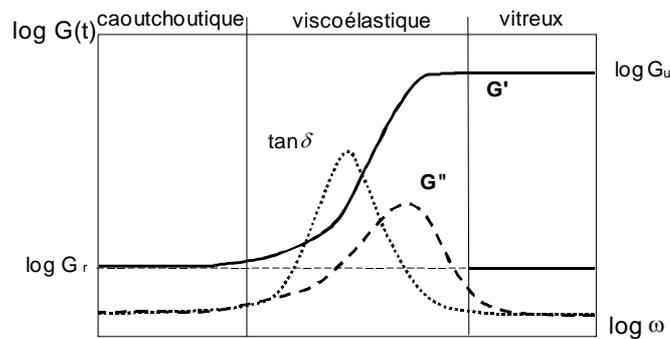


Figure 1.7: Evolution schématique des modules élastiques G' et visqueux G''

Des informations complémentaires sont fournies par le module G'' et $\tan \delta$. Ceux ci sont nuls à basses et hautes fréquences: les déformations et les contraintes sont alors en phase. Dans la partie intermédiaire, proche des fréquences où G' évolue le plus vite, ils passent tous les deux par un maximum avec un léger décalage en fréquence. Ce profil de $\tan \delta$ est caractéristique des solides viscoélastiques et n'est pas retrouvé dans les fluides viscoélastiques.

En s'appuyant sur l'analogie entre le comportement des milieux viscoélastiques et celui de modèles composés de diverses combinaisons de ressorts et d'amortisseurs en série ou en parallèle, on peut modéliser des corps viscoélastiques et décrire la relaxation de leurs contraintes [Ferry, 80]. Le ressort de module G représente un milieu parfaitement élastique et

l'amortisseur de viscosité η représente un milieu parfaitement visqueux. A partir des ces deux grandeurs, on peut en définir une troisième, le temps de relaxation τ avec $\tau = \eta/G$. Ainsi, les solides et les liquides viscoélastiques les plus simples sont constitués d'un ressort et d'un amortisseur en parallèle (élément de Kelvin-Voigt) ou en série (élément de Maxwell). Mais en général, le comportement d'un polymère est plus complexe et ne peut être représenté par un temps unique de relaxation mais par une distribution de temps de relaxation. Si on part de l'élément de Maxwell, pour rajouter des temps de relaxation, il suffit de mettre en parallèle une distribution d'éléments de Maxwell. On obtient ainsi un modèle de Maxwell appelé multimode représenté sur la Figure 1.8 (à gauche), avec n branches (i.e. n ressorts et n amortisseurs).

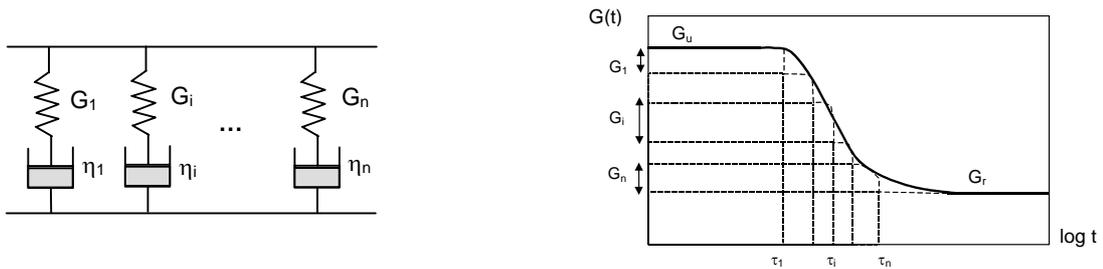


Figure 1.8 Modèle de Maxwell multimode (à gauche). Représentation du module de relaxation $G(t)$ avec un nombre de couples insuffisants conduisant à des oscillations (---) (à droite)

Le module de relaxation est alors défini par,

$$G(t) = \sum_1^n G_i \exp\left(\frac{-t}{\lambda_i}\right) \quad (1.19)$$

Il est important d'utiliser un nombre suffisant d'éléments de Maxwell et donc de couples, sinon le comportement présentera des oscillations (Figure 1.8, à droite)). Il faut évaluer les couples (G_i, λ_i) en partant du temps le plus long vers le temps le plus court. Les temps de relaxation qui évaluent le mieux le comportement du matériau se situent dans le domaine de fréquence expérimental.

Cependant, le comportement du matériau est bien défini uniquement à l'aide d'un spectre de relaxation continu, soit un nombre infini d'éléments de Maxwell. On définit alors $H(t)$ par :

$$G(t) = \int_{-\infty}^{+\infty} H(\tau) \exp\left(\frac{-t}{\lambda}\right) d(\ln \tau) \quad (1.20)$$

Le spectre des temps de relaxation est représentatif des mécanismes physiques de relaxation liés aux réarrangements moléculaires qui se produisent dans la matière. Ces mécanismes étant activés thermiquement, il existe une relation étroite entre $H(t)$ et la température. Suivant la thermodépendance du spectre de relaxation on peut distinguer différents comportements: (i) si les modules G_u et G_r sont indépendants de la température, le spectre des temps de relaxation sera simplement translaté le long de l'échelle des temps. Ce comportement est appelé thermorhéologiquement simple. On définit alors une température de référence, T_0 , et un facteur de glissement du spectre de relaxation, a_T , tel que, $H_T(\tau) = H_{T_0}(\tau/a_T)$.

Si l'axe des temps est représenté en échelle logarithmique, cela correspond à une translation horizontale du spectre de relaxation⁵. Puisqu'un changement de température n'affecte que l'échelle des temps, les grandeurs mécaniques ne dépendent pas de la vitesse de sollicitation et elles sont aussi translatées horizontalement. Il en est ainsi pour les modules et $\tan\delta$, par contre la viscosité sera également translatée verticalement ($\eta_T = a_T \cdot \eta_{T_0}$). Ces résultats sont schématisés sur la Figure 1.9.

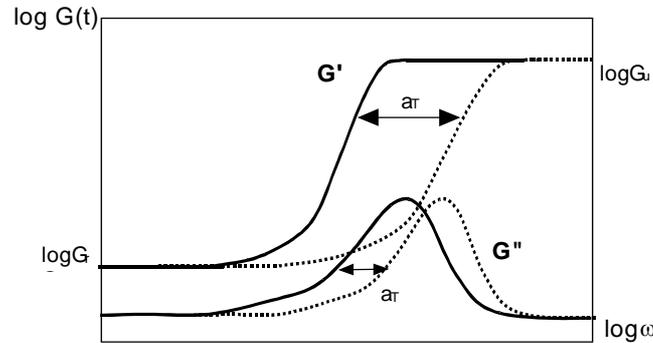


Figure 1.9: Principe de superposition temps-température pour un matériau thermorhéologiquement simple: translation horizontale des grandeurs mécaniques G' et G'' d'une température $T > T_0$ (---) à une température T_0 (—)

Ainsi une manière simple de vérifier si un matériau a un comportement thermorhéologiquement simple est de tracer le diagramme Cole-Cole de $G'(\omega)$ en fonction de $G''(\omega)$. Les courbes obtenues à différentes températures doivent se superposer en une courbe unique [Ferry, 80].

Suivant la gamme de température considérée, on peut proposer plusieurs expressions pour le facteur de glissement a_T [Kühnle, 87]. Les plus courantes sont les loi Williams-Landel-Ferry (WLF) et d'Arrhenius. Pour les polymères amorphes dans l'intervalle de températures $[T_g; T_g + 100^\circ\text{C}]$, où T_g est la température de transition vitreuse, c'est la relation WLF qui est utilisée pour décrire le glissement temps – température :

$$\log_{10}(a_T) = -\frac{C_1(T - T_0)}{C_2 + (T - T_0)} \quad (1.21)$$

Où C_1 et C_2 sont des constantes et T_0 , une température de référence. La meilleure façon d'appliquer la relation est de déterminer expérimentalement ces constantes spécialement pour chacun des polymères. En absence de données pertinentes, une approximation forte mais possible consiste à utiliser des valeurs dites "universelles", $C_1=17,44$, $C_2=51,6$ K et $T_0 = T_g$.

En dehors de cette gamme de température ou pour les polymères semi-cristallins, c'est l'expression d'Arrhenius qui est utilisée,

⁵ Les modèles théoriques prévoient un faible décalage vertical de $T_0 \cdot \rho_0 / T \cdot \rho$ lorsqu'on passe de la température T à la température de référence T_0 . Dans la pratique ce décalage est négligeable par rapport aux larges variations du comportement viscoélastique.

$$a_T = \exp\left(\frac{E_a}{R}\left(\frac{1}{T} - \frac{1}{T_0}\right)\right) \quad (1.22)$$

Où E_a est l'énergie d'activation associée au mécanisme de relaxation, R la constante des gaz parfaits.

La superposition temps-température permet en faisant glisser horizontalement les courbes obtenues à différentes températures de construire une courbe maîtresse à une température de référence, comme indiqué sur la Figure 1.10,

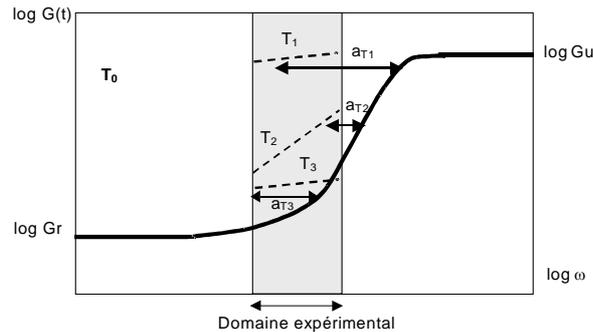


Figure 1.10: Principe de construction d'une courbe maîtresse: $T_3 > T_0$ (température de référence) $> T_2 > T_1$

On peut ainsi calculer les grandeurs mécaniques dans des domaines de temps (ou de fréquences) auxquels nous n'aurions pas accès expérimentalement. Et inversement, à partir d'une courbe maîtresse complète et des facteurs de glissement, définir le comportement viscoélastique du polymère sur tout le domaine temps – température [Ferry, 80].

Ce modèle introduit comme une thermo-dépendance simple du spectre de relaxation est une bonne approximation du comportement de nombreux polymères amorphes. Mais un certain nombre d'exceptions ont été reportées [Plazek, 96; Dutta *et al.*, 97]. Ces derniers montrent, en particulier, que, dans le cas de matériaux thermorhéologiquement complexes, l'utilisation de deux (ou plus) énergies d'activation dans l'équation d'Arrhenius permet une meilleure description de la dépendance des fonctions de relaxation avec la température [Dutta *et al.*, 97]. D'autres auteurs [Mc Crum *et al.*, 66] ont montré la nécessité pour certains matériaux de prendre en compte la variation des modules G_u et G_r en fonction de la température. Pour enrichir, donc, la thermo-dépendance simple décrite précédemment, on peut coupler à la translation horizontale, une transformation affine par rapport à l'axe des temps. On définit alors un coefficient de glissement vertical, c_T , par rapport à la température de référence T_0 tel que,

$$c_T = \frac{G_u(T)}{G_u(T_0)} = \frac{G_r(T)}{G_r(T_0)} \quad (1.23)$$

Le rapport G_u/G_r étant supposé constant, cela revient, en échelle logarithmique à un simple glissement vertical des courbes de modules.

Lorsque le comportement nécessite l'introduction d'autres coefficients, le simple glissement horizontal et/ou vertical des courbes de modules ne suffit plus. Il faudrait alors définir d'autres transformations afin de décrire la thermo-dépendance du matériau. On peut supposer que le spectre de relaxation est constitué de la superposition de plusieurs "sous-

spectres" de relaxation, chacun étant relié à un phénomène physique différent. Dans les polymères semi-cristallins en particulier, un spectre relié aux phénomènes de relaxation de la phase amorphe et un à ceux de la phase cristalline. Dans le cas d'un polyéthylène, Mc Crum *et al.* (66) n'obtiennent pas une, mais deux courbes maîtresses, chacune reliée à un des mécanismes.

La transition liquide – solide

La question peut se formuler de la façon suivante: quand l'écoulement du polymère s'arrête-t-il ? A quel moment s'établissent les contraintes dans le matériau ? et à quelle vitesse se relaxent-elles ?

Pour les polymères amorphes, on prend généralement la température de transition vitreuse.

Pour les polymères semi-cristallins, le choix du critère de transition liquide – solide est plus délicat : la cristallisation est fonction de la vitesse de refroidissement, de l'élongation et du cisaillement, voire de la surface du moule (substrat nucléant) [Haudin, 89; Tribout, 91]. La température de cristallisation statique (sans écoulement) est souvent utilisée, mais ce n'est donc qu'approximatif. Une autre approche plus fine est de faire intervenir le taux de cristallinité. Deux questions se posent alors : à quel taux doit-on considérer que le polymère ne s'écoule plus ? Quelle loi cinétique permet de calculer en situation d'injection l'avancement de la cristallisation ?

La cristallisation

De part leurs propriétés techniques intéressantes, les polymères semi-cristallins sont souvent utilisés en injection. Pourtant ils restent délicats d'emploi, principalement à cause de leurs retraits importants [Denizart, 90]. En effet, les molécules sont mieux rangées dans la phase cristalline et occupent par conséquent un volume plus faible. La cristallisation est un phénomène exothermique qui aura pour conséquence de modifier le champ de température, notamment au centre (dans l'épaisseur) de la cavité [Friedl *et al.*, 91]. Elle va également induire anisotropie et hétérogénéité des paramètres thermophysiques, comme on va le voir ci-dessous.

Hétérogénéité et anisotropie structurelle

La pièce est plus dense à cœur qu'en peau [Bree *et al.*, 74]. Une hétérogénéité des propriétés mécaniques ou de retrait dans un matériau peut être une source, à elle seule, de contraintes résiduelles. Considérons, par exemple, le cas d'un matériau bilame, avec deux couches ayant des coefficients de dilatation différents. Sous l'effet d'une élévation de température, chaque couche va se déformer de façon différente. Comme elles sont indissociables, le bilame sera le siège de contraintes qui vont conduire à sa courbure.

- De nombreux auteurs montrent que les propriétés mécaniques et thermiques peuvent varier de façon importante dans l'épaisseur de la pièce. C'est le cas pour les polymères semi-cristallins [Kati *et al.*, 82; Patterson *et al.*, 89, Rezayat *et al.*, 91 ou Fujiyama *et al.*, 92] mais aussi pour les polymères amorphes même si c'est dans une plus faible mesure [Turnbull *et al.*, 99]. On montre, en particulier, que la zone élastique de l'essai de traction ainsi que l'allongement à la rupture connaissent un maximum près de la surface, que le seuil de plasticité croît de la surface vers le centre ou encore que le module d'Young évolue dans l'épaisseur [Kamal *et al.*, 81]. Si les deux premiers résultats concernent plutôt la pièce en situation de sollicitation, le dernier résultat a une influence directe sur le niveau des contraintes dans la pièce. Les effets sur les

propriétés mécaniques sont aussi à prendre en compte. Certains auteurs ont mesuré de façon précise l'évolution du module d'Young dans l'épaisseur d'une plaque injectée en polypropylène [Regnier, 99]. Les mesures ont été effectuées dans le sens parallèle et perpendiculaire à l'écoulement. A partir d'observations de coupes microscopiques, l'auteur distingue trois couches dans la demi-épaisseur (une couche de cœur, une couche intermédiaire et une de peau) et mesure leurs épaisseurs respectives. Le critère de sélection est la structure cristalline. Les modules sont mesurés grâce à des essais de traction successifs : on enlève de part et d'autre de l'échantillon les premières couches de peau et on réalise un essai de traction sur le matériau restant. On procède de la même façon pour les couches intermédiaires, on obtient ainsi le module en cœur. A partir des valeurs de ces modules et du module total, ils déduisent les modules dans les autres couches. Les valeurs obtenues sont réunies dans le tableau 1.1.

Couche / Module d'Young (MPa)	Parallèle à l'écoulement E_{\parallel}	Perpendiculaire à l'écoulement E_{\perp}
cœur	1750	1450
intermédiaire	2150	2000
peau	1400	900

Tableau 1.1: Variations du module d'Young dans l'épaisseur dans la direction parallèle et perpendiculaire à l'écoulement dans une plaque injectée en polypropylène [d'après Regnier, 99]

Zahran *et al.* (96) établissent, pour leur part, une relation entre la distribution de la phase cristalline d'un polyoxyméthylène et les coefficients de dilations orthotropes.

- Que le polymère soit amorphe ou semi-cristallin (comme on vient de le voir), l'orientation moléculaire entraîne anisotropie et hétérogénéité structurelle dans l'épaisseur. La zone de peau est plus orientée que celle du cœur (c'est là que le cisaillement est maximum, et le refroidissement le plus rapide, donc la relaxation moindre). Cette orientation lui confère de meilleures propriétés mécaniques en particulier une amélioration de la résistance à la fracture⁶ [Schmidt *et al.*, 81]. A partir de coupes microtomiques, Fleischman (89) montre qu'au maximum d'orientation correspond un minimum d'allongement à la rupture. Ce caractère est très marqué dans la direction parallèle à l'injection et près du seuil d'injection. De façon générale, on peut dire que les propriétés mécaniques sont améliorées dans le sens de l'orientation. Struik (90) montre que le rapport des coefficients de dilatation linéaire, perpendiculaire et parallèle, varie en fonction du degré d'orientation. L'orientation modifie également la conductivité thermique, donc indirectement les contraintes résiduelles.

1.2.3.2 Interface pièce-moule

Contact mécanique pièce-moule

Si la pression s'annule, en certains endroits, il est maintenant communément admis que la pièce peut perdre contact avec les parois du moule [Caspers, 95]. Dans des conditions standards d'injection, les niveaux de pression de remplissage et de compactage sont généralement élevés (typiquement de 40 à 100 MPa) et l'on pourrait considérer la pièce comme bloquée dans tous les cas lorsque la pression est maintenue. Cependant pour des pièces présentant des zones de faibles épaisseurs ou de grandes dimensions, des pertes de charges importantes peuvent être observées. La pièce peut perdre contact avec les parois du moule et

⁶ Un matériau orienté présentera de petites fissures alors que celui qui ne l'est pas fera apparaître de grosses fissures qui conduisent plus rapidement à la ruine du matériau

peut être amenée à glisser [Boitout, 93].

Contact thermique

En cas de perte de contact avec la paroi, l'espace ainsi créé va modifier de façon significative les conditions d'échanges thermiques entre les parois froides du moule et le polymère partiellement solidifié dans la cavité [Kabanemi *et al.*, 98]. Une étude récente [Delaunay *et al.*, 00] le montre de façon très claire: dès que la pression dans la cavité devient nulle (indiquée par une flèche sur la Figure 1.11), on observe une augmentation brutale de la résistance thermique de contact entre la pièce et l'empreinte, témoignant de façon significative de la formation d'une lame d'air à l'interface pièce/moule.

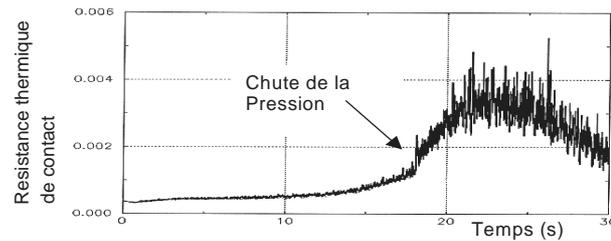


Figure 1.11: Evolution de la résistance thermique de contact (RTC) avec le temps [Le Bot, 98]

On comprend bien alors que la chaleur issue du centre du polymère ne peut plus être évacuée correctement (par conduction) par les parois froides du moule. Les auteurs mesurent une différence de température de près de 20°C entre le polymère et le moule [Delaunay *et al.*, 00]. Les conséquences sur la cinétique, mais surtout, sur la symétrie de refroidissement et donc sur les contraintes peuvent donc être très importantes.

1.2.3.3 La déformation du moule

Il n'est pas rare que certaines pièces moulées sortent plus épaisses que ne le prévoyait la géométrie initiale du moule. Les fortes pression (plusieurs dizaines de MPa au cours de la phase de compactage) rencontrées dans la cavité conduisent à des déformations complexes du moule [Boitout, 93]: déformation locale du métal (Figure 1.12-a), déformation globale du moule (b) ou encore déformation du système de fermeture pouvant entraîner l'ouverture du moule (c).

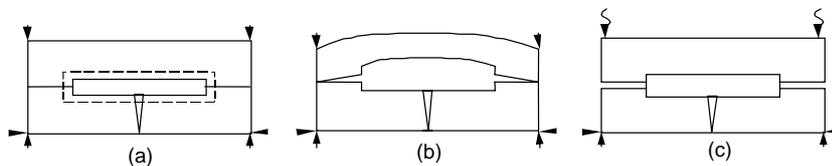


Figure 1.12: Différents modes de déformation du moule : déformations locale (a), globale (b) du moule et du système de fermeture (c) [Boitout, 93]

Ces déformations restent toutefois très difficile à estimer car les moules industriels comportent souvent des éléments mobiles qui diminuent localement les raideurs. Mengès (80) a quantifié expérimentalement la déformation d'un moule d'injection en faisant varier la force de fermeture de la presse à injecter. La mesure du bâillement est réalisée par un capteur de déplacement situé au niveau du plan de joint du moule. Pour une force de fermeture élevée, la partie mobile du moule fléchit et pour une force de fermeture faible, le moule s'ouvre au

niveau du plan de joint. La déformation mesurée est de l'ordre de 5 μm . Le mode de déformation en flexion est parfois recherché afin d'augmenter l'efficacité du compactage.

1.2.3.4 Les effets 3D

Le phénomène de dissymétrie des échanges thermiques, combiné aux effets de la pression de maintien a souvent été utilisé pour expliquer les déformations créées dans les angles des pièces injectées et la déformation en "as de carreau" qui lui est associé [Jansen et al., 98]. Pourtant une étude récente montre qu'il existe un autre phénomène physique qui peut être prédominant dans le cas de la déformation de l'angle. Ce phénomène est lié à l'anisotropie des retraits et est appelé le "spring forward effect" [Ammar et al., 01]. En effet, plus de 50 % du retrait volumique global d'une pièce thermoplastique injectée se fait dans l'épaisseur, le retrait n'est donc pas homogène. Ce phénomène s'explique par l'adhérence du polymère à la paroi du moule et la géométrie de la pièce (concavités aux extrémités), deux facteurs qui diminuent les retraits linéiques de la pièce par rapport au retrait dans l'épaisseur. Cette hétérogénéité des retraits conduit l'angle à se fermer (Figure 1.13). Ces auteurs montrent qu'en réalité cette hétérogénéité des retraits est la cause majoritaire de la déformation de l'angle dans le coin pour les matériaux thermoplastiques [Ammar et al., 01].

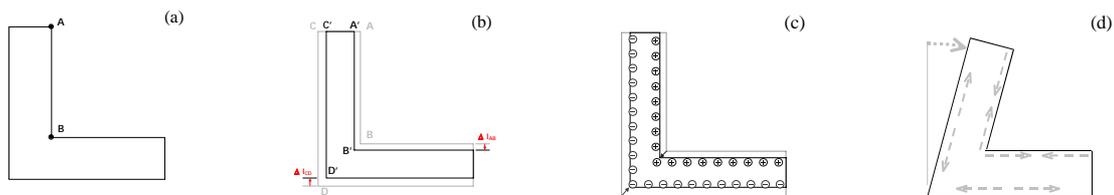


Figure 1.13: Influence de l'anisotropie des retraits sur la déformation angulaire (spring forward effect): géométrie de l'empreinte (a), retrait de la pièce dans l'épaisseur (b), création de contraintes (c) et déformation de la pièce après éjection (d)

Ils proposent deux approches mathématiques simples pour décrire la déformation angulaire, suivant que l'angle est vif ou arrondi, en fonction de la différence entre le retrait linéique R_x et le retrait en épaisseur R_z (Figure 1.14); Dans le cas d'un angle vif, on trouve: $\Delta\alpha \cong R_z - R_x$ et dans le cas de l'angle arrondi (d'angle α): $\Delta\alpha \cong \alpha.(R_z - R_x)$.

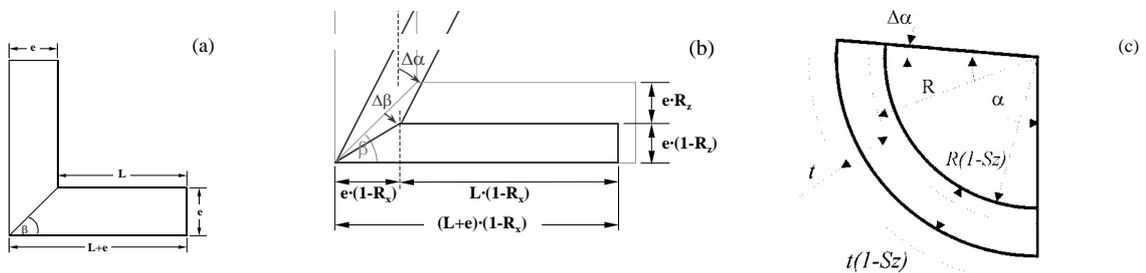


Figure 1.14: Approche analytique simple pour modéliser l'influence de l'anisotropie des retraits sur la déformation de l'angle, dans un coin vif (a et b) et arrondi (c)

1.2.3.5 Cas du refroidissement dissymétrique

Un dissymétrie thermique dans un moule peut être imposée pour résoudre des problèmes de moulage, ou apparaître localement en fonction de la géométrie de la structure (angle,

épaisseur) et/ou des conditions de pression et de régulation thermique. Dans tous les cas, une différence de température⁷ crée une dissymétrie du profil de contraintes résiduelles et participe à la déformation finale de la pièce en sortie de moule. Là encore, on s'intéressera au refroidissement dissymétrique d'une pièce hors et dans le moule.

1.2.3.5.1 Refroidissement dissymétrique libre

Nous considérons une température finale identique, mais des coefficients de transfert thermique H_1 et H_2 différents entre les deux faces du moule : H_2 (en $z=h$) > H_1 (en $z=-h$). Alors, le profil de contrainte est similaire à celui de la Figure 1.2, mais avec un maximum décalé vers le côté refroidit le moins efficacement [Struik, 90] (Figure 1.15). A l'extrême, si le coefficient de transfert est nul d'un côté ($H_2=0$ en $z=h$), le maximum est atteint de ce côté, et l'on a donc un profil traction – compression. Dans tous les cas, la pièce se courbe vers le côté refroidi le moins efficacement.

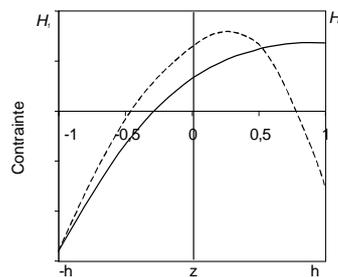


Figure 1.15: Cas d'un refroidissement avec une thermique dissymétrique: $H_2 < H_1$ (----) et $H_2=0$ (—)

1.2.3.5.2 Refroidissement dissymétrique d'une pièce dans le moule

On peut de nouveau considérer le trajet de refroidissement sous pression simplifié utilisé au paragraphe 1.2.2.2 (mécanismes de pression figée seulement pris en compte) et au paragraphe 1.2.2.3 (combinaison de la pression figée et du retrait thermique). On obtient un résultat identique, schématisé sur la Figure 1.16. Dans ce cas, la pièce va se courber après éjection vers le côté refroidi le plus lentement.

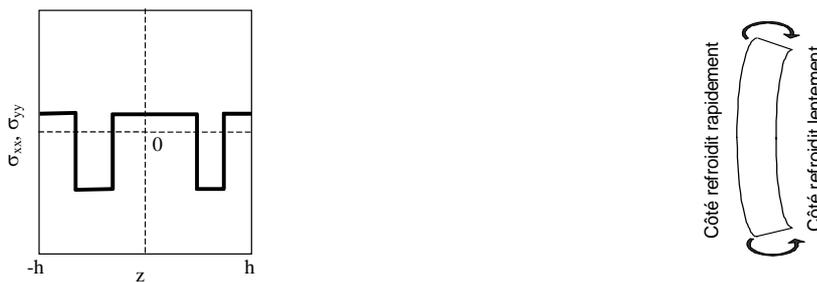


Figure 1.16: Profil de contrainte en refroidissement dissymétrique : pour $z = -h$, le coefficient de transfert thermique est plus grand que pour $z = h$

Plusieurs auteurs ont tenté de préciser les effets combinés de pression et de température dans des situations plus réalistes [Chang *et al.*, 95; Denizart *et al.*, 95 ou Jansen *et al.*, 98]. Ces

⁷ Il est plus correct de raisonner en terme de dissymétrie de transfert thermique. Dans le cas d'un angle, par exemple, les températures du noyau et du moule extérieur peuvent être identiques mais les transferts thermiques transitoirement très différents.

derniers ont mesuré la courbure d'une plaque injectée en polycarbonate. Pour la pression de maintien la plus basse (30 MPa), la courbure se fait du côté chaud, mais pour des pressions supérieures à 45 MPa, elle se fait du côté froid [Jansen *et al.*, 98]. Ceci s'explique par le fait que dans le premier cas, la pression de solidification de la zone solidifiant en dernier (qui est décalée vers le côté chaud) est basse, et qu'elle va donc avoir une expansion moindre que celle des couches de surface (Figure 1.17-a, et situation de la Figure 1.15). Dans le second cas, elle va avoir une expansion supérieure (b).

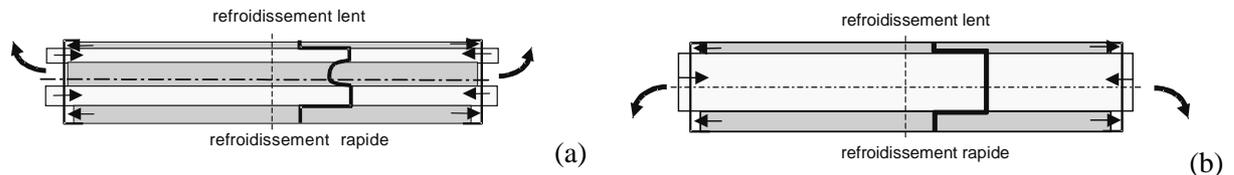


Figure 1.17: Effet de la pression figée (profil indiqué en gras) en refroidissement dissymétrique: compactage «faible», la pression figée est inférieure à la pression de maintien dans la zone de cœur (a) et compactage «fort», la pression de compactage est figée jusqu'à solidification complète (b)

1.3 Détermination expérimentale des contraintes résiduelles

Différentes techniques ont été utilisées, comme la méthode du trou, la méthode de relaxation des contraintes, la photoélasticimétrie, la méthode d'enlèvement de couche, la diffraction des rayons X. Elles sont décrites par Isayev (87). C'est la méthode d'enlèvement qui a été la plus utilisée pour l'étude des pièces en polymère. Elle est la technique la plus adaptée pour obtenir un profil des contraintes dans l'épaisseur [Turnbull *et al.*, 99].

1.3.1.1 Les méthodes de détermination des contraintes résiduelles

La plupart des techniques, brièvement décrites ici, viennent de l'étude des contraintes dans les métaux. Peu sont transposables telles qu'elles.

1.3.1.1.1 La méthode du trou

Le principe de cette méthode est de déposer des jauges pour mesurer les déformation autour d'un trou percé dans la pièce. Son utilisation pour les polymères n'est guère aisée. Les difficultés viennent notamment du collage des jauges et de l'apparition de fissures lors du perçage du trou [Ito, 77].

1.3.1.1.2 La méthode de relaxation

Elle requiert d'enlever un échantillon de taille spécifique d'une pièce. Elle est basée sur le fait que la cinétique de fluage et de relaxation de contraintes dépendent de la quantité de contraintes résiduelles. Deux techniques, basées sur la relation loi-puissance entre contraintes et vitesse de déformation en traction uniaxiale, sont disponibles pour cette méthode [Abdelkader, 93]. Il n'est cependant pas possible d'obtenir un profil de contraintes dans l'épaisseur.

1.3.1.1.3 La photoélasticimétrie

Cette méthode permet, en étudiant la biréfringence, de connaître l'état de contrainte. Le

problème majeur est de déconvoluer la contribution de l'orientation moléculaire et des contraintes. De plus, il est plus aisé d'obtenir des résultats dans le plan de la pièce que dans l'épaisseur [Imbert, 98; Monasse, 98].

1.3.1.1.4 La diffraction des rayons X

La mesure des contraintes par diffraction des rayons X n'est pas utilisable directement pour les polymères. Une solution est d'incorporer des charges métalliques dans la matrice, en faisant l'hypothèse majeure qu'il y a une adhérence parfaite entre le métal et le polymère, condition sine qua non de la transmission intégrale des contraintes aux charges [Barett, 76; Fenn, 87]. Cette approche a plutôt été testée sur des matériaux composites.

1.3.1.1.5 La technique d'enlèvement de couches

Elle fut, d'abord, introduite par Treuting et Read pour des produits métalliques [Treuting *et al.*, 51] puis appliquée par la suite aux polymères amorphes et semi-cristallins [So *et al.*, 76]. Un échantillon plan est extrait de la pièce (ce n'est évidemment pas possible sur les pièces de forme complexe). Des couches de 0,03 à 0,5 mm sont successivement retirées de cet échantillon⁸. On mesure à chaque fois la courbure du reste de l'échantillon résultant du nouvel équilibre de contraintes, et une analyse élastique, isotrope et homogène permet d'obtenir la répartition de contraintes dans l'épaisseur. Cette méthode est délicate à mettre en œuvre, et son principe n'est pas exempt de critique. Elle est en tout cas efficace pour comparer des pièces injectées dans des conditions différentes et/ou avec différents polymères. C'est, de loin, la méthode la plus communément utilisée pour l'étude des pièces polymères. C'est la méthode la plus fiable pour obtenir un profil de contraintes résiduelles dans l'épaisseur d'une pièce injectée [White, 84; Turnbull *et al.*, 99]. Une présentation exhaustive de cette technique est donnée dans le paragraphe 2.3.1. Notons, cependant, que cette méthode est fondée sur des hypothèses fortes qui sont régulièrement contestées [Siegmann *et al.*, 81; Hastenberg *et al.*, 92 ou Jansen *et al.*, 99]. Parmi elles, deux ont fait l'objet d'une attention plus particulière. D'abord, on suppose que les propriétés élastiques du matériau sont constantes dans l'épaisseur, ensuite, que l'enlèvement successif des couches ne perturbe pas l'état de contrainte dans l'échantillon.

La détermination des contraintes dans le cas d'un matériau hétérogène dans l'épaisseur

L'une des principales hypothèses sur laquelle est fondée la théorie de Treuting & Read est que le matériau est homogène dans l'épaisseur (voir détails dans le paragraphe 3.3.1). Cette hypothèse est la plus forte et la plus discutée [Hindle *et al.*, 81; Siegmann *et al.*, 81]. De nombreux auteurs ont montré que les propriétés élastiques (E , ν) des matériaux injectés variaient dans l'épaisseur; c'est le cas pour les polymères renforcés (fibres courtes, longues ...) bien sûr, mais aussi pour les polymères semi-cristallins (Patterson *et al.*, 89; Fujiyama *et al.*, 92) et, dans une moindre mesure, pour les polymères amorphes (Turnbull *et al.*, 99). Afin de tenir compte de ces variations, diverses approches utilisant le pelage de couches ont été proposées. White (85) puis Paterson *et al.* (89) ont présenté une approche dérivée de celle de Treuting & Read, dans laquelle ils se proposent de tenir compte de façon simplifiée⁹ de la variation du module d'Young dans l'épaisseur. Cette méthode part de l'hypothèse, forte, que le

⁸ On est limité par la profondeur de passe minimale qu'autorise l'outil de coupe.

⁹ Deux cas sont proposés: le module d'Young varie de façon linéaire dans l'épaisseur ou l'épaisseur est décomposée en deux couches et une valeur de module est attribuée à chacune d'entre elles.

profil de contraintes est parabolique dans l'épaisseur et ne tient pas compte des variations du coefficient de Poisson. La méthode s'avère être particulièrement laborieuse et les résultats obtenus sont très peu différents de ceux obtenus avec la méthode classique. Les auteurs n'en recommandent l'utilisation que pour les matériaux chargés de fibres dans lesquels les variations de modules peuvent être brusques [Paterson *et al.*, 89]. Toujours basée sur la mesure du rayon de courbure, Eijpe *et al.* (97) s'intéressent à la détermination des contraintes dans les matériaux chargés. Ils font l'hypothèse que la pièce injectée est assimilable à un composite stratifié symétrique avec des plis orientés à 90° les uns par rapport aux autres¹⁰. Les propriétés élastiques du matériau (E , ν) étant connues dans chaque pli et à partir de la mesure des courbures et des déformations dans les deux directions du plan, ils proposent une analyse pour déterminer le profil de contraintes dans la pièce. Ils estiment à 80%, l'erreur commise sur le niveau des contraintes si l'on considère le matériau comme isotrope dans l'épaisseur [Eijpe *et al.*, 97]. Dans tous les cas de figures, ces deux approches nécessitent de connaître la distribution des propriétés élastiques dans la pièce, couche par couche et dans tous les endroits de la pièce que l'on souhaite analyser.

Les perturbations engendrées lors de l'enlèvement des couches

La deuxième hypothèse forte consiste à supposer que l'enlèvement successif des couches ne perturbe pas l'état de contrainte dans l'échantillon [Treuting *et al.*, 51]. Après usinage, White (84) inspecte la surface à l'aide d'un microscope électronique à balayage. Il ne relève aucune marque de refonte ou d'endommagement. Il préconise une vitesse de rotation de fraise la plus rapide possible de façon à minimiser l'énergie dissipée pendant l'enlèvement de la couche. Hastenberg *et al.* (92) testent leur procédure d'enlèvement de couches (fraisage) sur des échantillons de polystyrène moulés par compression et recuits. Après plusieurs couches enlevées ils ne mesurent aucune courbure de l'échantillon et en déduisent que les conditions d'usinage ne génèrent pas de contraintes supplémentaires. Pham *et al.* (93) testent deux géométries de fraises pour deux vitesses de rotations. Les résultats sont d'une part bien reproductibles et, d'autre part, insensibles à la géométrie de l'outil. Akay *et al.* (96) montrent que l'opération de fraisage produit une augmentation de température d'environ 5 K en moyenne (dans le cas d'un polycarbonate). Cette température en surface augmente avec la profondeur de passe et la vitesse d'avance et lorsqu'on diminue la vitesse de rotation de l'outil. Ils attribuent cette élévation de température aux phénomènes de friction et de cisaillement entre le métal et le polymère. Ils estiment que l'élévation maximale de température enregistrée étant bien inférieure à la T_g du polymère, elle ne devrait engendrer aucune relaxation de contraintes et ne pas perturber les résultats. Plus récemment, Jansen *et al.* (99) estiment, eux, que la procédure d'enlèvement de couches entraîne un échauffement local de la surface susceptible de relaxer les contraintes dans les couches sous-jacentes. Le phénomène est d'autant plus important que le polymère a une mauvaise conduction thermique. Ils montrent, par ailleurs, que le niveau des contraintes augmente avec la vitesse de rotation de la fraise, notamment dans les couches de peau (la contrainte de compression en peau est de 2,5 MPa, resp. 9,5 MPa pour une vitesse de rotation de 500, resp. 2000 trs/min). Ils attribuent cette déviation à une production de chaleur excessive pendant l'usinage. Les auteurs proposent une solution alternative au traditionnel fraisage "mécanique" en utilisant le laser comme outil de découpe. Testé sur le polycarbonate, la technique donne des résultats comparables à ceux obtenus avec une fraise classique tournant

¹⁰ Ils font l'hypothèse que les fibres sont orientées de façon unidirectionnelle dans chacune des couches.

à faible vitesse.

L'ensemble de ces contributions ne permet pas de conclure, de façon claire, sur les conditions d'usinage à choisir (quelle profondeur de passe ?, quelle vitesse de rotation ? ...) ni sur les phénomènes physiques mis en jeu pendant la procédure (relaxation ou génération de contraintes ?). Nous n'avons, par ailleurs, trouvé aucune discussion détaillée sur l'usinage des matériaux renforcés.

1.3.1.2 Les contraintes résiduelles mesurées dans les pièces injectées

La plupart des analyses effectuées concernent les matériaux amorphes, le polycarbonate et le polystyrène en tête. La distribution de contrainte ainsi obtenue varie selon les auteurs. Certains [Isayev, 87; Denizart *et al.*, 90] trouvent deux zones de peau en compression et une zone de cœur en traction. Dans certains cas, le profil est très proche d'un profil parabolique de type trempe libre [Isayev *et al.*, 84; Akay *et al.*, 96] et dans d'autres, la zone de traction à cœur est à un niveau presque constant, la contrainte passant brusquement en compression près de la peau [Menges *et al.*, 80; Guo *et al.*, 99]. D'autres trouvent en plus deux couches en extrême surface en traction (Figure 1.18) [Hastenberg *et al.*, 92; Farhoudi *et al.*, 97], formées pendant la phase de remplissage.

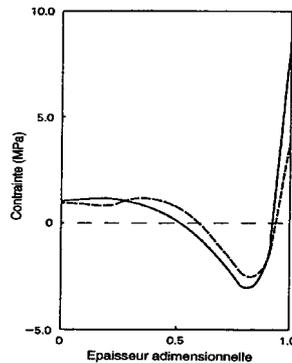


Figure 1.18: Profils de contraintes résiduelles dans l'épaisseur d'une plaque de polystyrène de 2 mm pour deux températures de moule, 25 °C (trait continu) et 55 °C (trait pointillé) [Hastenberg *et al.*, 92]

Pour Hindle *et al.* (92), la mesure de contraintes en peau reste très difficile, voire aléatoire pour plusieurs raisons: (i) le terme dominant dans l'expression de Treuting & Read comprend la dérivée de la courbe courbure en fonction de l'épaisseur enlevée. Cette valeur est difficile à déterminer pour la première couche enlevée en raison de la profondeur minimale de passe de la fraise, (ii) des phénomènes de relaxation peuvent influencer le résultat final et (iii) les contraintes que le fraisage engendre sont maximales dans cette couche¹¹. Pour eux, tous les résultats de contraintes dans une zone entre la surface et 0,2 mm sous la surface d'origine sont à prendre avec beaucoup de précautions [Hindle *et al.*, 92]. De plus, certains auteurs estiment que les contraintes en peau sont généralement sous estimées du fait de l'anisotropie des modules dans cette région [Pham *et al.*, 93].

Jansen *et al.* (99) injectent différents polymères amorphes de différentes viscosités et font varier le niveau de pression de maintien pour chacun des grades. Suivant la combinaison des conditions, ils trouvent ou non de la tension en peau. Pham *et al.* (93) ont présenté une étude très complète sur l'influence de la position par rapport au seuil d'injection sur la forme du profil des contraintes.

¹¹ Les mécanismes responsables ne sont pas explicités par les auteurs

Les polymères semi-cristallins ont été l'objet de moins d'attention. Certaines études portent sur l'effet du vieillissement ou du recuit sur les niveaux de contraintes [Coxon *et al.*, 80, Li Tong *et al.*, 97]. Farhoudi et Kamal (99) se sont spécifiquement intéressés aux polymères semi-cristallins, au polyéthylène haute densité en particulier. Ils ont étudié différentes positions dans la pièce et ce, pour différentes conditions d'injection. Dans tous les cas, ils trouvent un profil inversé par rapport à un profil de type "trempe libre", c'est à dire une large zone de cœur en légère compression, et deux zones de peau plus fines en forte traction. Ils expliquent cette allure par le compactage plus long par rapport à un polymère amorphe¹². Le même type de profil avait été obtenu par d'autres auteurs, dans le cas de polymères amorphes comme le polycarbonate, pour une position très près du seuil d'injection [Pham *et al.*, 93]. Dans tous les cas, les contraintes dépassent rarement 15 MPa.

En ce qui concerne les polymères chargés, très peu d'études, à notre connaissances ont été présentées. Hindle *et al.* (92) suivent les conclusions de White (85) et mesurent des profils de contraintes résiduelles dans un polypropylène chargé de fibres de verre courtes à l'aide de la technique de Treuting & Read classique, c'est à dire en considérant que les propriétés élastiques sont bien constantes dans l'épaisseur ! Ils trouvent deux zones de peau en compression et une zone de cœur en traction. Wilkinson¹³ *et al.* (98), avec la même technique, mesurent des profils de contraintes dans des thermodurcissables chargés en fibres de verre, pour différentes conditions d'injection. Le niveau mais aussi le signe des contraintes qu'ils mesurent varient de façon imprédictible d'une pièce à une autre et même d'une position à une autre dans la même pièce. De telles variations ne leur permettent pas de dégager de conclusions particulières. Ils attribuent ces écarts aux variations de distributions d'orientation de fibres dans la pièce.

1.4 Calcul des déformations et contraintes résiduelles

1.4.1 Approches théoriques 2D

Les sources des contraintes résiduelles sont donc nombreuses. L'importance (en terme de valeur) de chacune d'entre elles est aujourd'hui plus claire. Cependant la manière dont elles interagissent les unes avec les autres reste encore floue. L'intérêt tardif que lui ont témoigné les acteurs de l'injection plastique s'explique pour deux raisons. D'abord, historiquement, la priorité a été donnée à la modélisation des phases de remplissage puis de compactage, qui ont servi dans un premier temps aux dessinateurs et concepteurs de moules pour réduire les coûts de fabrication. Ensuite, la modélisation des contraintes résiduelles nécessite, on l'aura compris, une carte précise et complète des températures et des pressions au sein de la pièce; elle est donc directement dépendante des modélisations antérieures des phases d'injection et de compactage. Il est encore à l'heure actuelle difficile de tenir compte de l'ensemble des phénomènes physiques pour calculer les contraintes et déformation résiduelles. Mais la quasi-majorité des modèles actuels tiennent compte de la combinaison des effets du retrait thermique et de la pression figée.

¹² La cavité qu'ils utilisent, une plaque plane de dimensions 100x60x3 mm avec un seuil d'injection très large, présente des possibilités de compactage probablement bien supérieures à celles des conditions industrielles.

¹³ Hindle, Paterson, Wilkinson font tous partie de l'équipe du professeur White, Université de Newcastle, Angleterre.

Certaines auteurs utilisent une **approche thermoélastique** pour le solide [Mills, 83; Titomanlio *et al.*, 87; Denizart *et al.*, 95; Boitout *et al.*, 95; Jansen *et al.*, 96; Farhoudi *et al.*, 99]. Parmi eux on peut noter l'approche Farhoudi *et al.* (99) qui tiennent compte de la cristallisation en résolvant l'équation décrivant la cinétique, et qui introduisent un module d'élasticité fonction du taux de cristallinité via une loi des mélanges.

L'introduction de la viscoélasticité a été une étape supplémentaire. Des modèles **thermoviscoélastiques** ont été développés et utilisés par Baaijens (91), Douven (91), Rezayat *et al.* (91), Boitout (93), Bushko *et al.* (96), Kabanemi *et al.* (98), Zheng *et al.* (99) ou encore Guo *et al.* (99). Les profils de contraintes obtenus sont souvent similaires à ceux obtenus avec une loi élastique mais avec des niveaux légèrement inférieurs, les contraintes se relaxent.

Une loi linéaire (on reste dans l'hypothèse des petites déformations) de type Maxwell muti-mode, en supposant que le matériau est thermorhéologiquement simple (i.e. il suit une superposition temps-température simple) est celle qui est le plus couramment retenue. Le tenseur des contraintes de Cauchy s'écrit alors,

$$\sigma = -p^h \mathbf{I} + \sigma^d$$

Où σ^d est la partie déviatorique du tenseur des contraintes, p^h est la pression hydrostatique, et \mathbf{I} est le tenseur unité. Leurs expressions respectives sont :

$$\sigma^d = \sum_{i=1}^m 2 \int_0^t G_i e^{-(\xi(t)-\xi(t'))/\lambda_i} \varepsilon^d dt'$$

$$\xi(t) = \int_0^t \frac{1}{a_T} ds$$

$$p^h = -\frac{1}{3} \text{tr}(\sigma) = \int_0^t \left(\frac{\alpha}{\kappa} T - \frac{1}{\kappa} \text{tr}(\varepsilon) \right) dt'$$

Dans lesquelles, ε est le tenseur linéaire des déformations et G_i et λ_i sont le module de cisaillement et le temps de relaxation du $i^{\text{ème}}$ mode du modèle de Maxwell. Le facteur de glissement (du principe de superposition temps – température), a_T , est déterminé à partir d'une loi WLF ou d'une loi d'Arrhenius. Le coefficient d'expansion volumique thermique, α (dépendant de la température) et le coefficient de compressibilité, κ , sont déterminés à partir des courbes Pression-Volume-Température (pVT), caractéristiques de chaque polymère.

Comme souligné, au cas par cas, dans le paragraphe 1.2.3, certains auteurs se distinguent en tenant compte de la déformation du moule [Baaijens, 91], du glissement dans le moule [Boitout, 93 ou Buschko *et al.*, 96] ou encore de la cristallisation induite par l'écoulement [Guo *et al.*, 99].

L'anisotropie du matériau n'a été considérée que par très peu d'auteurs (deux à notre connaissance) dans le cas de l'injection plastique¹⁴. D'abord, Rezayat *et al.* (91), pour SDRC's Plastics[®], proposent un modèle thermoviscoélastique anisotrope complet, mais ils ne présentent aucun résultat numérique. Ensuite, pour le compte de la société Moldflow[®], Zheng

¹⁴ En réalité les deux modèles sont isotropes transverses

et al. (99) proposent un modèle identique qu'ils couplent avec un calcul d'orientation de fibres pour les phases de remplissage et de compactage. C'est le modèle utilisé dans cette étude. Il sera l'objet d'une revue détaillée dans le chapitre 4.

Les principales hypothèses

- *Les contraintes de cisaillement figées liées à l'écoulement* ne sont, dans la majorité des modèles, pas prises en compte.
- *Gestion du front de solidification*: la difficulté est de différencier le solide du liquide. C'est un problème très délicat et la grande majorité des auteurs utilisent, en première approximation, la température comme critère de seuil pour le passage du liquide au solide [Boitout (93); Zoetelief (96); Zheng *et al.*, 99]. Le choix de cette température est fondamental car c'est elle qui va déterminer la fin du compactage et le début du calcul des contraintes résiduelles dans le solide. Pour les polymères amorphes, c'est la température de transition vitreuse qui est choisie. Pour les polymères semi-cristallins, c'est la température dite de "non-écoulement", T_{nf} , qui est la plus utilisée¹⁵. Pour un polystyrène caractérisé par Moldflow, Luyé (99) montre que cette température de non-écoulement (indépendante de la pression) est supérieure à la température de transition vitreuse, notamment aux basses pressions. L'utilisation de ce critère de température ne résout pas le problème du comportement mécanique à adopter pour le solide entre T_{nf} et T_g . De La Villéon (95) montre, par le calcul, qu'une petite augmentation dans le choix de la température de non-écoulement conduit à un accroissement non négligeable (jusqu'à 10 %) de l'état de traction dans la pièce.
- *Prise en compte de la déformation du moule*: la plupart des modèles ne prennent pas en compte la déformation du moule, qu'elle soit globale ou locale. C'est une des principales raisons qui fait que les codes de calculs ont, en général, tendance à sous évaluer la pression dans la cavité [Zoetelief, 96]. Le premier effet de cette déformation est qu'elle permet d'admettre une quantité supérieure de matière dans la cavité, ce qui améliore la qualité du compactage. Baaijens (91) montre que l'introduction d'une petite quantité d'élasticité permet de maintenir une pression plus élevée pendant plus longtemps (Figure 1.19).

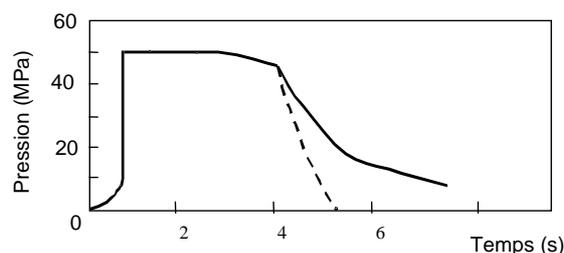


Figure 1.19: Evolution de la pression en fonction du temps : calcul classique (---) et prise en compte de l'élasticité du moule (—) [Baaijens, 91]

On a vu que le fait de modifier la distribution de pression va avoir une influence significative sur la répartition des contraintes résiduelles au sein de la pièce (cf. § 1.2.2.2).

¹⁵ La T_{nf} (No-Flow temperature) est mesurée à l'aide d'un rhéomètre capillaire spécifique. On recherche la température à laquelle il n'y a plus d'écoulement de matière au travers d'un tube de 1 millimètre de diamètre pour 20 mm de longueur. La mesure est réalisée à une seule pression (autour de 40 MPa) et la vitesse de refroidissement est de 40 degrés par minute

Certains auteurs ont confirmé cette dépendance, comme Titomanlio et Jansen (96) ou Baaijens (91) qui montrent ainsi que l'introduction de l'élasticité du moule dans le code de calcul provoque une diminution significative des contraintes résiduelles dans la pièce, et ce plus spécifiquement dans le cœur de la pièce (voir Figure 1.20).

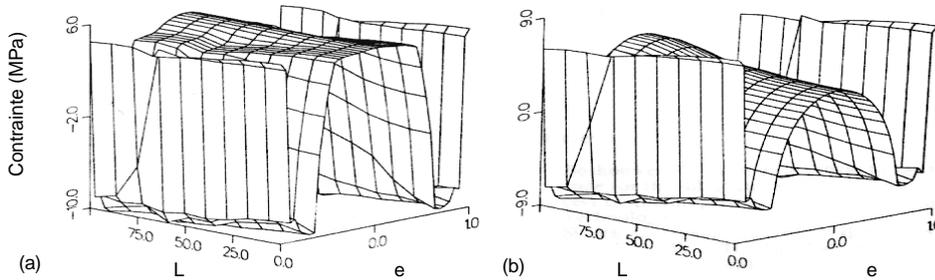


Figure 1.20: Distribution des contraintes résiduelles dans l'épaisseur, e , et dans la longueur, L , sans (a) et avec (b) prise en compte de l'élasticité du moule [Baaijens, 91]

Les auteurs partent du principe que la déformation du moule est la conséquence directe du niveau de pression qui s'applique de façon normale à la paroi de l'empreinte. L'élasticité du moule est donc prise en compte en décomposant (dh/dt) en $((dh/dp).(dp/dt))$, où h est l'épaisseur d'acier constituant le moule et p la pression dans le polymère liquide. Cela revient en fait à introduire la compliance du moule à travers le terme (dh/dp) (Baaijens (91), Boitout (93), Zoetelief (96)). On notera cependant que les différents auteurs ne tiennent pas compte de la spécificité de chacun des modes de déformation cités plus haut (Figure 1.12).

- *Prise en compte de la cristallisation*: le problème de base est qu'on néglige généralement la cinétique de cristallisation parce qu'elle est difficile à modéliser dans les conditions réelles de l'injection. Le problème est généralement approché et il existe plusieurs solutions, comme la prise en compte d'un terme source lié à l'enthalpie de cristallisation, l'utilisation d'une capacité calorifique équivalente ou plus généralement l'utilisation d'une valeur moyenne de la capacité calorifique [Zheng *et al.*, 99]. Friedl *et al.* (91) ont essayé de tenir compte, dans leur modèle, de la cristallinité des polymères, en incorporant un terme de chaleur latente de cristallisation dans l'équation de la chaleur. L'introduction de la cristallisation a pour effet de garder le liquide plus chaud plus longtemps (voir Figure 1.21). Dans le procédé d'injection, cela fournit de l'énergie supplémentaire qui contribue à remplir le moule de façon plus complète et de produire un meilleur compactage.

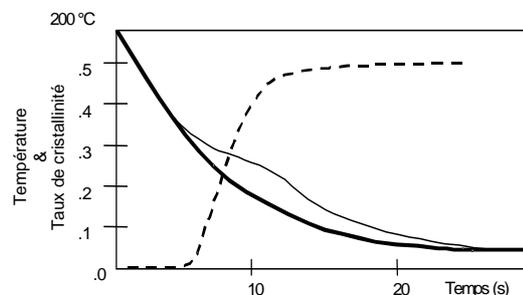


Figure 1.21: Evolution de la cristallinité (----) et de la température, sans (—) et avec introduction de la chaleur latente de cristallisation (—) au cours du temps [Friedl *et al.*, 91]

Plus récemment, Guo *et al.* (99) ont proposé une approche originale, dans le cas d'un

remplissage – refroidissement (sans compactage) simplifié (matériau incompressible), dans laquelle le calcul des contraintes thermiques et d'écoulement est couplé avec un calcul de cinétique de cristallisation. La cristallisation induite par l'écoulement est prise en compte.

- *Traitement de la pièce après éjection*: la pièce continue son refroidissement après avoir été éjectée. L'ensemble des modèles actuels considère que la pièce est complètement solide et qu'elle a un comportement purement élastique après éjection.

Les principales conditions aux limites

- *A l'interface liquide/solide* : lorsqu'il y a coexistence d'une phase liquide et d'une phase solide, la contrainte normale σ_{zz} est égale à l'opposée de la pression dans le liquide (z étant la normale à l'interface).

- *Contact mécanique à l'interface pièce/moule*: la majorité des modèles admettent que la pièce puisse se détacher du moule mais par contre font l'hypothèse que la pièce ne peut glisser à l'intérieur du moule. Les mouvements dans le plan tangent à la cavité sont donc impossibles et le décollement est autorisé si la contrainte dans l'épaisseur devient nulle. Seule la déformation ε_{zz} dans l'épaisseur z est non nulle, les autres déformations sont nulles. La majorité des auteurs estiment qu'à l'intérieur de la cavité, pendant la phase de refroidissement, les retraits sont bloqués par la géométrie non uniforme du moule (coins, angles, nervures, changements d'épaisseur ...) et par les fortes pressions à l'intérieur du polymère liquide qui plaquent les couches solides contre les parois du moule [Kabanemi *et al.*, 98]. Rezat (91) parvient à la conclusion qu'à l'exception de géométries très simples (type plaque), les hypothèses précédentes sont applicables et les conditions aux limites de non-glissement sont justifiées. A notre connaissance, peu d'auteurs prennent en compte le glissement (donc le frottement) de la pièce à l'intérieur du moule. Parmi eux, Boitout (93) laisse à la pièce la possibilité de glisser dans le plan tangent, et utilise une loi de Coulomb pour évaluer le frottement entre les couches externes du polymère solide et les parois du moule.

$$\sigma_t = -\mu \left\| \sigma_n \right\| \frac{u}{\|u\|} \quad (1.24)$$

Où μ est le coefficient de frottement, u le déplacement tangentiel et, σ_n et σ_t sont respectivement les contraintes normale et tangentielle. Notons que Boitout (93) autorise un glissement du polymère le long des parois lors de son retrait dans le moule, et donc calcule un champ de déplacement dès le début. Le calcul montre que le voilage d'une plaque décroît de 6 à 10 % quand le glissement à la paroi est introduit. Titomanlio et Jansen (96) font, eux, l'hypothèse que la force de frottement dépend de la pression appliquée le long de la paroi et l'intègrent le long de celle-ci,

$$\left| F_{fr}(x,t) \right| \cong \eta_{fr} \int_a^b P(x,t) dx \quad (1.25)$$

Où η_{fr} est le coefficient de frottement, a correspond à la position du seuil et b , à la partie de la pièce libre de tout mouvement suivant la direction tangente x . Cette dernière approche reste très similaire à la précédente, puisque tous deux supposent que la pression est constante

dans l'épaisseur.

- *Les conditions de transfert thermique à l'interface pièce/moule*: on fixe généralement une température ou un coefficient de transfert thermique constant à la paroi du moule. On peut également faire un calcul complet de la thermique du moule pour calculer la température à l'interface. Massé et al.(2001) ont déterminé expérimentalement le changement de transfert thermique pendant le compactage et le refroidissement dans le moule, et un calcul numérique reproduit dans une situation 2D simple la réalité.

1.4.2 Approche semi-empirique Moldflow

1.4.2.1 Motivations

La motivation de la part de la société Moldflow de construire un modèle semi-analytique mathématique trouve son origine dans le fait que plusieurs facteurs limitent considérablement la précision d'un modèle purement théorique¹⁶. Tout d'abord le modèle théorique se base sur des valeurs très difficiles à déterminer donc souvent approximatives: la température de non-écoulement, qui détermine le départ du calcul des contraintes, est délicate à obtenir. Ou encore les courbes pVT sont mesurées dans des conditions qui ne sont pas représentatives des très importantes vitesses de refroidissement qui ont lieu lors de l'injection. Ensuite, il n'existe aujourd'hui pas de modèle satisfaisant pour calculer l'anisotropie induite lors de l'écoulement. Le rôle de la cristallinité dans la construction des contraintes résiduelles est aussi encore très mal connu. Enfin il manque des données concernant les spectres de relaxation nécessaires pour les calculs viscoélastiques et le principe de superposition temps – température n'est valable que pour les matériaux thermorhéologiquement simples, ce qui est loin d'être le cas pour tous les polymères qui sont aujourd'hui injectés.

1.4.2.2 L'approche semi-analytique Moldflow

L'approche semi-analytique par les retraits locaux développée par Moldflow est la suivante [Walsh, 92]: elle part d'un plan d'expérience pour mesurer les retraits locaux parallèles (S^{\parallel}) et perpendiculaires (S^{\perp}) à l'écoulement dans une plaque rectangulaire.

Ces retraits linéiques sont exprimés en fonction de paramètres M_i liés aux conditions de moulage et à partir de constantes a_i , relatives à l'interpolation dans la base de données,

$$\begin{aligned} S^{\parallel} &= a_1. M_v + a_2. M_c + a_3. M_r + a_4. M_o^{\parallel} + a_5 \\ S^{\perp} &= a_6. M_v + a_7. M_c + a_8. M_r + a_9. M_o^{\perp} + a_{10} \end{aligned} \quad (1.26)$$

Une série de simulations de la plaque test est donc réalisée avec les mêmes conditions que le plan d'expérience dans le but d'apprécier la valeur des paramètres M_i pour chaque élément (équation (1.26)). Ces paramètres M_i retenus par Moldflow sont,

- Le retrait volumique, M_v qui est calculé pour chaque élément à partir des courbes pVT .
- Le taux de cristallinité, M_c . Il est modélisé par une loi de type Avrami qui permet de déterminer le taux de cristallinité en considérant que la température est constante à chaque

¹⁶ Notons qu'une approche similaire a été développée dans le cadre du CLIP (Club des Logiciels de l'Industrie Plastique) par Hecini (92). Ces travaux n'ont pas été poursuivis depuis.

incrément de temps.

- Le paramètre M_r prend en compte la relaxation du polymère ainsi que les contraintes thermiques dans le moule. Il est calculé à partir d'une loi viscoélastique de type Kelvin-Voigt. Il permet de rendre compte des blocages géométriques que peuvent constituer des zones non relaxées par rapport à des zones déjà relaxées.

- Le paramètre M_o décrit l'orthotropie des retraits combinée avec le modèle de relaxation décrit dans le paragraphe précédent. Une fois relaxées, ces contraintes sont moyennées dans l'épaisseur et sont divisées en un terme d'orientation parallèle Mo^{\parallel} et perpendiculaire Mo^{\perp} au sens de l'écoulement de la matière.

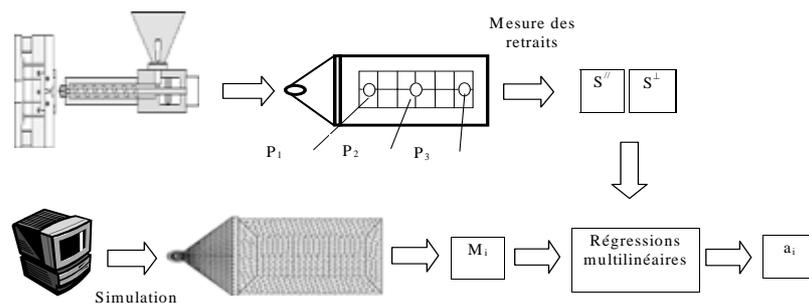


Figure 1.22: Schématisation de la méthode de caractérisation de la matière pour le calcul semi-analytique Moldflow des retraits parallèles et perpendiculaires en vue de simuler les retraits et les déformations

A partir des mesures dans la plaque test des retraits linéiques S_i et des résultats de simulation de remplissage, compactage et refroidissement M_i , on détermine, par régression multilinéaire, les constantes a_i (Figure 1.22) qui sont intégrées dans le fichier de caractérisation matière (i.e. la base de données matières).

La déformée d'une pièce complexe est obtenue par utilisation des retraits S_i locaux dans un calcul de structure. Un calcul linéaire permet d'analyser la stabilité de la géométrie. En cas de flambage, on passe en mode de calcul non-linéaire.

1.4.3 Les approches 3D

Une approche 3D a été développée par Denizart (90) dans le cadre du CLIP: il s'agit d'un calcul par éléments finis utilisant des briques isoparamétriques à huit nœuds. La loi de comportement est thermoélastique. Le calcul commence à la fin du remplissage et la phase liquide est approchée par un solide de faible module d'Young et d'un coefficient de Poisson proche de 0,5. En l'absence de calcul de compactage, il suppose que le retrait thermique dans les zones liquides est nul (apport de nouvelle matière) tant que le seuil n'a pas figé. Ensuite on commence le calcul des retraits thermiques dans les zones liquides et solides, qui est équivalent à la diminution de pression dans le cas d'un refroidissement isochore. Ces retraits "thermiques" sont stockés puis "libérés" au moments du démoulage. C'est le retour élastique. Ensuite, il effectue un calcul de refroidissement à l'air libre et le niveau de contraintes continue à augmenter. Pendant cette phase il tient compte de la relaxation des contraintes par une simple loi exponentielle. Les confrontations avec l'expérience ont montré des résultats encourageant mais insuffisants dans de nombreuses situations. La modélisation approximative du compactage et du comportement viscoélastiques n'y est probablement pas étrangère [Boitout,

93].

Une autre approche thermoviscoélastique 3D a été développée par Kabanemi *et al.* (92) pour le calcul des contraintes résiduelles "thermiques". Le matériau est supposé isotrope. Les déplacements dans le moule ne sont pas bloqués. La pièce est traitée comme dans le cas d'une trempe libre. Cela a pour conséquence de négliger l'effet de la pression de maintien. Les profils de contraintes obtenus sont donc paraboliques, avec de la compression en peau et de la tension à cœur.

1.5 Conclusion du Chapitre 1

Parmi les différentes techniques développées ces dernières années, la technique d'enlèvement de couches, associée à une analyse élastique, est apparue comme la méthode la plus pertinente pour mesurer les contraintes résiduelles dans les pièces injectées. Cette approche est cependant mal adaptée pour déterminer des contraintes dans un matériau hétérogène. Par ailleurs, les perturbations générées lors de l'enlèvement successif des couches sont mal estimées, donc mal contrôlées, et ne permettent pas de conclure, de façon claire, sur les conditions d'usinage à utiliser pour nos matériaux.

Les résultats de distributions de contraintes mesurées dans l'épaisseur varient d'un auteur à l'autre. Certains trouvent deux zones de peau en compression et une zone de cœur en traction, avec soit un profil proche de ce l'on obtient en trempe libre soit un profil plus aplati dans la région de cœur. D'autres trouvent, en plus, deux couches de traction dans les dernières couches de peau. D'autres, encore, trouvent un profil inversé par rapport au profil de type "trempe libre", c'est à dire une large zone de cœur en légère compression et deux zones de peau plus fines en forte traction. Dans tous les cas, les contraintes dépassent rarement 15 MPa. Les polymères semi-cristallins sont peu étudiés par rapport aux polymères amorphes.

Le calcul des déformations et contraintes résiduelles demeure un problème délicat. La physique particulièrement complexe des phénomènes impliqués reste difficile à incorporer. A l'issue de cette étude, la qualité de la prédiction des contraintes résiduelles apparaît être étroitement liée, d'une part, à la qualité de la modélisation du comportement du matériau (viscoélasticité, cristallisation, hétérogénéité structurelle) et, d'autre part, à la bonne prise en compte des conditions aux limites à la paroi (contact mécanique et thermique, déformation du moule).

CHAPITRE 1ETAT DE L'ART SUR LES CONTRAINTES RESIDUELLES DANS LES PIECES INJECTEES 5

1.1	LE CYCLE D'INJECTION	5
1.2	DEFORMATIONS ET CONTRAINTES RESIDUELLES	6
1.2.1	<i>Introduction</i>	6
1.2.2	<i>Les principaux phénomènes physiques</i>	6
1.2.2.1	Le retrait thermique	6
1.2.2.1.1	Cas d'une trempe libre.....	6
1.2.2.1.2	Cas d'une pièce refroidissant dans un moule sans pression	8
1.2.2.2	Les contraintes figées	9
1.2.2.3	Combinaison du retrait thermique et de la pression figée	11
1.2.3	<i>Autres phénomènes physiques</i>	13
1.2.3.1	Caractéristiques du matériau	13
	Le comportement viscoélastique	13
	La transition liquide – solide	18
	La cristallisation	18
	Hétérogénéité et anisotropie structurelle	18
1.2.3.2	Interface pièce-moule	19
	Contact mécanique pièce-moule.....	19
	Contact thermique	20
1.2.3.3	La déformation du moule	20
1.2.3.4	Les effets 3D	21
1.2.3.5	Cas du refroidissement dissymétrique	21
1.2.3.5.1	Refroidissement dissymétrique libre.....	22
1.2.3.5.2	Refroidissement dissymétrique d'une pièce dans le moule	22
1.3	DETERMINATION EXPERIMENTALE DES CONTRAINTES RESIDUELLES	23
1.3.1.1	Les méthodes de détermination des contraintes résiduelles	23
1.3.1.1.1	La méthode du trou	23
1.3.1.1.2	La méthode de relaxation.....	23
1.3.1.1.3	La photoélasticimétrie.....	23
1.3.1.1.4	La diffraction des rayons X.....	24
1.3.1.1.5	La technique d'enlèvement de couches.....	24
	La détermination des contraintes dans le cas d'un matériau hétérogène dans l'épaisseur	24
	Les perturbations engendrées lors de l'enlèvement des couches.....	25
1.3.1.2	Les contraintes résiduelles mesurées dans les pièces injectées	26
1.4	CALCUL DES DEFORMATIONS ET CONTRAINTES RESIDUELLES.....	27
1.4.1	<i>Approches théoriques 2D</i>	27
	Les principales hypothèses	29
	Les principales conditions aux limites.....	31
1.4.2	<i>Approche semi-empirique Moldflow</i>	32
1.4.2.1	Motivations.....	32
1.4.2.2	L'approche semi-analytique Moldflow.....	32
1.4.3	<i>Les approches 3D</i>	33
1.5	CONCLUSION DU CHAPITRE 1.....	34

Chapitre 2 Détermination expérimentale des déformations et contraintes résiduelles

2.1 Introduction

La validation des modèles et des hypothèses passe par une bonne maîtrise des conditions et des techniques expérimentales de mesure des contraintes résiduelles. Après une brève description de la technique utilisée pour mesurer les déformées des pièces injectées (2.2), nous présenterons une approche originale de détermination des profils de contraintes résiduelles que nous validerons et discuterons dans le détail (2.4). Enfin, nous présenterons l'ensemble des résultats obtenus à l'aide de cette technique pour le polypropylène (2.5). Nous regarderons, en particulier, l'influence des différentes conditions d'injection sur les profils de contraintes mesurés.

2.2 Les moules et les matières utilisés

2.2.1.1 Matières

L'ensemble des matières a été fourni par la société Solvay.

Le Polypropylène (PP)

Le matériau étudié ici est un polypropylène homopolymère dont la référence complète est le PP ELTEX HV252. Ce matériau a été choisi pour trois raisons principales: i) c'est un polymère semi-cristallin dont les conditions de moulage sont simples et aujourd'hui bien maîtrisées, ii) ses propriétés physiques ont été caractérisées par Moldflow, ce qui est nécessaire pour l'utilisation du logiciel et enfin, iii) il a été l'objet d'une étude poussée dans le cadre d'un projet antérieur (SWIM¹) qui a conduit à un certain nombre d'améliorations qui seront mises à profit dans les calculs. Ce matériau est destiné principalement aux applications à caractère alimentaire (articles ménagers, bouchons, couvercles...). Ses principales caractéristiques sont données dans le Tableau 2.1.

¹ Shrinkage and Warpage in Injection Moulding (1996-99)

Matériau Notation	Polypropylène PP	
Propriétés mécaniques		
Module d'Young (E)	MPa	1400
Coefficient de Poisson (ν)		0,43
Propriétés thermiques		
Densité	g/cm^3	0,931
Chaleur spécifique (C_p)	J/K	2787
Conductivité thermique (λ)	$W/m/K$	0.1

Tableau 2.1: Propriétés mécaniques et thermiques du PP

L'acrylonitrile butadiène-styrène (ABS)

Les principales propriétés physiques de ce polymère thermoplastique amorphe sont données dans le Tableau 2.2. Ce matériau n'est utilisé ici que pour valider une technique développée dans ce chapitre.

Matériau Notation	acrylonitrile butadiène-styrène ABS	
Propriétés mécaniques		
Module d'Young (E)	MPa	2500
Coefficient de Poisson (ν)		
Propriétés thermiques		
Densité	g/cm^3	1,06
Chaleur spécifique (C_p)	J/K	
Conductivité thermique (λ)	$W/m/K$	0,2

Tableau 2.2: Propriétés mécaniques et thermiques de l'ABS

Le polyarylamide (PAA)

Fourni par Solvay, ce polymère est soit sans fibres, soit renforcé à 30 ou 50 % en fibres de verre courtes. Ses principales propriétés physiques sont données dans le Chapitre 4, consacré à l'étude des thermoplastiques chargés. On étudiera ici seulement son comportement en usinage pour l'enlèvement de couches.

2.2.1.2 Moules et conditions d'injection

2.2.1.2.1 Le moule plaque

Les essais d'injection ont été réalisés à l'un des centres de recherche et de développement de Moldflow (Melbourne, Australie) à l'aide d'une presse Battenfeld 400 instrumentée.

Le moule et son instrumentation

Les critères de choix de la géométrie de l'empreinte ont été les suivants: une géométrie simple facilement injectable, un mode de déformation de la pièce facilement quantifiable, la possibilité de découper des échantillons pour l'analyse des contraintes résiduelles et, enfin, un moule d'empreinte bien instrumenté (capteurs de pression et température).

Le moule disponible répondant le mieux à ces critères est le moule *plaque* qui est utilisé par Moldflow pour la caractérisation des matières². Une vue de celui-ci ainsi que les positions des

² Constitution de la base de données matière: cf. § 1.4.2 (Chapitre 1)

capteurs de pression et de température sont données sur la Figure 2.1. La cavité est une plaque de 1,7 mm d'épaisseur pour 200 mm de longueur et 40 mm de largeur. Elle est alimentée par un seuil en nappe permettant d'obtenir un front de matière unidirectionnel en entrée. La position légèrement rentrée des éjecteurs par rapport à la surface fait que la pièce ne peut pas glisser dans le moule. L'empreinte du moule comporte 18 gravures en surface qui permettent de mesurer les retraits de la pièce, localement, parallèlement et perpendiculairement. Le moule est équipé d'un thermocouple et de deux capteurs de pression Kistler.

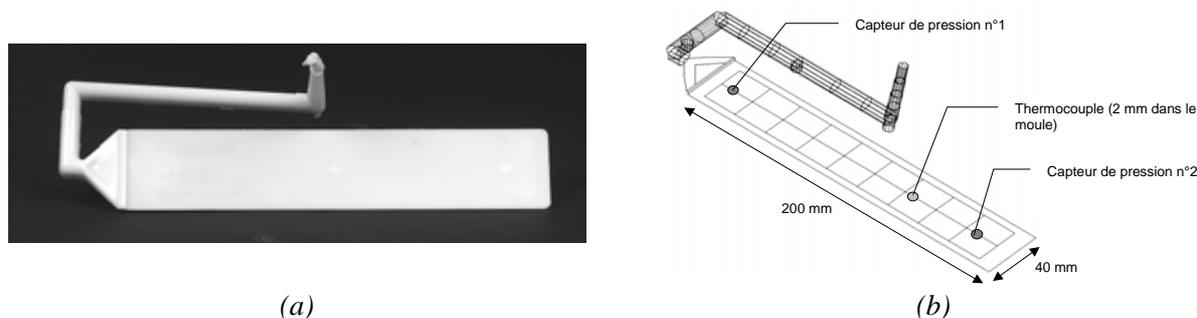


Figure 2.1: Photo de l'empreinte de plaque et de son alimentation (a) et positions des capteurs de pression et de température (b)

Conditions d'injection

Les conditions d'injection des PP, ABS et PAA sont présentées dans le Tableau 2.2. Pour les PAA, nous indiquons seulement les conditions dites standard utilisées dans ce chapitre. D'autres conditions seront présentées et utilisées au chapitre 4. Les conditions dites "standard" pour le PP sont notées en gras. Les conditions de refroidissement dissymétriques (pour le PP) et les températures des parties du moule correspondantes sont indiquées dans le Tableau 2.3. Le profil dit standard correspond au profil *prof 1* (Figure 2.2).

Paramètres		PP		ABS	PAA
Pression de maintien	MPa	40	80	40	45
Temps de maintien en pression	s	15		15	15
Temps de refroidissement (hors temps de maintien)	s	15		15	15
Débit d'injection	cm ³ /s	15		15	15
Température du moule	°C	50	25	25	130

Tableau 2.2: Conditions d'injections pour le polypropylène (les conditions dites "standard" sont en gras)

ΔT	°C	10	30	40
$T^{\circ}_{\text{partie fixe}} / T^{\circ}_{\text{partie mobile}}$		35/45	30/60	33/73

Tableau 2.3: Conditions de refroidissement dissymétriques et températures des parties du moule correspondantes, pour le PP

Nous avons testé, par ailleurs, l'influence du profil de pression au moment de la commutation pour le PP. Dans les conditions standards, le profil *prof 1* montre une continuité entre la fin du remplissage et le compactage (Figure 2.2). Le profil *prof 2* présente un pic à la commutation, souvent rencontré dans la pratique de l'injection. Dans la condition non standard de pression de compactage élevée, le profil *prof 3* est similaire au profil *prof 2*.

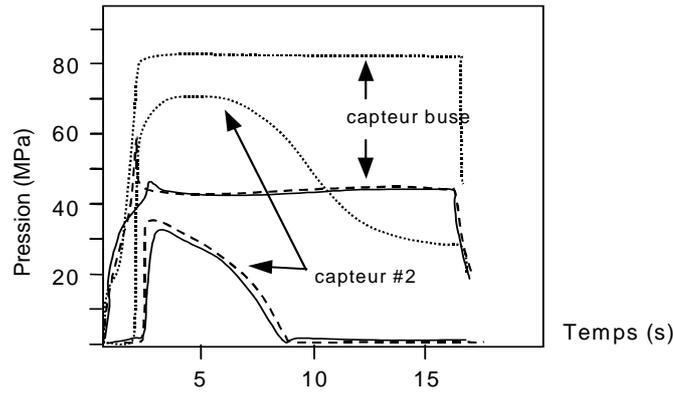


Figure 2.2: Différents profils de pression testés: prof 1 (—), prof 2 (---) et prof 3 (···)

Position des échantillons pour l'analyse des contraintes

Dans le but de regarder l'influence de la position vis à vis du seuil, on choisit deux zones d'analyse, l'une près du seuil et l'autre au bout de la plaque. Elles sont notées positions P1 et P2, respectivement (Figure 2.3).

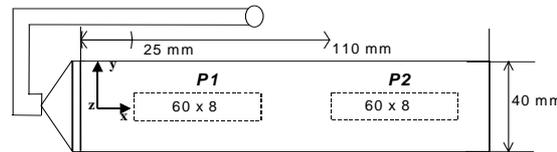


Figure 2.3: Positions et tailles des échantillons extraits de la plaque injectée pour l'analyse des contraintes résiduelles

2.2.1.2.2 Le moule coins

Les essais d'injection ont été réalisés au LVTP de l'ENSAM à Paris par M. Beck et G. Regnier. Le moule appartient à la société Solvay.

Géométrie du moule

Un vue de la pièce coins et les positions des angles et des différentes zones où sont extraites les échantillons pour l'analyse des contraintes résiduelles sont représentées sur la Figure 2.4. Les échantillons sont perpendiculaires à l'écoulement.

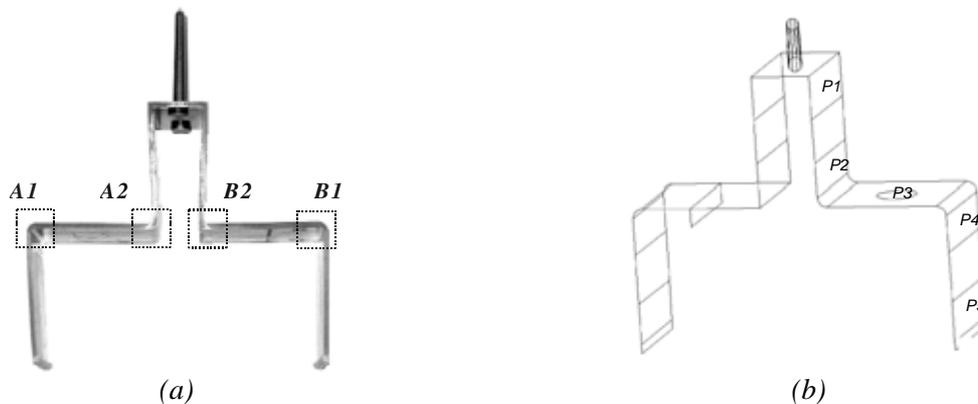


Figure 2.4: Vue de la pièce "coins" et notation des angles mesurés (a) et dimensions et position des zones d'analyse sur la pièce (b)

Conditions d'injection

Les conditions d'injections du polypropylène pour le moule *coins* sont données dans le Tableau 2.4. Ces conditions sont des conditions d'injection standards.

Paramètres		
Pression de maintien	MPa	25
Temps de maintien en pression	s	18
Temps de refroidissement (hors temps de maintien)	s	12
Temps d'injection	s	3,4
Température du moule	°C	40

Tableau 2.4: Conditions d'injections du polypropylène pour le moule "coins"

2.3 Mesure des déformées résiduelles

Les mesures de déformation sont réalisées à l'aide d'un projecteur de profils Leitz PP 500 qui permet de mesurer la déformation des pièces avec une précision de $\pm 20 \mu\text{m}$. L'objectif utilisé pour mesurer le voilage donne un rapport de grandissement de 50/1. On travaille en lumière transmise. La pièce à étudier est éclairée par l'intermédiaire d'un système condenseur, au moyen d'une lampe à incandescence centrée et son image apparaît sur l'écran sous l'aspect d'un profil net sur fond clair. L'image de l'échantillon est projetée avec un rapport de haute précision sur l'écran. Les principaux avantages de cette technique est qu'elle permet une mesure sans contact, rapide et précise.

2.4 Mesure des contraintes résiduelles

La méthode par enlèvement de couches est la plus adaptée à notre étude: elle constitue, aujourd'hui, la meilleure technique pour déterminer un profil de contraintes dans l'épaisseur d'une pièce injectée [Turnbull *et al.*, 99]. Dans le cas de nos plaques planes, l'extraction d'échantillons plats est simple. L'enlèvement successif des couches reste cependant une opération fastidieuse et longue. Nous allons, dans un premier temps, détailler l'approche de Treuting & Read (2.4.1) sur laquelle est basée l'approche des moments de flexion que nous présenterons dans le paragraphe suivant (2.4.2). Nous validerons ensuite cette approche à l'aide de la première méthode, dans des configurations bien connues et pour deux types de matériaux (2.4.3). Enfin, une discussion sur la validité de la technique d'enlèvement de couche sera proposée (2.4.4).

2.4.1 L'approche de Treuting et Read

2.4.1.1 Principe

Le principe est le suivant: on enlève successivement une fine couche à l'échantillon de départ et on mesure la courbure de l'échantillon qui résulte de la perturbation de l'état d'équilibre initial. On renouvelle l'opération jusqu'à la demi-épaisseur. Il est ainsi possible de reconstruire le profil de contraintes initial dans l'échantillon [Treuting *et al.*, 51].

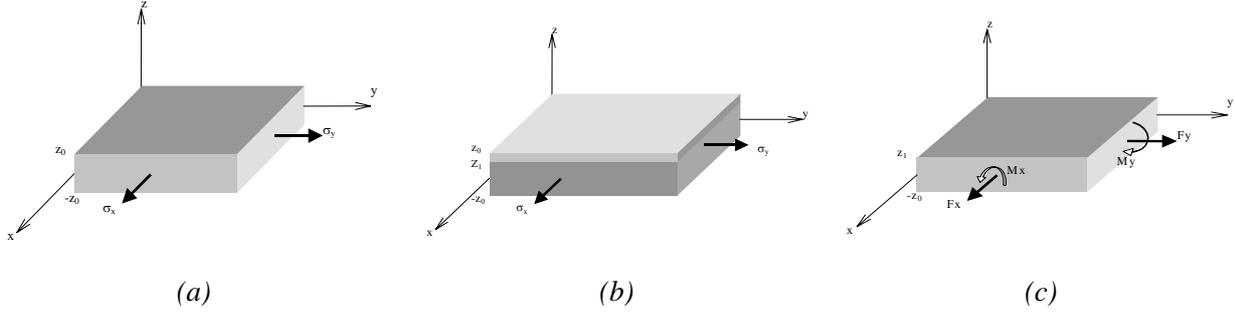


Figure 2.5: Schéma de principe de l'échantillon dans son état initial (a), enlèvement d'une couche d'épaisseur \$(z_0-z_1)\$ en surface (b) et forces et moments résultants (c)

Considérons une plaque plane d'épaisseur \$h\$, dans le plan \$(x,y)\$ et \$z\$ est la direction dans l'épaisseur (Figure 2.5-a). On enlève une couche sur la surface supérieure (b), telle que la nouvelle surface supérieure est à la côte \$z=z_1\$. Si l'on empêche l'échantillon de se déformer et si on considère que l'enlèvement de la couche ne génère pas de contraintes supplémentaires, alors la distribution de contraintes initiales reste constante mais les forces et moments qui agissent sur les côtés ne sont plus nuls (c). Sur une section normale à l'axe \$x\$, la force \$F_x\$ et le moment \$M_x\$, par unité de longueur, sont fonction de la profondeur de la couche extraite,

$$F_x(z_1) = \int_{-z_0}^{z_1} \sigma_x(z) dz \quad (2.1)$$

$$M_x(z_1) = \int_{-z_0}^{z_1} \sigma_x(z) \left(z + \frac{z_0 - z_1}{2} \right) dz \quad (2.2)$$

La ligne médiane de la section se trouve déplacée de \$-(z_0-z_1)/2\$ suivant \$z\$. On a le même type d'équations pour la section de normale \$y\$. Notons que la relation entre le moment de flexion et la contrainte est indépendante des propriétés élastiques du matériau.

Les forces \$F_x\$ et \$F_y\$ et les moments \$M_x\$ et \$M_y\$ sont égaux aux forces et moments externes nécessaires pour empêcher la plaque de se déformer. Si on retire ces forces externes, la plaque doit se déformer pour retrouver un d'équilibre interne. En terme de déformation, la force est reliée à l'élongation et le moment à la courbure. Cette dernière étant plus facile à mesurer, on choisit d'exprimer le moment correspondant à la côte \$z_1\$, \$M_x(z_1)\$, en fonction de la courbure \$\varphi\$. La flexion pure d'une plaque plane, dans le domaine élastique, et pour un matériau isotrope, est donnée par [Timoshenko, 40],

$$M_x(z_1) = -\frac{E(z_0 + z_1)^3}{12(1-\nu^2)} (\varphi_x(z_1) + \nu\varphi_y(z_1)) \quad (2.3)$$

Où \$E\$ est le module d'Young et \$\nu\$, le coefficient de Poisson, supposés constants dans l'épaisseur et \$\varphi_x\$ et \$\varphi_y\$ sont les courbures dans les directions \$x\$ et \$y\$, respectivement. Cette relation est donc dépendante des propriétés du matériau. Les détails du calcul sont donnés dans l'Annexe A.

En substituant l'équation (2.3) dans l'équation (2.2), on obtient une équation qui relie la contrainte \$\sigma_x\$ à la courbure mesurée,

$$\sigma_x(z_1) = -\frac{E}{6(1-\nu^2)} \left\{ \begin{aligned} & (z_0 + z_1)^2 \left(\frac{d\varphi_x(z_1)}{dz_1} + \nu \frac{d\varphi_y(z_1)}{dz_1} \right) + 4(z_0 + z_1)(\varphi_x(z_1) + \nu\varphi_y(z_1)) \\ & - 2 \int_{z_1}^{z_0} (\varphi_x(z_1) + \nu\varphi_y(z_1)) dz \end{aligned} \right\} \quad (2.4)$$

Les détails du calcul sont donnés dans l'Annexe A.

Si on fait l'hypothèse que la courbure est identique dans le sens perpendiculaire et parallèle à la plaque ($\varphi(x) = \varphi(y)$), alors $\sigma_x = \sigma_y$ et l'équation (2.4) s'écrit alors,

$$\sigma_x(z_1) = \sigma_y(z_1) = -\frac{E}{6(1-\nu)} \left\{ (z_0 + z_1)^2 \frac{d\varphi_x(z_1)}{dz_1} + 4(z_0 + z_1)\varphi_x(z_1) - 2 \int_{z_1}^{z_0} \varphi_x(z_1) dz \right\} \quad (2.5)$$

L'équation sous cette forme a nécessité un certain nombre d'hypothèses. Elles sont présentées dans le paragraphe suivant.

2.4.1.2 Hypothèses associées à la relation de Treuting & Read

La relation permet donc de relier directement la contrainte à la courbe de l'échantillon. Cette approche nécessite cependant de faire des hypothèses, dont certaines sont critiquées par de nombreux auteurs (Cf. paragraphes 2.3.1.2 et 2.3.1.3). Elles sont classées par ordre d'importance,

- (i) le module E et le coefficient de Poisson ν sont constants dans l'épaisseur et dans le plan de la pièce,
- (ii) l'enlèvement successif des couches ne perturbe pas l'état de contrainte dans l'échantillon,
- (iii) les variations de contraintes se font dans l'épaisseur uniquement³,
- (iv) la courbure de l'échantillon est et reste un arc de cercle au cours de l'enlèvement successif des couches.

2.4.2 L'approche des moments de flexion

L'un de nos objectifs est de déterminer des profils de contraintes résiduelles dans des thermoplastiques qu'ils soient amorphes ou semi-cristallins, chargés en fibres ou non. Dans l'une ou l'autre configuration, ces matériaux ne satisfont pas la première hypothèse (i). Les techniques présentées jusqu'à présent pour déterminer les profils de contraintes résiduelles dans les matériaux anisotropes nécessitent dans tous les cas une connaissance précise couche par couche des propriétés élastiques du matériau analysé (Cf. § 2.3.1.2). Cela implique dans le cas d'un matériau chargé soit de connaître l'orientation des fibres couche par couche soit d'établir une carte de distribution des propriétés au mieux dans l'épaisseur au pire dans l'ensemble de la pièce. Au-delà de la quantité de mesures que cela peut représenter, il est clair qu'aux erreurs de mesure des contraintes elles-mêmes vont venir s'ajouter les erreurs de mesure de ces propriétés.

L'idée d'une approche indépendante des propriétés élastiques du matériau, déjà suggérée par Treuting et Read (51) à l'époque, apparaît donc comme très intéressante de ce point de vue. En

³ La technique n'est pas adaptée pour détecter des concentrations de contraintes dans des régions qui seraient plus petites que la surface de l'échantillon analysé.

effet, on montre qu'on peut établir une relation, indépendante des propriétés du matériau, entre la contrainte et le moment de flexion suivant le principe schématisé sur la Figure 2.6,

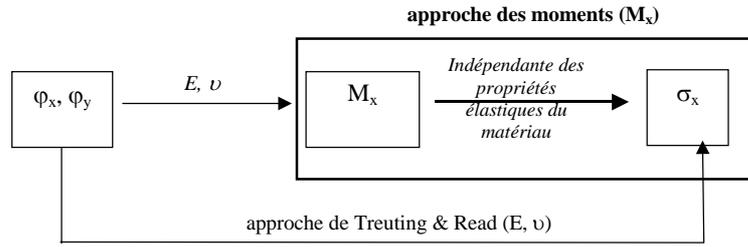


Figure 2.6: Schéma du principe de l'approche des moments: cette approche est indépendante des propriétés élastiques du matériau

Nous en donnons les principales équations dans le premier paragraphe (2.4.2.1). La difficulté vient principalement de la mise en place d'un dispositif expérimental précis et adapté à l'étude des polymères. Le dispositif complet utilisé est présenté dans le paragraphe suivant (2.4.2.2). Enfin, avant de conclure, nous présenterons une analyse inverse qui nous permet, à partir du profil de moments dans l'épaisseur, de déterminer la distribution de module dans l'épaisseur (2.4.2.4).

2.4.2.1 Principe et équations

Relation contrainte-moment

Toujours en suivant les notations de la Figure 2.5, si M_x est donné, on différencie l'équation (2.2) par rapport à z_1 afin d'obtenir une expression de $\sigma_x(z)$,

$$\frac{dM_x(z_1)}{dz_1} = \sigma_x(z_1) \left(\frac{z_0 + z_1}{2} \right) - \frac{1}{2} \int_{-z_0}^{z_1} \sigma_x(z) dz \quad (2.6)$$

En réarrangeant et en utilisant l'équation (2.1), l'équation précédente s'écrit,

$$\sigma_x(z_1) = \left(\frac{1}{z_0 + z_1} \right) \left(F_x(z_1) + 2 \frac{dM_x(z_1)}{dz_1} \right) \quad (2.7)$$

L'équation (2.1) peut s'écrire aussi sous la forme,

$$\frac{dF_x(z_1)}{dz_1} = \frac{d}{dz_1} \left\{ \int_{-z_0}^{z_1} \sigma_x(z) dz \right\} = \sigma_x(z_1) \quad (2.8)$$

En substituant les équations (2.1) et (2.8) dans (2.7) et en utilisant la condition limite $F_x(z_0)=0$, on obtient après intégration,

$$-\int_{z_1}^{z_0} \frac{2}{(z_0 + z)^2} \frac{dM_x(z)}{dz} dz = \frac{F_x(z)}{z_0 + z_1} \quad (2.9)$$

En utilisant la condition limite $M_x(z_0)=0$ et en intégrant par parties, on obtient,

$$F_x(z_1) = \frac{2M_x(z_1)}{z_0 + z_1} - 4(z_0 + z_1) \int_{z_1}^{z_0} \frac{M_x(z)}{(z_0 + z)^3} dz \quad (2.10)$$

En substituant l'équation (2.10) dans l'équation (2.7), on obtient finalement, par unité de largeur,

$$\sigma_x(z_1) = \frac{2}{z_0 + z_1} \frac{dM_x(z_1)}{dz_1} + \frac{2}{(z_0 + z_1)^2} M_x(z_1) - 4 \int_{z_1}^{z_0} \frac{M_x(z)}{(z_0 + z)^3} dz \quad (2.11)$$

De la même forme que l'expression finale de Treuting & Read, cette relation est, elle, indépendante des propriétés élastiques (E , ν) du matériau.

Relation moment – force

La détermination du moment de flexion repose sur l'idée de mesurer la force P nécessaire pour aplatir à nouveau l'échantillon, après sa déformation suite à l'enlèvement d'une couche en surface. Considérons une barre rectangulaire contenant un état de contraintes initial que l'on cherche, qui correspond à un moment de flexion M_{in} quand la barre est droite. Considérons maintenant l'action d'un système de forces extérieures sur cette barre (la force P que l'on applique). L'équation du moment de flexion de la barre s'écrit alors [Newman *et al.*, 57],

$$M_{ex} = \frac{EI}{R} + M_{in} \quad (2.12)$$

Où M_{ex} est le moment externe, M_{in} est la distribution de moment interne, E est le module d'Young, I le second moment d'inertie et R le rayon de courbure. La distribution de moment dans une plaque de longueur L soumise à la force verticale P (Figure 2.7) est donnée par,

$$M_{ex} = \frac{P}{2} x, \quad (2.13)$$

Pour tout x compris entre 0 et $L/2$.

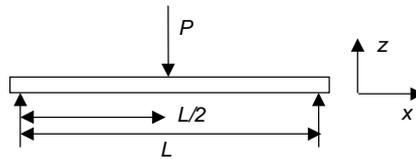


Figure 2.7: Barre de section rectangulaire soumise à un effort de flexion trois points

En petites déformations, la courbure peut être approchée par: $1/R = d^2z/dx^2$. En substituant l'équation (2.13) dans l'équation (2.12), on obtient donc :

$$EI \frac{d^2z}{dx^2} = \frac{P}{2} x - M_{in} \quad (2.14)$$

On intègre l'équation (2.14) deux fois et en utilisant les conditions aux limites (a) et (b),

(a) $dz/dx=0$ pour $x=L/2$ (b) $z=0$ pour $x=0$

on obtient,

$$EIz = \frac{Px^3}{12} - M_{in} \frac{x^2}{2} + \frac{M_{in}L}{2}x - \frac{PL^2}{16}x \quad (2.15)$$

Quand l'échantillon est plat, $z=0$ au milieu de la barre (i.e. $x=L/2$), on obtient donc finalement, une expression simple pour le moment interne,

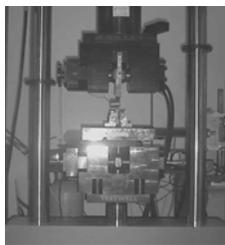
$$M_{in} = \frac{PL}{6} \quad (2.16)$$

Remarque: Dans le cas d'un échantillon initialement courbé (avant tout enlèvement de couche), on utilise de la même façon l'équation (2.12) en soustrayant au terme gauche de l'équation le moment correspondant à la courbure initiale. On montre facilement, qu'après enlèvement d'une couche, si on remet l'échantillon dans sa position initiale (i.e. avec sa courbure initiale), on trouve à nouveau, pour cette nouvelle condition aux limites, $M_{in}=PL/6$. Le dispositif expérimental mis en place nous permet, d'une part, d'estimer avec précision la courbure initiale de l'échantillon et, d'autre part, de faire arrêter l'essai à la côte correspondante.

2.4.2.2 Dispositif expérimental

Techniquement cela représente deux difficultés importantes: d'abord savoir exactement quand l'échantillon est plat et, ensuite, mesurer avec précision la force nécessaire pour remettre l'échantillon à plat.

La solution technique la plus satisfaisante s'est avérée être l'utilisation d'une machine de traction sur laquelle on installe un dispositif de flexion trois points. On choisit une machine de traction hydraulique DARTEC, pilotée par ordinateur (Figure 2.8). La force est mesurée à l'aide d'un capteur de force de 2N et le déplacement par un capteur LVDT (Linear Variable Displacement Transducer) précis au $1/100^{\text{ème}}$ de mm installé sur le bâti de la machine de traction.



(a)



(b)

Figure 2.8: Vue du montage expérimental pour mesurer les contraintes résiduelles à l'aide des moments de flexion: vue de la machine de traction (a) et détail du montage de flexion trois points (b)

Après chaque enlèvement de couche, la nouvelle épaisseur (restante) est mesurée à l'aide d'un Palmer en cinq points de l'échantillon. On vérifie que la couche enlevée est bien uniforme (moins de $5 \mu\text{m}$ d'écart entre les 5 valeurs) sinon on réitère l'opération d'enlèvement. On fait le zéro à l'aide d'une cale de référence, on pose l'échantillon sur les appuis et on se place

légèrement au-dessus (quelques dixièmes). On applique ensuite un déplacement de $50 \mu\text{m/s}$ jusqu'à d_s et on fait l'acquisition des données sur ordinateur: on mesure la flèche ($d_s - d_0$) et la force $P_s(d_s)$ nécessaire pour remettre l'échantillon à plat (Figure 2.9). On renouvelle l'opération successivement après chaque enlèvement de couche, jusqu'à la demi-épaisseur.

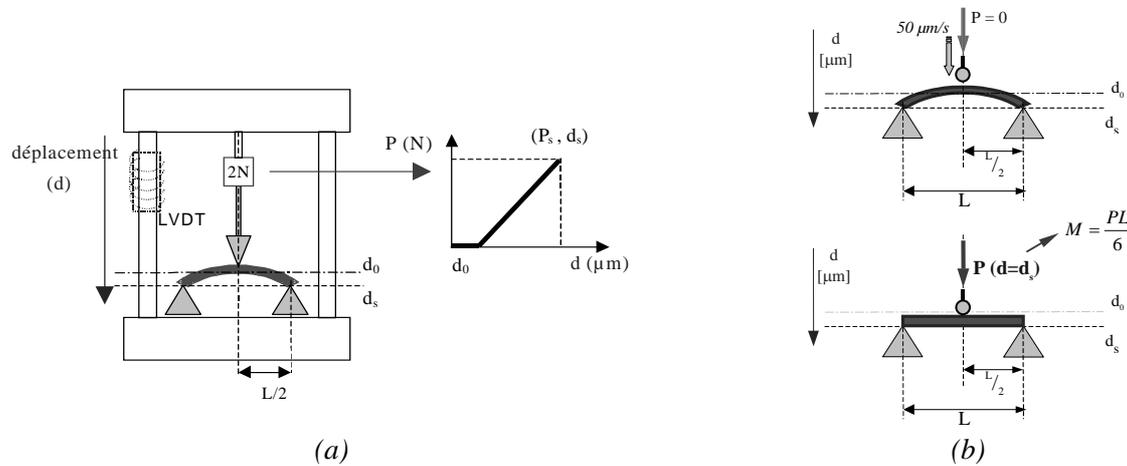


Figure 2.9: Schéma de principe du dispositif expérimental d'essai de flexion 3 points pour la mesure du moment de flexion (a) et principe de mise à plat de l'échantillon (b)

Un autre avantage de ce montage est qu'il est possible, pour un même échantillon et dans exactement les mêmes conditions expérimentales (température, pression, humidité, temps de sollicitation ...) de mesurer, pour chaque couche enlevée, la force P_s donc le moment de flexion M , et la valeur de la flèche, donc de la courbure⁴, φ . On peut donc utiliser parallèlement les deux approches (i.e. Treuting & Read et méthode des moments).

2.4.2.3 Analyse et méthodologie

Organigramme

L'obtention des contraintes résiduelles par la méthode de Treuting et Read et par la méthode des moments se fait en parallèle; elle est décrite dans l'organigramme suivant (Figure 2.10). La méthode de Treuting et Read est notée en italique

⁴ La valeur de la courbure à partir de la flèche est approchée (développements limités) par: $\varphi = 1/r$ avec $r = (L^2 + 4F^2)/8F$ où r est le rayon de courbure, $F = d_s - d_0$ la flèche et L la longueur de l'échantillon

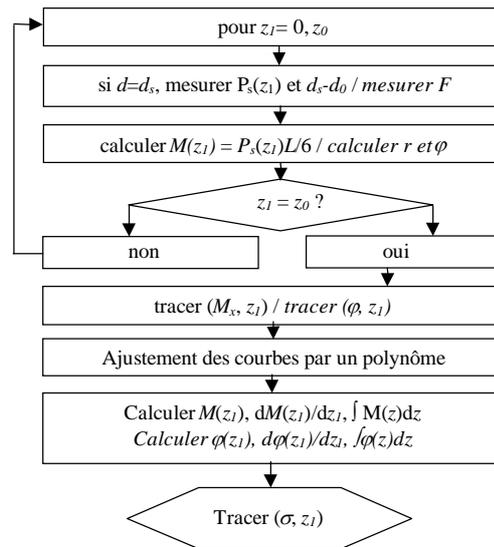


Figure 2.10: Organigramme de la mesure et du calcul du profil de contraintes résiduelles à l'aide de la méthode des moments et de Treuting & Read (en italique).

Traitement des données

Les relations (2.5) et (2.11) sont très sensibles à leur premier terme (i.e. terme de dérivée) et en particulier dans les toutes premières couches sous la surface où les variations de la courbure et/ou du moment peuvent être importantes. Il est donc primordial de bien prendre en compte ces variations. A partir de la variation du moment (resp. courbure) dans l'épaisseur, on fait passer un polynôme d'interpolation de degré n au plus près des points expérimentaux. On peut de cette manière multiplier les intervalles d'analyse et donc prendre en compte ces variations sans les sur (ou sous) estimer. Il n'est pas rare que l'on soit obligé d'utiliser plusieurs polynômes ou bien une interpolation manuelle, notamment aux extrémités (i.e. cœur et surface) où les variations sont brusques. Une illustration en est donnée sur la Figure 2.11.

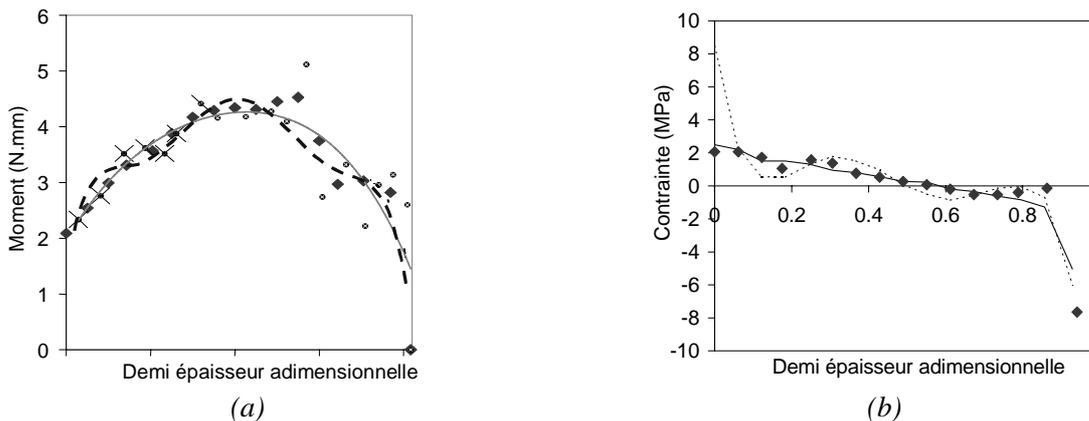


Figure 2.11: Profils de moments dans l'épaisseur (a) et profils de contraintes correspondants aux différents types d'interpolation choisis (b): points expérimentaux (x), interpolation manuelle (♦), polynômes du 4^{ème} (----) et du 5^{ème} degré (—)

On voit ici clairement que le choix du degré du polynôme est important. Les corrections manuelles sont indispensables aux extrémités si l'on ne veut pas commettre des erreurs grossières. Le manque de points expérimentaux dans les premières couches de surface (on est limité par la profondeur de passe minimale caractéristique de l'outil de coupe) apporte donc une

certaine imprécision aux résultats de contraintes dans cette région.

Afin de valider les résultats de profils de contraintes et étant donnée l'incertitude dans les couches de peau, nous validons le profil obtenu, en terme d'équilibrage, en vérifiant que l'intégrale de la contrainte sur l'épaisseur donne bien zéro.

2.4.2.4 Détermination des propriétés mécaniques par analyse inverse

En effectuant le raisonnement inverse, il est a priori possible, à partir des profils de moments de flexion, d'estimer les variations du module dans l'épaisseur. En effet, à partir d'un essai de flexion 3 points d'une barre, les équations de résistance des matériaux nous donnent [Giet *et al.*, 68],

$$F = \frac{PL^3}{48EI} \quad (2.17)$$

Où F et L sont respectivement la flèche et la longueur de l'échantillon. E est le module d'Young et I , le moment d'inertie.

De cette relation on peut extraire la valeur du module dans l'échantillon. Cependant, on obtient, successivement, une valeur "moyenne" du module de l'échantillon après chaque enlèvement de couche. Pour avoir une idée plus précise de la distribution du module dans l'épaisseur, on fait l'hypothèse d'un échantillon composite à cinq couches (Figure 2.12).

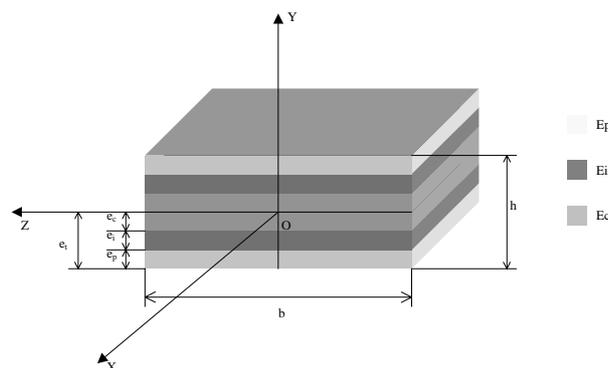


Figure 2.12: Représentation schématique d'une coupe d'un échantillon et représentation des différentes couches

L'épaisseur et le nombre de couches varient en fonction du matériau (cristallisation, orientation, renfort ...), des conditions d'injections, de la géométrie de la pièce injectée. L'épaisseur de chaque couche peut être déterminée à partir d'observations microscopiques (ou autres) de sections dans l'épaisseur. Par exemple dans le cas du polypropylène, des observations au microscope optique dans des pièces injectées font apparaître la structure suivante (suivant la taille des sphérolites): une zone de peau (e_p) et une zone intermédiaire (e_i) à peu près de même épaisseur et une zone de cœur (e_c) centrale deux fois plus épaisse [Regnier, 99].

Mise en équation du problème

On considère donc l'échantillon comme un composite tricouche symétrique. On fait l'hypothèse que chaque couche est élastique isotrope et indissociable des couches voisines. Les inconnues du problème sont les modules E_p (module de la couche de peau), E_i (module de la couche intermédiaire), E_c (module du cœur). Pour chaque couche enlevée, on peut calculer la

rigidité équivalente du matériau restant $\langle EI_z \rangle$ [Gay, 89] :

$$\langle EI_z \rangle_k = \int E_k \cdot y^2 dS \quad (2.18)$$

L'indice k représente la couche, peau, intermédiaire ou cœur. L'intégration porte sur la surface de l'échantillon dans le plan (y,z). Ce calcul nécessite de recalculer la position du centre élastique pour chaque couche enlevée :

$$a = \frac{\int E_i \cdot y \cdot dS}{\int E_i \cdot dS} \quad (2.19)$$

On aboutit donc à un système de 3 équations à 3 inconnues: (E_p , E_i , E_c). Les valeurs mesurées sont les rigidités équivalentes⁵ $\langle EI_z \rangle$ et les épaisseurs des couches (e_p , e_i , e_c), les autres données géométriques restent constantes. Par contre, les distances aux centres élastiques (a , a' et a'') dépendent de (E_p , E_i , E_c), ce qui donne un système non linéaire. Tous les détails de calcul sont donnés dans l'Annexe B).

Résolution

On résout le système de façon incrémentale, suivant l'organigramme de calcul suivant,

Initialisations de a , a' et a''

Boucle

calcul de E_p , E_i , E_c ,

calcul de $a_{calculé}$, $a'_{calculé}$ et $a''_{calculé}$,

si a , a' et a'' inférieurs à 0, incrémentation de a , a' et a'' ,

si a , a' et a'' supérieurs à e_t , décrémentation de a , a' et a''

aller à Boucle

sinon,

$a_{calculé} = a$, $a'_{calculé} = a'$ et $a''_{calculé} = a''$,

calcul de E_p , E_i , E_c

Fin

2.4.3 Validation de l'approche des moments de flexion

Pour valider cette approche originale, on se place dans deux configurations bien particulières pour lesquelles on confronte les deux techniques de détermination des contraintes (i.e. l'approche de Treuting & Read et celle des moments). Dans le premier cas, l'objectif est d'obtenir une pièce dans laquelle on a le minimum de variations du module dans l'épaisseur et pour lequel on devrait donc obtenir des profils sensiblement équivalents, puisque l'hypothèse de propriétés constantes n'est plus une forte approximation: on choisit de travailler avec des plaques en acrylonitrile butadiène-styrène (ABS) injectées à faible vitesse pour minimiser le plus possible les phénomènes d'orientation dans la pièce (i.e. anisotropie des propriétés élastiques).

⁵ On trace le module E en fonction de l'épaisseur restante et on fait passer une courbe d'interpolation du 4^{ème} degré. On calcule à partir de l'équation les modules pour des intervalles de hauteur plus petits de manière à pouvoir déterminer plus précisément les trois zones (cœur, intermédiaire, peau). Une fois les trois hauteurs obtenues, on peut calculer les $\langle EI_z \rangle$ correspondant à partir du module et du moment quadratique.

Dans le deuxième cas, on se place dans des conditions d'injection standard et on choisit un polymère (semi-cristallin), le polypropylène (PP), dont on sait que les propriétés élastiques sont susceptibles de varier dans l'épaisseur. La comparaison des profils obtenus par les deux techniques nous permettra de conclure sur la validité d'une telle approche.

2.4.3.1 Etude de l'ABS

Sur la Figure 2.13 on compare les profils de contraintes résiduelles dans l'épaisseur obtenus à l'aide des deux approches, celle des moments et celle de Treuting et Read, pour la plaque injectée en ABS à faible vitesse, à la position P2. Pour chacune des techniques, on a reproduit deux séries de points (mesures) pour en vérifier la reproductibilité.

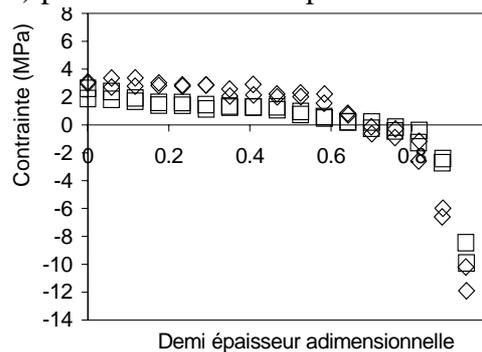


Figure 2.13: Profil de contrainte dans la demi-épaisseur dans une plaque injectée en ABS: comparaison de la technique des moments (\square) et de Treuting et Read (\diamond)

D'abord, il apparaît clairement que les deux techniques permettent d'avoir des mesures très reproductibles, aux erreurs de reproductibilité du procédé lui-même⁶. Ensuite, on peut estimer que les deux méthodes donnent sensiblement les mêmes profils de contraintes résiduelles, les différences pouvant être dues aux erreurs d'interpolation (Cf. § 2.4.2.2).

2.4.3.2 Etude du PP

Résultats de profils de contraintes résiduelles

Sur la Figure 2.14, on compare les profils de contraintes résiduelles dans l'épaisseur obtenus à l'aide des deux méthodes, celle des moments et celle de Treuting et Read pour une plaque injectée en PP dans des conditions standards.

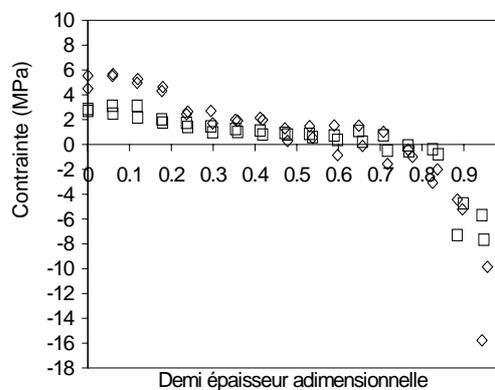


Figure 2.14: Profil de contrainte dans la demi-épaisseur dans une plaque injectée en PP: comparaison de la technique des moments (\square) et de Treuting et Read (\diamond)

⁶ Chaque série de points correspond à l'analyse d'une nouvelle pièce, donc à une nouvelle injection.

On peut noter des différences sensibles entre les deux profils calculés, notamment en cœur et en peau, même si globalement la forme du profil est identique (i.e. traction à cœur et compression en peau). L'approche de Treuting & Read a tendance à surestimer les niveaux de contraintes par rapport à la méthode des moments. On peut probablement attribuer cette différence au fait de considérer le module constant dans l'épaisseur. On sait que pour les polymères semi-cristallins comme le PP, cette hypothèse est fautive, particulièrement en peau (Cf. § 2.3.1.2). La détermination de la valeur du module d'Young par analyse inverse nous permet de le confirmer, comme démontré dans le paragraphe suivant.

Détermination du module dans l'épaisseur par analyse inverse pour le PP

On se base sur les équations et les hypothèses du paragraphe 2.4.2.4. Le choix du nombre de couches et de leurs épaisseurs respectives s'est basé sur l'étude réalisée à l'ENSAM sur une plaque (différente de celle de notre étude) injectée avec le même polypropylène que celui de notre étude [Regnier, 99]. Les valeurs obtenues, couche par couche, sont comparées, dans la demi-épaisseur, avec celles obtenues par ces auteurs⁷ (Figure 2.15). Les résultats présentés sont les valeurs de modules dans le sens de l'écoulement. Pour comparaison, pour ce même matériau, on utilise un module isotrope moyen de 1400 MPa dans le cas d'un calcul avec Moldflow.

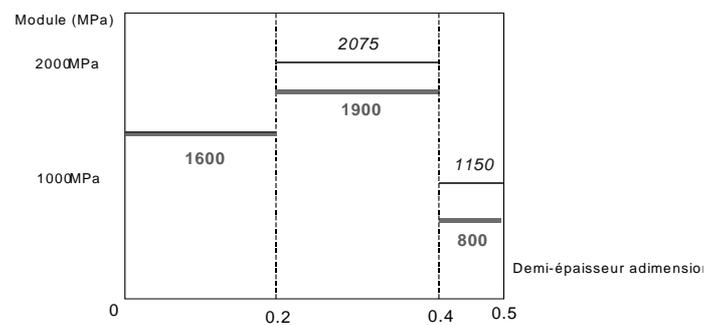


Figure 2.15: Distribution du module d'Young dans la demi-épaisseur dans une pièce injectée en polypropylène à partir des essais de flexion 3 points: valeurs obtenues par la méthode des moments (trait gras) et grâce à des essais de traction (trait fin) [Regnier, 99]

Les résultats sont en bon accord avec ceux de l'ENSAM. Les différences importantes avec la choix d'un module moyen dans l'épaisseur justifient ici pleinement l'utilisation d'une telle approche (i.e. pour laquelle on n'est pas contraint de faire l'hypothèse d'un matériau isotrope dans l'épaisseur).

2.4.4 Discussion sur la technique d'enlèvement de couche

2.4.4.1 Introduction

Les matières plastiques mises en forme aboutissent dans la grande majorité des cas à des produits finis. Les techniques d'usinage de ces matériaux n'ont donc suscité qu'un intérêt limité par rapport aux métaux. Excepté quelques recommandations très générales (comme la nécessité d'utiliser des outils très affûtés, de pratiquer des vitesses de coupes plus rapides mais des vitesses

⁷ Les modules sont mesurés grâce à des essais de traction : on enlève de part et d'autre de l'échantillon les premières couches de peau et on réalise un essai de traction sur le matériau restant. On procède de la même façon pour les couches intermédiaires, on obtient ainsi le module en cœur. A partir de ce module et du module total, ils déduisent les modules dans les autres couches. Dans leur étude, ils distinguent les valeurs de modules dans le sens parallèle et dans le sens transverse à l'écoulement. Ici on donne la moyenne des deux pour chacune des couches.

d'avances plus faibles que pour les métaux [Dessarthe *et al.*, 97]), pas de travaux complets (à notre connaissance) ont été réalisés, que ce soit sur l'usinage lui-même ou sur les conséquences qu'il entraîne.

La découpe des échantillons dans la plaque injectée ainsi que l'enlèvement successif des couches sont effectués à l'aide d'une fraise à commande numérique CHARLYROBOT[®]. La plaque et les échantillons sont maintenus plats sur la table à l'aide d'un adhésif double face.

2.4.4.2 Mesure expérimentale de l'échauffement pendant l'usinage

Deux techniques ont été développées (Figure 2.16). La première permet une mesure locale, surfacique, de la température au niveau du contact entre la fraise et l'échantillon à l'aide d'un capteur infrarouge qui suit le mouvement de la fraise (a). La deuxième approche consiste à insérer un thermocouple très fin (diamètre de 0,5 mm), de façon à avoir une réponse locale et rapide, dans l'échantillon lui-même (b). La tête du thermocouple est fixée, dans le matériau, à environ un millimètre de la surface à usiner. On enregistre l'évolution de la température au cours du temps. On peut ainsi déterminer, à partir de la mesure de la température à chaque couche enlevée (~50 μm par passe), jusqu'à quelle profondeur l'échauffement en surface se fait ressentir.

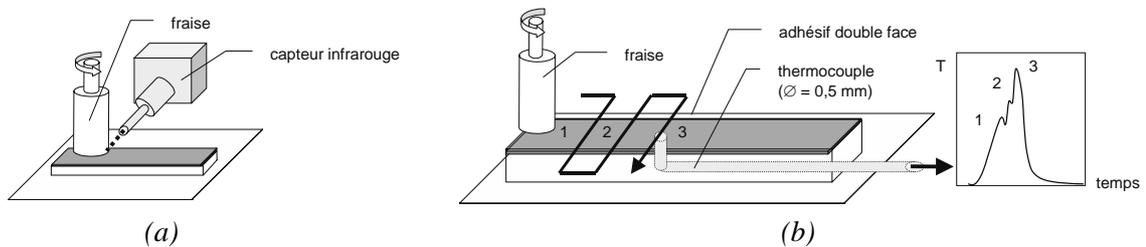


Figure 2.16: Représentations schématiques des dispositifs expérimentaux mis en place pour mesurer le dégagement de chaleur généré pendant l'usinage: utilisation d'une caméra infrarouge (a) et installation d'un thermocouple dans l'échantillon (b)

Les deux techniques sont très délicates à mettre en place, suivi du mouvement de la fraise pour la première, fixation du thermocouple dans l'échantillon, pour la seconde.

De façon à évaluer la quantité de chaleur dégagée pendant l'usinage, on choisit deux conditions d'usinage qui donnent deux vitesses périphériques extrêmes de la fraise, dans les limites du dispositif expérimental (Tableau 2.5).

condition	diamètre de la fraise <i>mm</i>	vitesse de rotation <i>trs/min</i>	vitesse d'avance <i>mm/s</i>	vitesse périphérique <i>m/s</i>
C1	2	8000	5	0,83
C2	6	24000	5	2,1

Tableau 2.5: Conditions d'usinage testées pour les essais de mesures de températures

Ces conditions sont testées pour les matériaux suivants⁸, le polypropylène (PP), le polyarylamide non chargé (PAA) et chargé à 50% (en poids) en fibres de verre courtes (PAA 50).

⁸ Les caractéristiques complètes de ces matériaux sont données dans le Tableau 2.1, pour le PP et dans le Chapitre 4 pour les PAA et PAA 50.

2.4.4.2.1 Influence de la profondeur de passe

A l'aide du capteur infrarouge, on détermine la température en surface pour différentes profondeurs de passe pour les trois matériaux, et ce pour les conditions d'usinage *C1* et *C2* (Figure 2.17).

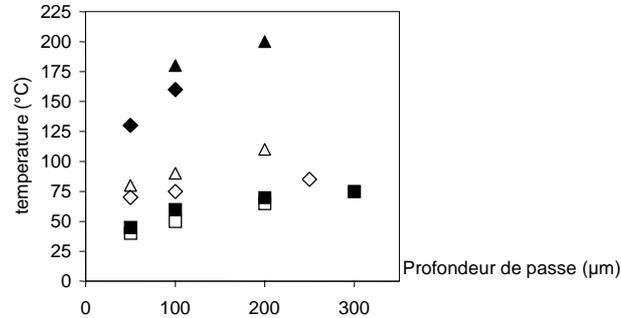


Figure 2.17: Influence de la profondeur de passe sur la température en surface pour le PP, condition *C1*(□) et *C2*(■), pour le PAA 50, condition *C1*(◇) et *C2*(◆) et pour le PAA, condition *C1*(△) et *C2*(▲)

L'échauffement augmente avec la profondeur de passe. On peut attribuer cet échauffement à la friction et au cisaillement entre l'outil de découpe et le matériau; plus la quantité de matière à extraire est importante et plus la dissipation d'énergie est importante. L'élévation de température peut être importante. En particulier dans le cas du PAA, pour la condition *C2*, avec des températures de 175 et 200 °C pour des profondeurs de passe de 100 et 200 μm, respectivement. Il apparaît, de plus, que l'usinage du PAA non chargé génère plus d'échauffement que s'il est chargé (185°C contre 155°C pour le PAA 50). En effet, la fracture d'une fibre en verre nécessite moins d'énergie, sa rupture étant fragile. Pour tous les matériaux, la condition d'usinage *C1* génère beaucoup plus de chaleur que la condition *C2*, exception faite du PP qui semble peu sensible aux conditions d'usinage (5°C d'écart en moyenne).

On peut, par ailleurs, supposer que les températures mesurées sont sous estimées pour deux raisons. D'abord la formation de copeaux (plus froids) s'interposant entre le point de contact et l'œil de la caméra, peuvent parasiter la mesure. Ensuite quand on observe l'état de la surface après usinage, des traces de polymère refondu (copeaux collés, traces de brûlures ...) sont visibles, alors que les températures mesurées sont inférieures aux températures de fusion du PAA (270 °C) et du PP (130 °C).

2.4.4.2.2 Détermination de la zone de perturbation

A partir des différentes mesures successives réalisées à l'aide du thermocouple placé dans l'échantillon, on trace l'évolution de la température en fonction de la distance fraise – thermocouple pour le PP et le PAA 50 (Figure 2.18).

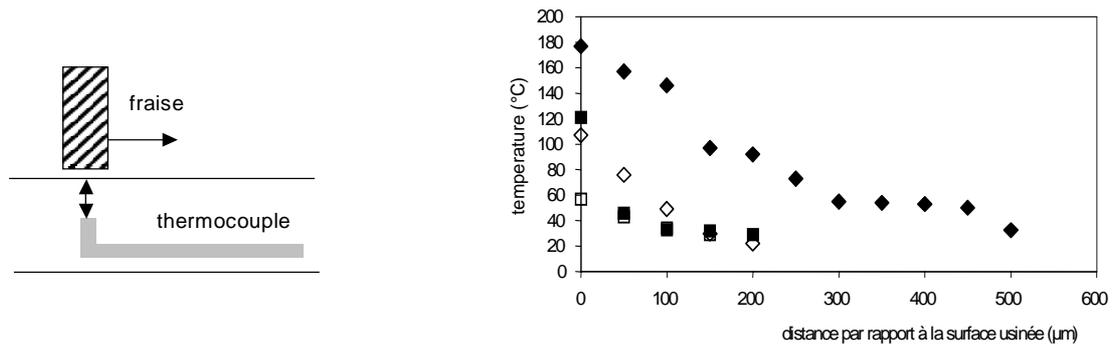


Figure 2.18: Distribution de la température dans l'épaisseur pour le PP, condition C1(□) et C2 (■) et pour le PAA 50, conditions C1(◇) et C2 (◆)

Il ressort très clairement que l'échauffement est très localisé au niveau du contact métal – polymère. La température décroît rapidement ($\sim 5^\circ\text{C}/10\mu\text{m}$) dans les 150 premiers microns et se stabilise ensuite à une valeur assez faible ($< 60^\circ\text{C}$). L'hypothèse que les températures sont sous estimées par la mesure infrarouge se confirme ici, dans le cas du PP, où on enregistre une température de plus de 120°C en surface, alors qu'on ne mesure que 45°C à l'aide de la caméra infrarouge pour la même condition (cf. Figure 2.17).

2.4.4.2.3 Conclusions

Les deux méthodes s'avèrent complémentaires et les mesures qu'elles fournissent, bien que sous estimées, permettent d'obtenir de bonnes indications sur la quantité d'échauffement impliquée pendant la procédure d'usinage. Les conditions d'usinage testées ne représentent que deux combinaisons parmi un grand nombre possibles. Il serait donc hasardeux de vouloir imputer à l'une ou à l'autre de ces conditions d'usinage le dégagement de chaleur observé. On verra, par la suite, que les augmentations de l'un ou l'autre des paramètres (vitesse de rotation, vitesse d'avance, diamètre de fraise ...) peuvent avoir des effets contradictoires, en terme de contraintes. Nous n'avons pas testé, non plus, l'influence de la géométrie de la fraise qui est probablement un paramètre important [White, 84]. Notons, enfin, que certains effets sont très difficiles à quantifier, comme, par exemple, la vitesse d'avance : il est en pratique difficile de suivre le mouvement de la fraise à l'aide du capteur infrarouge au-delà d'une certaine vitesse. Les techniques d'usinage des matières plastiques, en général, et les perturbations qu'elles peuvent entraîner, en particulier, nécessiteraient une étude à part entière.

D'autres solutions de découpe ont été envisagées mais n'offrent pas la même qualité de résultats (précision, reproductibilité, rapidité d'analyse ...). Afin de réduire la chaleur dégagée lors de l'usinage, nous avons tenté de refroidir en continu certains échantillons à l'aide d'une bombe d'azote sous pression. L'expérience montre que si la surface se maintient à une température inférieure à -18°C sous l'action du jet, la température est, en revanche, inchangée au niveau du contact polymère/métal. Le dégagement de chaleur est trop localisé pour être contrôlé. On peut cependant imaginer d'autres techniques de refroidissement comme la circulation d'un courant d'eau au niveau du contact. Une adaptation est envisageable et mériterait d'être étudiée de plus près.

2.4.4.3 Influence de l'usinage sur les profils de contraintes résiduelles

Nous allons tester et discuter ici un par un l'influence de chacun des paramètres d'usinage⁹, dans les limites des techniques dont nous disposons. Nous allons dans un premier temps tester l'influence de la vitesse d'avance, puis celle du diamètre de la fraise, de la profondeur de passe et enfin de la vitesse de rotation, dans la plaque en position *P2*.

Pour chaque cas analysé, on reproduit trois fois les mesures et on vérifie leur reproductibilité. Par souci de lisibilité des figures, on ne représentera qu'une seule courbe pour chaque condition. On notera ω , la vitesse de rotation de la fraise, v , la vitesse d'avance, \varnothing , le diamètre de la fraise et e , la profondeur de passe.

2.4.4.3.1 Influence de la vitesse d'avance

Cas du PP

L'influence de la vitesse d'avance de la fraise sur le profil de contraintes résiduelles pour deux diamètres de fraise, 5 et 2 mm, est représentée sur la Figure 2.19-a et b.

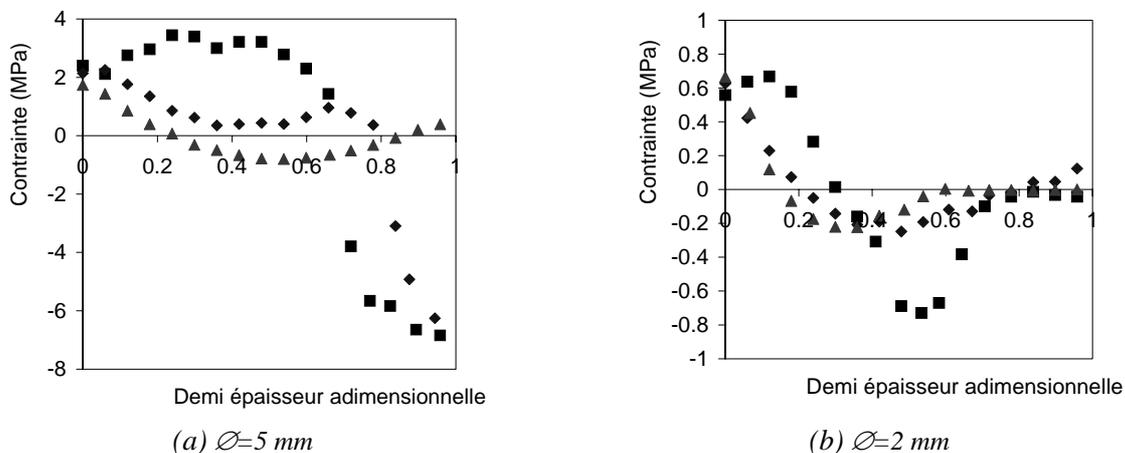


Figure 2.19: Influence de la vitesse d'avance ($\omega=24000$ trs/min, $e=100$ μ m) pour deux diamètres de fraise: 2 (■), 20 (◆) et 100 (▲) mm/s

L'influence de la vitesse d'avance est beaucoup plus importante dans le cas d'un diamètre de fraise de 5 mm, tant au niveau des valeurs de contraintes qu'au niveau de la forme du profil. Pour la vitesse d'avance de 100 mm/s on a un profil traction/compression/traction alors que pour une vitesse de 2 mm/s on obtient un profil simple de type traction/compression, du centre vers la surface. Pour un diamètre de fraise de 2 mm, d'une vitesse à l'autre, les variations sont, généralement plus faibles (<0,4 MPa).

Cas du PAA 50

L'influence de la vitesse d'avance de la fraise sur le profil de contraintes résiduelles pour un diamètre de fraise de 2 mm, est représentée sur la Figure 2.20.

⁹ Les autres paramètres sont maintenus constants.

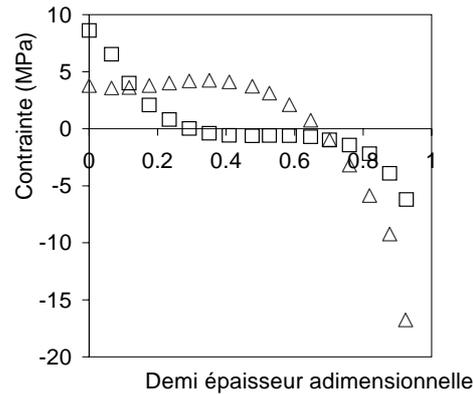


Figure 2.20: Influence de la vitesse d'avance pour le PAA 50 ($\varnothing=2$ mm, $\omega=8000$ trs/min, $e=150$ μ m): 5 (Δ) et 100 (\square) mm/s

Ici, même pour le petit diamètre de fraise (i.e. 2 mm), l'influence est importante, avec un profil sensiblement différent. Le fait d'usiner plus rapidement réduit considérablement le niveau de contraintes en peau (-7 contre -18 MPa).

2.4.4.3.2 Influence du diamètre de la fraise

L'influence du diamètre de la fraise sur le profil final de contraintes résiduelles, pour le PP, pour deux vitesses d'avance de la fraise, est représentée sur la Figure 2.21.

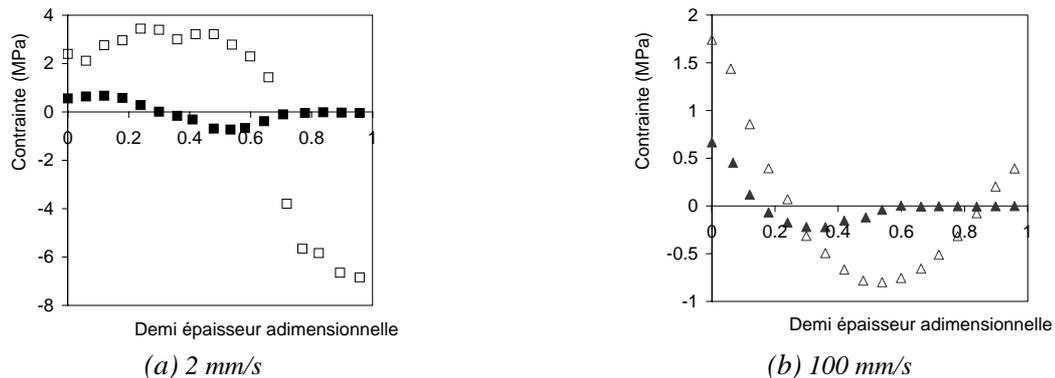


Figure 2.21: Influence du diamètre de la fraise ($\omega=24000$ trs/min, $e=100$ μ m) pour deux vitesses d'avance: $\varnothing=2$ mm (marques pleines) et $\varnothing=5$ mm (marques vides)

L'influence du diamètre est très importante dans le cas d'une vitesse d'avance faible (a); la forme du profil mais surtout les niveaux de contraintes sont sensiblement modifiés (7 MPa de différence en peau !). Dans le cas d'une vitesse d'avance élevée (b), l'influence est largement moins importante. La forme du profil est à peu de choses près similaire, même si les niveaux de contraintes diffèrent. Ce test montre, clairement, que l'effet d'une condition est lié aux autres conditions choisies.

2.4.4.3.3 Influence de la profondeur de passe

Analyse du PP

L'influence de la profondeur de passe sur le profil de contrainte, pour les deux vitesses d'avance testées, 2 et 100 mm/s, est représentée sur la Figure 2.22-a et b, respectivement.

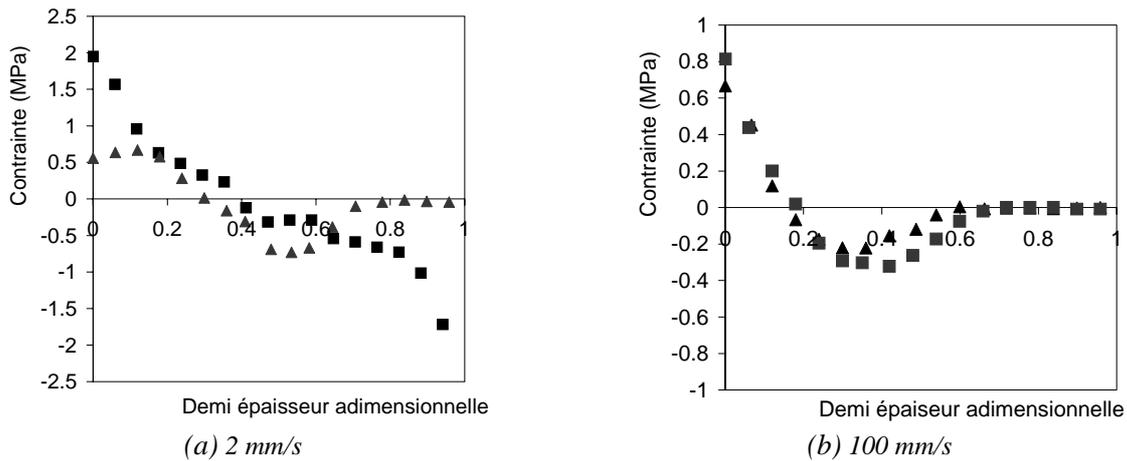


Figure 2.22: Influence de la profondeur de passe pour le PP ($\varnothing=2$ mm, $\omega=8000$ trs/min) pour deux vitesses d'avance: 50 (■) et 150 (▲) μm

Pour une vitesse faible, l'effet de la profondeur de passe est très net. Le niveau de contrainte est plus faible (pour ne pas dire nul) dans le cas d'une profondeur de passe importante. On peut éventuellement faire le lien avec la fait que plus la profondeur de passe est importante et plus la quantité de chaleur dégagée augmente: on peut se demander s'il y a eu relaxation des contraintes pour cette condition ? Il ressort, par contre, clairement que pour une vitesse d'avance rapide (100 mm/s), la profondeur de passe n'a plus d'influence sur le profil de contraintes final.

Analyse du PAA 50

L'influence de la profondeur de passe sur le profil de contrainte, pour une vitesse d'avance de 2 mm/s, est représentée sur la Figure 2.23.

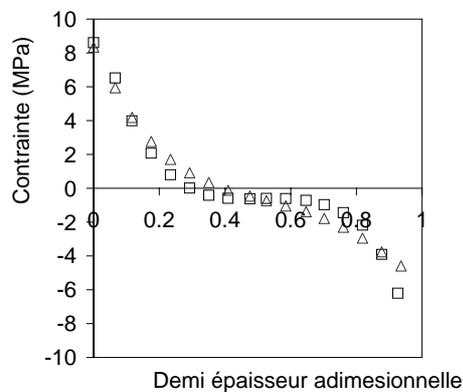


Figure 2.23: Influence de la profondeur de passe pour le PAA 50 ($\varnothing=2$ mm, $\omega=8000$ trs/min, $v=100$ mm/s): 50 (Δ) et 150 (□) μm

Les résultats sont comparables à ceux du PP: le changement de profondeur de passe n'influe pratiquement pas le profil de contrainte si l'on utilise une vitesse d'avance de fraise suffisante.

Ces résultats sont très intéressants dans le sens où, à défaut d'avoir un protocole d'usinage qui ne perturbe pas l'état de contraintes initial, on obtient ici des conditions pour lesquelles le paramètre le plus difficile à contrôler (i.e. la profondeur de passe) n'a plus d'influence sur le profil de contraintes.

2.4.4.3.4 Influence de la vitesse de rotation

L'influence de la vitesse de rotation de la fraise sur le profil de contraintes résiduelles est représentée sur la Figure 2.24.

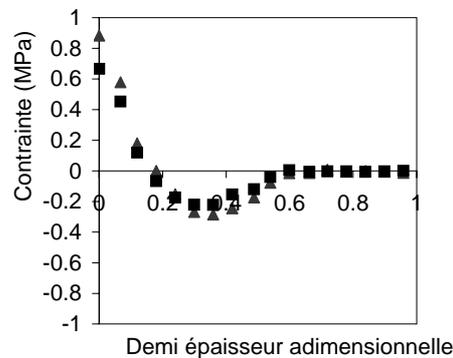


Figure 2.24: Influence de la vitesse de rotation de la fraise pour le PP ($\varnothing=2$ mm, $v=100$ mm/s, $e=100$ μ m): 8000 (■) et 24000 (▲) trs/min

Là encore, pour ces conditions d'usinage (diamètre de fraise de 2 mm et vitesse d'avance de 100 mm/s), l'influence de la vitesse de rotation de la fraise n'influe pas sur le profil final.

2.4.4.3.5 Comparatif avec d'autres techniques d'enlèvement de couche

L'ablation laser

L'enlèvement de couches de polymère par ablation laser a été expérimentée sur nos échantillons (PP, PAA chargé et non chargé). Les expérimentations ont été réalisées par l'IRPHE¹⁰ à l'aide d'un laser KrF (longueur d'onde 248 nm) sur des échantillons extraits de plaques injectées. L'enlèvement s'est avéré très précis mais particulièrement long. Les marques de brûlures présentes au niveau des impacts de tir nous ont conduit à ne pas poursuivre plus en avant l'expérience.

Le polissage

La difficulté est d'enlever une épaisseur constante sur toute la surface de l'échantillon. Nous avons donc réalisé un porte – échantillon en résine époxy facilement ajustable, et adapté à la polisseuse. Une encoche aux dimensions de l'échantillon a été réalisée à l'aide CHARLYROBOT, et l'échantillon est maintenu au fond de celle-ci à l'aide d'un papier adhésif double face. On polit l'échantillon et le porte échantillon dans le même temps. La grande surface de contact avec la polisseuse (échantillon + porte – échantillon) évite de prendre de l'angle.

Les principales difficultés de conception viennent du fait qu'il faut que le fond de l'encoche dans laquelle est placé l'échantillon soit parfaitement plat et parallèle à sa surface, de façon à enlever une couche bien uniforme.. Nous avons réalisé plusieurs mesures¹¹ sur le PP et le PAA 50. Les résultats ne sont pas présentés ici car pas du tout reproductibles. Cette technique mériterait toutefois d'être développée plus à fond, dans la mesure où elle apparaît comme l'une des seules alternatives au fraisage.

2.4.4.4 Conclusions

Il ressort de cette étude que la variation de telle ou telle condition d'usinage peut provoquer

¹⁰ Institut de Recherche sur les Phénomènes Hors Equilibre (CNRS – Université de Marseille)

¹¹ Cela nécessite la réalisation d'un nouveau porte échantillon à chaque nouvelle analyse !

des changements importants sur le profil (forme et niveaux) de contrainte sans pour autant donner d'indications sur la véritable distribution de contraintes résiduelles dans l'épaisseur. Il est donc impossible, a priori, de dégager un protocole d'usinage type dans le sens où il ne perturbe pas l'état de contraintes initial. On montre cependant que pour certaines conditions d'usinage la variation de tel ou tel paramètre n'influence plus trop le profil final. En particulier, la profondeur de passe est, d'une part, un paramètre difficilement contrôlable (épaisseur de l'adhésif plus ou moins bien collé, platitude de l'échantillon ...) et, d'autre part, un paramètre qu'il peut être intéressant de faire varier au cours de l'analyse (on veut par exemple une discrétisation plus fine dans les premières couches de peau dans lesquelles les variations peuvent être importantes). Il apparaît que pour un diamètre de fraise petit (2 mm) et pour une vitesse d'avance rapide (100 mm/s), la vitesse de rotation de la fraise mais surtout la profondeur de passe n'influent pas sur les valeurs et la forme du profil, tant pour le PP que pour le PAA 50, qui pourtant, on l'a vu, s'est avéré très sensible aux conditions d'usinage, en termes de dégagement de chaleur (Cf. Figure 2.17). On choisira de plus une faible vitesse de rotation, pour minimiser l'échauffement. Le pari à ce niveau là est donc gagné. Nous avons donc à présent un protocole d'usinage "stable" (cf. Tableau 2.6) qui nous permet d'estimer l'état de contrainte dans la pièce, d'avoir des mesures bien reproductibles, mais surtout de pouvoir comparer l'influence de tel ou tel paramètre d'injection sur le profil de contraintes résiduelles final. Remarquons, cependant, qu'il serait hasardeux de vouloir comparer différents polymères entre eux, étant données les différences de dégagement de chaleur observées pour une même condition d'usinage.

La question de savoir si l'enlèvement successif de couches a pour conséquence de relaxer l'état de contrainte initial ou, au contraire, de générer de nouvelles contraintes reste posée. On se retrouve, en effet, dans la situation d'un matériau dont l'une des surfaces est chauffée puis refroidie de nouveau (alors que l'autre reste froide) sans qu'aucun retrait ne puisse être effectué (l'échantillon est collé à la table par de l'adhésif double face). Cette situation est propice à la construction de contraintes résiduelles (thermiques) supplémentaires.

2.5 Résultats et discussion

2.5.1 Protocole de mesure des contraintes résiduelles

Les échantillons sont extraits de la pièce à l'aide de la fraise à commande numérique CHARLYROBOT. L'épaisseur restante, après chaque enlèvement de couche, est mesurée à l'aide d'un Palmer en cinq points de l'échantillon. Les conditions d'usinage utilisées sont réunies dans le Tableau 2.6,

diamètre de la fraise <i>mm</i>	Profondeur de passe <i>μm</i>	vitesse de rotation <i>trs/min</i>	vitesse d'avance <i>mm/s</i>
2	50 pour les 3 premières passes puis 100	8500	100

Tableau 2.6 : Conditions d'usinage utilisées pour déterminer les profils de contraintes résiduelles présentés dans le paragraphe 2.5.3

Pour chaque nouvel essai de flexion, on enregistre la courbe force – déplacement. Les courbes sont traitées d'un coup une fois les essais terminés. Le temps qui sépare l'enlèvement d'une couche et la réalisation de l'essai de flexion est gardé constant (environ 5 minutes). La cellule de 2N est très sensible et nécessite de refaire régulièrement le zéro (toutes les 2 ou 3

mesures). Il faut compter environ de 3 à 4 heures pour l'obtention d'un profil de contraintes dans la demi – épaisseur (découpe de l'échantillon, enlèvement des couches, mesures des épaisseurs, essais de flexion, réglages des zéros, ajustement des polynômes, traitement des courbes). Certaines opérations peuvent être automatisées (calcul des dérivées et intégrales pour l'expression de la contrainte directement à partir de la courbe expérimentale) mais le gain de temps reste minime...

2.5.2 Résultats de déformations résiduelles de la plaque en polypropylène

2.5.2.1 Influence des conditions d'injections sur la déformée

Parmi les différentes conditions d'injection testées et en absence de dissymétrie de refroidissement thermique, la plaque se déforme¹² très peu en sortie de moule (flèche < 0,2 mm). A titre d'exemple, on trace l'évolution de la flèche (au centre de la plaque) pour différents niveaux de pression de maintien, seul paramètre pour lequel il y a une faible variation de la déformée (Figure 2.25).

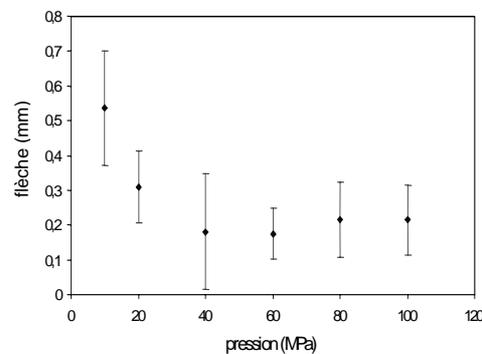


Figure 2.25: Influence du niveau de pression de maintien sur la déformée de la plaque pour le PP

A partir de 40 MPa, la flèche n'évolue plus et se maintient en dessous de 0,2 mm en moyenne. Seules des pressions très faibles donnent quelque fois un déformée proche du millimètre. On peut toutefois discuter sur l'influence réelle de la pression dans ce cas là. On peut, en effet, attribuer cette déformée autant aux changements de conditions aux limites thermique qu'à l'action de la pression elle-même. A faible pression la pièce n'est pas plaquée contre la paroi du moule (ou que d'un côté suivant la géométrie et/ou l'écoulement) créant des conditions d'échange thermique avec le moule plus ou moins symétriques, qui peuvent aussi créer une déformée.

Le temps de maintien, de refroidissement ou la vitesse d'injection n'ont aucune influence sur la déformée de la plaque, tant que les conditions de refroidissement restent bien symétriques sur les deux surfaces de la pièce (i.e. la déformée maximale reste inférieure à 0,2 mm).

2.5.2.2 Effet de refroidissement dissymétrique

Les conditions de refroidissement dissymétriques sont résumées dans le Tableau 2.3. L'évolution de la flèche en fonction de la différence de température ΔT est représentée dans la Figure 2.26.

¹² La déformation maximale est localisée au centre de la plaque.

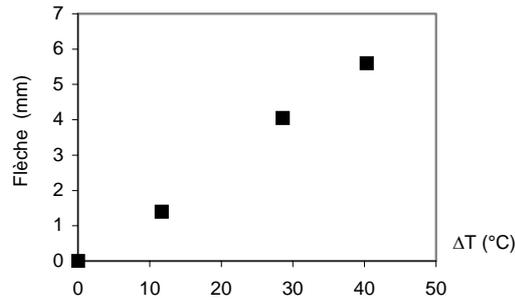


Figure 2.26: Flèche mesurée pour la plaque pour différents ΔT pour le PP

La flèche évolue de façon quasi linéaire avec la différence de température, avec une flèche qui atteint 5,6 mm pour un écart de température de 40°C. Dans tous les cas la pièce se déforme uniformément vers le côté chaud, en arc de cercle, avec une déformée maximale située au centre de la plaque.

2.5.3 Résultats de contraintes résiduelles dans la plaque en polypropylène

2.5.3.1 Influence des conditions d'injection sur les profils de contraintes résiduelles

On s'intéresse ici au refroidissement symétrique. On a vérifié que le profil de contrainte était symétrique par rapport au centre de l'échantillon. On suppose que c'est vrai pour l'ensemble des résultats présentés ici. On ne représentera donc les profils que dans la demi – épaisseur, que l'on adimensionnalise, afin de pouvoir comparer tous les résultats de profils entre eux.

2.5.3.1.1 Influence de la température du moule

L'influence de la température du moule sur le profil de contraintes résiduelles est représentée sur la Figure 2.27, pour la position loin du seuil (position P2),

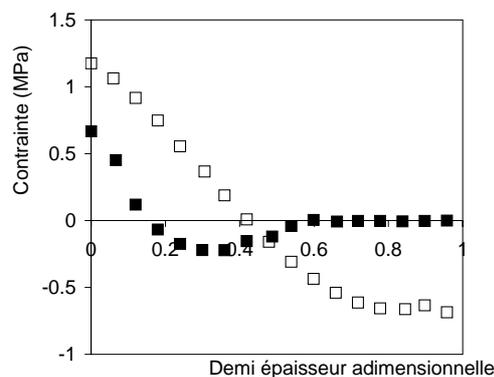


Figure 2.27: Influence de la température du moule sur le profil de contraintes résiduelles pour la position P2: $T=25^\circ\text{C}$ (□) et $T=50^\circ\text{C}$ (■)

L'influence de la température du moule est assez nette. Pour une température de moule de 25°C, la forme du profil est plus proche d'un profil de contrainte de type trempe libre, c'est à dire un profil dû aux contraintes thermiques. Pour une température de moule de 50°C, le polymère est chaud donc liquide plus longtemps : le compactage est alors plus efficace.

2.5.3.1.2 Influence de la pression de maintien

L'influence du profil de pression sur le profil de contraintes résiduelles est représentée sur la Figure 2.28, pour deux positions dans la pièce: près et loin du seuil, positions *P1* et *P2*, respectivement.

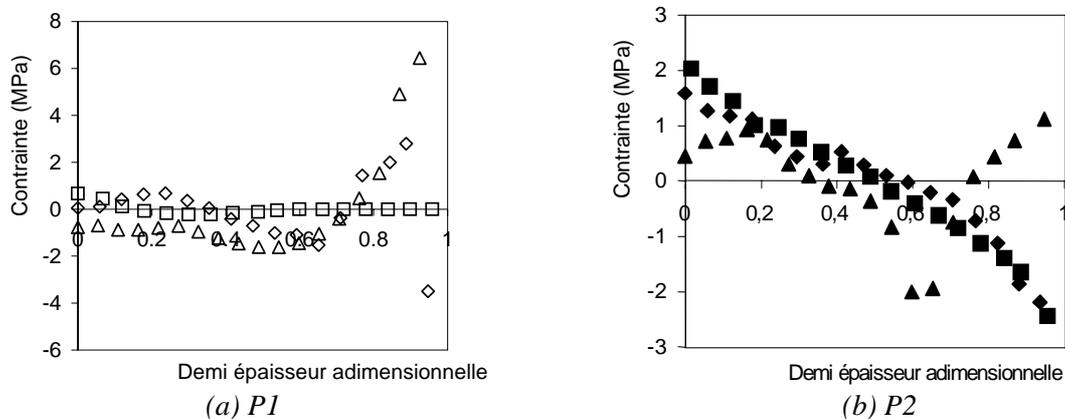


Figure 2.28: Influence du profil de pression sur le profil de contraintes résiduelles pour les positions *P1* (a) et *P2* (b): prof 1 (\square), prof 2 (\diamond) et prof 3 (Δ)

Les profils de contraintes résiduelles mesurés sont sensiblement différents pour les 3 profils de pression testés et pour les 2 positions regardées. Pour les deux positions, l'effet de la pression est très significatif. Regardons dans le détail l'action de l'un et/ou de l'autre.

Pour la position *P1*, même pour une variation minimale du profil de pression (i.e. pic de pression à la commutation pour *prof 2*), la forme du profil de contraintes est fortement influencée: on passe d'un niveau de contraintes quasi nul à un profil significatif, avec 3,5 MPa de compression en peau. Lorsque l'on applique une pression beaucoup plus forte (*prof 3*), on inverse complètement le profil, le cœur passe en compression (-1,5 MPa) et la peau en forte traction (+6,5 MPa) ! On se trouve ici dans un cas limite où mêmes les couches de cœur solidifient avec un haut niveau de pression. La contrainte de traction en peau est, elle, représentative du fait que cette couche a solidifié pendant le remplissage alors que les couches suivantes refroidissent sous forte pression (ou du moins une pression beaucoup plus forte).

Pour la position *P2* (loin du seuil), la présence ou non d'un pic de pression n'influence pas le profil de contraintes. Le profil est plus proche d'un profil de type "trempe libre" (ou profil "thermique"), c'est à dire avec le cœur en traction et la peau en compression (cf. § 1.2.2.1.1). Si l'on regarde les relevés de pression (capteur #2, Figure 2.2) correspondant à cette région pour les deux profils (*prof 1* & 2), on voit qu'après 2 ou 3 secondes, la pression chute dans cette région de la cavité: le retrait commence donc directement après la phase d'injection et on peut donc s'attendre à ce que la distribution de contraintes finale soit dominée par l'effet thermique. En revanche, dans le cas d'une pression de maintien élevée (*prof 3*, Figure 2.2), on voit que même dans cette région éloignée du seuil la pression est élevée et maintenue (70 MPa pendant 4 à 5 s). Cette zone sera donc bien compactée et le profil de contrainte qui lui correspond est, là, tout à fait représentatif d'un profil de pression figée (traction/compression/traction). Comparativement à la position *P1* (où on avait de la compression à cœur), ici, les couches du centre solidifient alors que la pression a chuté (après 6 ou 7 s): le niveau de pression n'est alors pas suffisant pour mettre ces couches en compression.

On voit ici clairement qu'en ajustant la forme et le niveau de pression de maintien dans la

cavité et selon la position vis à vis du seuil d'injection, on parvient à obtenir pratiquement toutes les formes de profils de contraintes possibles. Notons toutefois que ces résultats sont très difficiles à obtenir dans des conditions industrielles et ce pour plusieurs raisons. D'abord, (i) le seuil d'injection dans une pièce industrielle est souvent de très faible épaisseur¹³ (souvent limité à un point) et donc fige généralement avant tout le reste de la pièce. Ici la qualité du compactage est particulièrement élevée du fait de la géométrie du seuil en nappe. Et c'est l'extrémité de la pièce qui fige, dans le cas de notre plaque, avant le seuil d'injection ! Ensuite, (ii) la géométrie de la cavité elle-même est sensiblement plus complexe (coins, nervures, changements d'épaisseur ...) qu'une simple plaque: les pertes de charges sont donc d'une part beaucoup plus importantes, et d'autre part, beaucoup moins bien contrôlables. Dans beaucoup de configurations industrielles, certaines zones ne "ressentent" même pas le compactage. Enfin, (iii) la pression à la commutation n'est pas toujours contrôlée (ou contrôlable) faute d'instrumentation suffisante de la presse et du moule.

2.5.3.2 Profils de contraintes dans le cas d'un refroidissement dissymétrique ($\Delta T=40^\circ\text{C}$)

Les profils de contraintes résiduelles dans l'épaisseur dans le cas d'un refroidissement dissymétrique pour le PP pour les positions *P1* et *P2* dans la plaque sont représentés sur la Figure 2.29. Les points d'abscisses négatives correspondent au côté froid¹⁴.

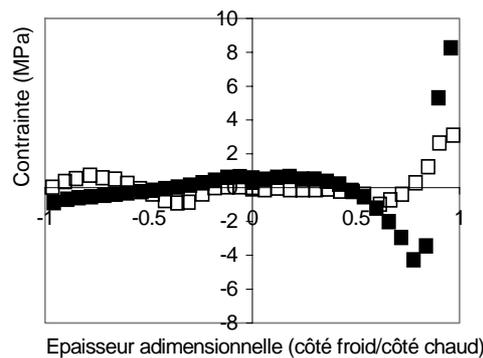


Figure 2.29: Profils de contraintes résiduelles dans l'épaisseur dans le cas d'un refroidissement dissymétrique ($\Delta T=40^\circ\text{C}$) pour le PP pour deux positions dans la plaque: position *P1* (□) et *P2* (■)

Indépendamment de la position vis à vis du seuil, les profils de contraintes sont clairement dissymétriques, avec un état traction important en peau pour le côté chaud. Pour la position *P1*, du côté chaud, on obtient une inversion du profil des contraintes (i.e. légère compression à cœur et traction en peau), comme dans le cas symétrique avec pression importante (cf. Figure 2.29), mais cette fois avec une pression de maintien moyenne. On voit bien ici l'effet de la température qui garde, de ce côté, le polymère plus chaud donc plus liquide plus longtemps, de telle sorte que les couches du centre solidifient alors que la pression dans la cavité est encore importante. Du côté "froid", l'action de la pression se fait même sentir puisque des couches intermédiaires sont mises en légère compression.

La position *P2*, elle, est trop éloignée du seuil pour pouvoir "ressentir" aussi longtemps l'action de la pression dans la cavité : quand les couches du centre se solidifient, cette partie de la

¹³ On peut de cette façon séparer aisément la pièce de tout son système d'alimentation par simple manipulation (ou même souvent sous son simple poids à sa chute, lors de l'éjection ...)

¹⁴ Chaque courbe est donc obtenue en deux temps: cela veut dire 2 plaques injectées dans les mêmes conditions. Pour une plaque, on commence l'enlèvement de couches de la surface en contact avec le côté chaud du moule et pour l'autre, celle en contact avec le côté froid. Cela multiplie le temps de l'analyse par deux.

pièce n'est déjà plus alimentée en pression (ou avec une perte de charge importante due au figeage de la matière en amont). On retombe du côté chaud sur un profil de type traction/compression/traction. Du côté froid, par contre, la pression n'est plus transmise et le profil est de type "thermique" (traction/compression).

L'établissement d'une relation de cause à effet entre la déformée finale de la pièce et les profils de contraintes mesurées est difficile puisque ces derniers sont, par définition, de nouveau équilibrés. Cependant, dans une géométrie simple comme celle de la plaque, les profils de contraintes après éjection ne sont pas très différents de ceux avant éjection et leurs études même qualitatives sont intéressantes de ce point de vue.

2.5.4 Etude du moule coins

Dans le cadre d'une collaboration entre le laboratoire LVTP (ENSAM), la société Solvay et le Cemef, l'occasion nous a été donnée d'étudier un autre moule, un peu plus complexe, qui a nous a permis de tester la technique de mesure des contraintes, dans un premier temps, et la validité du code, dans un second temps (Chapitre 3). Les résultats de déformations et contraintes résiduelles ont été obtenues à l'issu du stage de M. Beck [Beck, 01].

2.5.4.1 Résultats de déformation

Malgré des conditions de refroidissement symétriques, les effets de coins (transfert thermique et/ou "spring forward effect") existent et ont pour conséquences une légère déformation de la pièce qui a tendance à se refermer sur elle-même, comme en témoignent les variations d'angles indiquées dans le Tableau 2.7,

A1	A2	B1	B2
+0,2	0	+2	+0,7

Tableau 2.7: Valeurs des variations des angles de la pièce "coins". Le signe (+) indique une fermeture de l'angle. Les valeurs sont en degrés. Voir la fig. 2.4 pour les localisations des coins.

2.5.4.2 Résultats de contraintes résiduelles

Les diagrammes suivants montrent les contraintes résiduelles mesurées pour les positions P1 à P5 dans la pièce *coins* (Figure 2.30). Toutes les courbes expérimentales représentées ont été obtenues avec la méthode des moments.

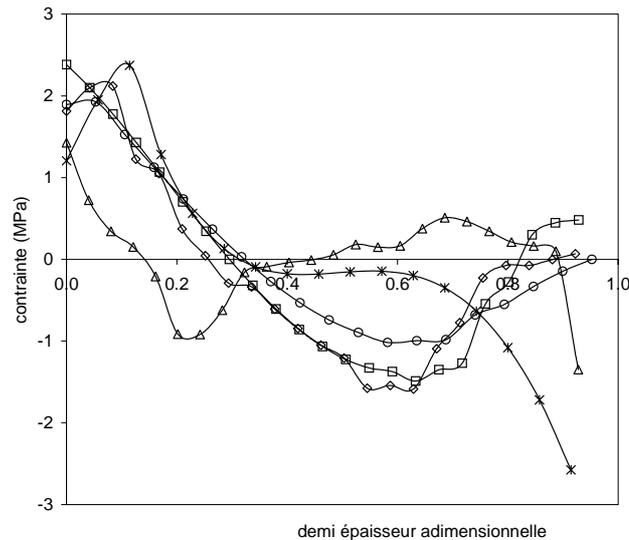


Figure 2.30: Profils de contraintes résiduelles mesurés dans la demi-épaisseur à différentes positions: *P1* (Δ), *P2* (\square), *P3* (\diamond), *P4* (\circ) et *P5* (*), suivant les notations de la Figure 2.4-b.

Parmi les différents profils représentés, ceux correspondant aux positions *P2*, *P3* et *P4* sont très proches les uns des autres, tant au niveau de la forme (traction/compression/traction, du cœur vers la peau) que des valeurs. Le profil correspondant à la position *P1* est sensiblement différent, avec, globalement un niveau de contraintes plus faible et une zone de compression près du centre: cette position est très bien alimentée en pression et doit subir un schéma de refroidissement probablement très différent des positions suivantes du fait de la proximité du seuil (la carotte est alimentée en polymère chaud plus longtemps). La dernière position analysée, notée *P5*, exhibe, elle aussi, un profil de contraintes bien différent (i.e. traction en cœur/compression en peau). En effet, loin du seuil d'injection, cette région de la pièce va solidifier à des niveaux de pression faibles. Les contraintes d'origine thermique prédominent.

Dans le cas d'une géométrie plus complexe comme celle du moule *coins*, il n'est pas possible d'établir une quelconque relation entre contraintes et déformations. L'analyse des profils de contraintes est effectuée dans les zones planes de la pièce (les seules possibles) alors que l'on sait que les concentrations de contraintes se localisent dans ses coins. Les profils de contraintes mesurés sont d'ailleurs, dans les formes et en valeurs, très proches de ceux mesurés dans la plaque: ils restent symétriques dans l'épaisseur malgré la déformation globale de la pièce. La déformation globale de la pièce est due à la fermeture ou à l'ouverture des différents angles la constituant, que ce soit dû à l'effet thermique ou au "spring forward effect".

2.6 Conclusion du Chapitre 2

Dans un premier temps, on a introduit une technique originale de mesure des contraintes résiduelles qui ne nécessite pas de considérer le matériau comme homogène dans l'épaisseur. L'approche présentée est donc applicable à tous types de matériaux, qu'ils soient chargés ou non. Cette technique, appelée méthode des moments, est testée et validée pour plusieurs polymères thermoplastiques. Une analyse inverse est proposée afin de déterminer le profil de module d'Young dans l'épaisseur à partir des essais de flexion successifs. On montre que le module peut varier du simple au double entre la peau et le cœur pour le PP.

Une discussion détaillée sur la technique d'enlèvement de couche a été proposée. Pour

certaines conditions d'usinage, on enregistre d'importantes élévations de température au niveau de l'interface fraise/polymère. On a montré que ce dégagement de chaleur varie sensiblement d'un matériau à l'autre (qu'il soit chargé ou pas) et est très localisé, non seulement dans le plan mais aussi dans l'épaisseur de l'échantillon. Ces mesures de températures se sont avérées particulièrement difficiles à effectuer et sont probablement sous estimées par rapport aux valeurs réelles. On a testé plusieurs conditions d'usinage, dans la limite des moyens techniques à disposition, et on a montré que le profil de contraintes résiduelles varie en fonction de ces conditions sans pour autant donner d'indications sur le véritable profil. Ces expériences ne permettent pas de savoir si l'enlèvement de couche génère ou au contraire relaxe le niveau de contraintes initial. Malgré des incertitudes qui restent liées à la technique d'enlèvement, on est parvenu à trouver un protocole d'usinage "stable", dans la mesure où il permet d'obtenir des résultats reproductibles, et surtout peu sensibles à certaines conditions d'usinage difficiles à contrôler, ou que l'on veut faire varier au cours de l'analyse, comme la profondeur de passe. On a mis en évidence, enfin, les incertitudes concernant les valeurs des contraintes dans les premières couches du matériau. On peut estimer que les résultats de contraintes concernant les cent premiers microns sous la surface sont à prendre avec beaucoup de précautions.

L'approche développée reste néanmoins totalement pertinente pour comparer différents paramètres entre eux, comme l'effet de la position dans la pièce ou l'influence des conditions d'injections. On a montré à l'aide de mesures expérimentales précises le rôle de la pression figée sur la distribution finale des contraintes résiduelles dans l'épaisseur. Il apparaît clairement que les profils de contraintes mesurés sont sensiblement différents pour les trois profils de pression de maintien testés et pour les deux positions regardées. Pour les deux positions, l'effet de la pression est très significatif. Si la région de la pièce que l'on analyse est correctement alimentée en pression, même une variation faible du profil de maintien (comme la présence d'un pic de pression à la commutation) peut changer la physionomie du profil. On montre ainsi que l'on peut inverser la forme du profil (i.e. cœur en compression et peau en traction) lorsque l'on utilise une pression de compactage élevée et maintenue suffisamment longtemps. On se gardera toutefois de généraliser l'ensemble des résultats présentés dans ce chapitre, tant, en situation industrielle, les configurations peuvent être différentes (géométries de la cavité et du seuil, contrôles des pression et températures).

CHAPITRE 2 DETERMINATION EXPERIMENTALE DES DEFORMATIONS ET CONTRAINTES RESIDUELLES 35

2.1	INTRODUCTION	35
2.2	LES MOULES ET LES MATIERES UTILISES	35
2.2.1.1	Matières	35
	Le Polypropylène (PP)	35
	L'acrylonitrile butadiène-styrène (ABS).....	36
	Le polyarylamide (PAA).....	36
2.2.1.2	Moules et conditions d'injection	36
2.2.1.2.1	Le moule plaque.....	36
	Le moule et son instrumentation	36
	Conditions d'injection	36
	Position des échantillons pour l'analyse des contraintes.....	36
2.2.1.2.2	Le moule coins.....	36
	Géométrie du moule	36
	Conditions d'injection.....	36
2.3	MESURE DES DEFORMEES RESIDUELLES.....	36
2.4	MESURE DES CONTRAINTES RESIDUELLES.....	36
2.4.1	<i>L'approche de Treuting et Read</i>	36
2.4.1.1	Principe.....	36
2.4.1.2	Hypothèses associées à la relation de Treuting & Read	36
2.4.2	<i>L'approche des moments de flexion</i>	36
2.4.2.1	Principe et équations.....	36
	Relation contrainte-moment	36
	Relation moment – force	36
2.4.2.2	Dispositif expérimental	36
2.4.2.3	Analyse et méthodologie	36
	Organigramme.....	36
	Traitement des données.....	36
2.4.2.4	Détermination des propriétés mécaniques par analyse inverse.....	36
	Mise en équation du problème	36
	Résolution	36
2.4.3	<i>Validation de l'approche des moments de flexion</i>	36
2.4.3.1	Etude de l'ABS.....	36
2.4.3.2	Etude du PP	36
	Résultats de profils de contraintes résiduelles.....	36
	Détermination du module dans l'épaisseur par analyse inverse pour le PP	36
2.4.4	<i>Discussion sur la technique d'enlèvement de couche</i>	36
2.4.4.1	Introduction	36
2.4.4.2	Mesure expérimentale de l'échauffement pendant l'usinage	36
2.4.4.2.1	Influence de la profondeur de passe.....	36
2.4.4.2.2	Détermination de la zone de perturbation	36
2.4.4.2.3	Conclusions.....	36
2.4.4.3	Influence de l'usinage sur les profils de contraintes résiduelles.....	36
2.4.4.3.1	Influence de la vitesse d'avance.....	36
	Cas du PP	36
	Cas du PAA 50.....	36
2.4.4.3.2	Influence du diamètre de la fraise	36
2.4.4.3.3	Influence de la profondeur de passe.....	36
	Analyse du PP	36
	Analyse du PAA 50.....	36
2.4.4.3.4	Influence de la vitesse de rotation.....	36
2.4.4.3.5	Comparatif avec d'autres techniques d'enlèvement de couche.....	36
	L'ablation laser	36
	Le polissage.....	36
2.4.4.4	Conclusions	36
2.5	RESULTATS ET DISCUSSION.....	36

2.5.1	<i>Protocole de mesure des contraintes résiduelles</i>	36
2.5.2	<i>Résultats de déformations résiduelles de la plaque en polypropylène</i>	36
2.5.2.1	Influence des conditions d'injections sur la déformée	36
2.5.2.2	Effet de refroidissement dissymétrique	36
2.5.3	<i>Résultats de contraintes résiduelles dans la plaque en polypropylène</i>	36
2.5.3.1	Influence des conditions d'injection sur les profils de contraintes résiduelles	36
2.5.3.1.1	Influence de la température du moule	36
2.5.3.1.2	Influence de la pression de maintien	36
2.5.3.2	Profils de contraintes dans le cas d'un refroidissement dissymétrique ($\Delta T=40^{\circ}\text{C}$)	36
2.5.4	<i>Etude du moule coins</i>	36
2.5.4.1	Résultats de déformation	36
2.5.4.2	Résultats de contraintes résiduelles	36
2.6	CONCLUSION DU CHAPITRE 2	36

Chapitre 3 Calcul des contraintes résiduelles et confrontation aux mesures

L'objectif de ce chapitre est de comparer les mesures présentées au chapitre 2 aux calculs établis avec le logiciel Moldflow Plastic Insight *MPI* version 2.0. Celui-ci comporte certaines modifications pour le calcul des contraintes résiduelles (qui ne sont donc pas disponibles sur le code commercial).

Nous commencerons d'abord (§ 3.1) par décrire le logiciel, en insistant sur le traitement des contraintes et déformations résiduelles. Nous poursuivrons (§ 3.2) avec une description des pièces étudiées, et des données sur les matériaux issues de la base de donnée du logiciel. Nous présentons à part dans le paragraphe suivant (§ 3.3) les mesures que nous avons réalisées pour la caractérisation du comportement viscoélastique, tant il est apparu que ces données essentielles sont délicates à obtenir. Enfin, dans le § 3.4, nous présentons les résultats de calcul confrontés aux mesures du chapitre 2

3.1 Simulation des contraintes résiduelles par le logiciel MoldFlow

3.1.1 Simulation du remplissage – compactage

La bonne simulation de ces deux phases est primordiale quant à la qualité de la prédiction des retraits et des déformations (i.e. des contraintes résiduelles). Il s'agit de simuler l'écoulement anisotherme entre deux parois d'épaisseur variable d'un polymère compressible, se solidifiant au cours du temps. Par souci de confidentialité et de clarté, on ne présentera ici que les étapes importantes du calcul¹. Pour plus de détails on se référera à [Zheng *et al.*, 99].

3.1.1.1 Ecoulement

3.1.1.1.1 *Enoncé du problème*

Les équations du problème à résoudre sont,

¹ Moldflow Plastic Insight (MPI) version 2.0

(i) L'équilibre dynamique,

$$\sigma_{ij,j} = 0, \quad (3.1)$$

(ii) L'équation de la continuité (écoulement compressible),

$$\frac{D\rho}{Dt} + \rho v_{i,i} = 0, \quad (3.2)$$

(iii) Le bilan thermique,

$$\rho c_p \frac{DT}{Dt} = k T_{i,i} + \sigma_{ij} D_{ij} - \frac{T}{\rho} \frac{\partial \rho}{\partial T} \frac{Dp}{Dt} + \rho_c H_c \frac{\partial \chi}{\partial t}, \quad (3.3)$$

Les indices répétés indiquent une sommation et la virgule, une différentiation partielle par rapport aux coordonnées, σ_{ij} est le tenseur global des contraintes, $\rho = \rho(T, p)$ représente la densité du fluide à la température locale T et à la pression p , v_i est le vecteur vitesse, c_p est la chaleur spécifique à pression constante, k est la conductivité thermique, ρ_c est la densité du solide, H_c est la chaleur latente de cristallisation, χ est le taux de cristallinité et D_{ij} est le tenseur des vitesses de déformation, défini par $D_{ij} = (v_{i,j} + v_{j,i})/2$.

Dans la version actuelle du code, on ne tient pas compte de la cristallisation (H_c est fixé à zéro). La capacité calorifique, c_p , est utilisée pour calculer la quantité de chaleur perdue par conduction avec le moule et l'augmentation de la température dans le polymère par dissipation visqueuse. Moldflow utilise une valeur constante de la capacité calorifique obtenue par DSC à pression constante. La conductivité thermique, k , est considérée aussi comme une valeur constante.

(iv) La loi de comportement rhéologique

La dépendance de la viscosité η avec la température et le taux de cisaillement $\dot{\gamma}$ est modélisée par une loi polynomiale du second ordre² :

$$\ln(\eta) = a_1 + a_2 \ln \dot{\gamma} + a_3 T + a_4 \ln(\dot{\gamma})^2 + a_5 T \ln \dot{\gamma} + a_6 T^2 \quad (3.4)$$

Les a_i sont des constantes. Le nombre de coefficients est important mais permet une meilleure modélisation des données brutes notamment lors du passage remplissage-compactage. Une difficulté subsiste néanmoins aux faibles taux de cisaillement puisque la dérivée première peut être supérieure à zéro ($\delta\eta/\delta\dot{\gamma} > 0$). Cela signifie que la viscosité augmente avec le taux de cisaillement, ce qui n'a pas de sens.

3.1.1.1.2 L'écoulement dans la cavité

L'approche utilisée dans Moldflow est une approche de type "2D-couches minces" ou Hele-

² Ce modèle est celui par défaut. On peut aussi choisir parmi cinq autres modèles pour caractériser la viscosité du matériau: Cross, Cross-WLF, Carreau, modèle du 1^{er} ordre ou encore sous forme d'une matrice.

Shaw. L'épaisseur de la cavité est considérée comme faible devant les autres dimensions et il n'y a pas de variation brusque de l'épaisseur.

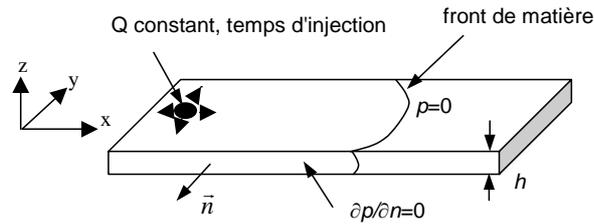


Figure 3.1: Écoulement entre deux plaques planes parallèles d'épaisseur h

On peut, dans ces conditions, appliquer les approximations de la lubrification hydrodynamique. Les variations de la pression dans l'épaisseur sont alors négligées et le champ de pression satisfait l'équation de Hele-Shaw sous la forme :

$$\nabla \cdot (S \nabla p) = \int_{-h/2}^{h/2} \frac{1}{\rho} \frac{D\rho}{Dt} dz \quad (3.5)$$

∇ est le gradient dans le plan, $\nabla \cdot$ est la divergence, S est le facteur de conduite de flux qui dépend de la viscosité et de l'épaisseur de la cavité, h est l'épaisseur de la cavité et z est l'axe local dans l'épaisseur (Figure 3.1). Les conditions aux limites utilisées sont les suivantes: condition de vitesse nulle sur les parois supérieure et inférieure du moule (en $h/2$ et $-h/2$). Sur les bords latéraux du moule, de normale n , on impose une vitesse normale nulle, ce qui se traduit par $\partial p / \partial n = 0$. La condition de non-glissement à la paroi n'est pas satisfaite le long des bords. Enfin, en entrée de moule, on impose un débit, c'est à dire un gradient de pression, et au front de matière, une pression nulle.

L'effet fontaine³ ne peut pas être représenté par les approximations de Hele-Shaw du fait de son caractère bidimensionnel avec le mouvement de la matière transversalement dans l'épaisseur. Le fait de négliger l'effet fontaine peut entraîner, dans certains cas, des prédictions incorrectes de la température et de l'orientation des fibres (i.e. propriétés mécaniques) dans les couches près des parois.

3.1.1.1.3 La transition de phase liquide – solide

Le passage de l'état liquide à l'état solide se caractérise par un changement radical du comportement rhéologique. Le critère de seuil utilisé dans Moldflow est une température critique. Pour les polymères amorphes, cette température est la température de transition vitreuse. Elle est obtenue par DSC. Pour les polymères semi-cristallins, la température de "non-écoulement" est mesurée à l'aide d'un rhéomètre capillaire spécifique (cf. chapitre 1).

3.1.1.2 Equation d'état

Le modèle de type Hele-Shaw est utilisé pour décrire et la phase de remplissage et la phase de compactage. L'intérêt est d'assurer une transition plus aisée entre les deux phases. En cas de

³ L'effet fontaine est le nom que l'on donne à l'écoulement divergent qui se produit au niveau du front de matière à cause de la gaine solide qui se forme au contact du moule pendant le remplissage. Il a pour conséquence de réorienter et de réétirer la matière.

remplissage déséquilibré, de tenir compte de certaines zones déjà remplies ou en phase de compactage, d'autres qui finissent de se remplir. Pendant la phase de compactage, il est, par ailleurs, essentiel de prendre en compte la compressibilité du matériau. Il nous faut, donc, une relation d'état permettant de relier la pression, p , le volume spécifique V (ou masse volumique ρ), la température T et la vitesse de refroidissement,

$$V = V(p, T) \quad (3.6)$$

D'importantes propriétés du matériau, tels que les coefficients d'expansion volumique α et de compressibilité χ , sont dérivées de la relation pVT ,

$$\alpha = -\frac{1}{\rho} \left(\frac{\partial \rho}{\partial T} \right)_p \quad (3.7)$$

$$\chi = \frac{1}{\rho} \left(\frac{\partial \rho}{\partial p} \right)_T \quad (3.8)$$

Les polymères semi-cristallins sont plus sensibles aux changements de vitesse de refroidissement que les polymères amorphes. La température de cristallisation décroît quand la vitesse de refroidissement croît. La relation pVT à l'équilibre pour les polymères semi-cristallins peut être décalée vers le bas en température pour modéliser le comportement pour des vitesses de refroidissement plus hautes. Pour les polymères amorphes, l'influence de la vitesse de refroidissement est négligée et on fait l'hypothèse de conditions quasi-statiques.

Plusieurs modèles existent pour modéliser la relation entre la pression, le volume spécifique et la température. Le plus connu étant certainement le modèle de Tait (modèle de compression isotherme). Son expression la plus courante décompose le modèle en deux parties, solide et liquide, séparées par la température de transition (température de transition vitreuse pour les amorphes et température de cristallisation pour les semi-cristallins). Le modèle par défaut utilisé dans Moldflow est le modèle IKV^4 dont le principe est le même que celui de Tait, avec une décomposition en deux parties mais avec l'avantage de permettre la modélisation de la variation importante du volume spécifique au voisinage de la cristallisation. Les équations (3.9) et (3.10) décrivent les zones solide ($T < T^*$), et liquide ($T > T^*$), respectivement. T^* est exprimée sous forme d'une dépendance linéaire avec la pression (équation (3.11)).

$$V(T, p) = \frac{a_1}{a_4 + p} + \frac{a_2}{a_3 + p} + a_5 \exp(a_6 T - a_7 p) \quad (3.9)$$

$$V(T, p) = \frac{b_1}{b_4 + p} + \frac{b_2}{b_3 + p} \quad (3.10)$$

Et

$$T^* = b_5 + b_6 p \quad (3.11)$$

⁴ Il est aussi possible d'utiliser le modèle de Tait ou de rentrer directement les mesures sous la forme d'une matrice

3.1.2 Description des propriétés mécaniques et thermiques

Nous ne nous intéressons dans le Chapitre 3 qu'à l'étude des matériaux non chargés, cependant, par souci de cohérence avec la suite du document, nous présenterons, ici et dans le § 3.1.3 qui suit, la loi de comportement du matériau dans le solide dans sa version complète, c'est à dire anisotrope et telle qu'elle est écrite aujourd'hui dans le logiciel (MPI 2.0). Dans le Chapitre 4, consacré à l'études des thermoplastiques renforcés nous ferons donc référence aux hypothèses et aux équations qui vont être présentées ici.

L'anisotropie est prise en compte par l'intermédiaire des fibres et de leur orientation (§ 3.1.2.1), un matériau non renforcé est donc, en première approximation, considéré comme isotrope (§ 3.1.2.2).

3.1.2.1 Cas d'un matériau anisotrope

Un matériau élastique anisotrope requiert en général 21 constantes pour sa caractérisation complète. Si ce matériau est viscoélastique, cela implique 21 fonctions de relaxation. Un matériau est appelé isotrope dans le sens transverse si ses propriétés sont égales dans deux dimensions mais différentes dans la troisième. Un tel matériau ne nécessite que 5 constantes indépendantes et autant de fonctions de relaxation. Les composites renforcés de fibres unidirectionnelles peuvent être considérés comme des matériaux isotropes dans le sens transverse.

Le calcul des propriétés du composite se fait en deux étapes. D'abord on estime les propriétés du composite unidirectionnel, en supposant que toutes les fibres sont alignées dans le même sens (modèles micromécaniques). Ensuite, une procédure de pondération est mise en place pour tenir compte de l'orientation effective dans la cavité.

3.1.2.1.1 Première étape: description des propriétés du composite unidirectionnel

Le modèle de Tandon-Weng est utilisé pour déterminer les cinq constantes élastiques associées à un composite isotrope dans le sens transverse, pour lequel l'axe perpendiculaire au plan isotrope (i.e. le plan (2,3)) coïncide avec l'axe des fibres (i.e. direction 1). Les cinq composantes élastiques définies plus haut sont le module d'Young longitudinal, E_{11} , transverse, E_{22} , le module de cisaillement dans le plan, G_{12} , le module hors plan, G_{23} , et le module de compressibilité K_{12} . Les coefficients de Poisson ν_{12} , ν_{21} et ν_{23} ne sont pas des propriétés indépendantes, ils sont reliés les uns aux autres. On trouvera l'écriture complète et détaillée des équations de Tandon-Weng dans [Tandon *et al.*, 84].

La détermination des coefficients d'expansion thermique longitudinaux et transverses, α_1 et α_2 respectivement, est effectuée à l'aide d'une loi des mélanges proposée par Schapery (68) pour les composites unidirectionnels (fibres isotropes dans une matrice isotrope). L'expression utilisée dans le code est,

$$\alpha_1 = \frac{E_f \alpha_f \phi + E_m \alpha_m (1 - \phi)}{E_f \phi + E_m (1 - \phi)} \quad (3.12)$$

Et

$$\alpha_2 = (1 + \nu_m) \alpha_m (1 - \phi) + (1 + \nu_f) \alpha_f \phi - \alpha_1 \nu_{12} \quad (3.13)$$

Où les indices f et m désignent les fibres et la matrice, respectivement, E est le module d'Young et ν , le coefficient de Poisson.

Pour un solide élastique anisotrope, la loi de Hooke peut s'écrire,

$$\sigma_{ij} = C_{ijkl}^{(e)} \varepsilon_{kl} \quad (3.14)$$

σ_{ij} et ε_{kl} sont les tenseurs des contraintes et des déformations, respectivement. Le tenseur des déformations est déterminé à partir des dérivées des déplacements u , tel que $\varepsilon_{ij} = 1/2(u_{i,j} + u_{j,i})$, et $C_{ijkl}^{(e)}$ est le tenseur des constantes élastiques, appelé le tenseur de rigidité. Il est plus pratique d'utiliser l'écriture contractée de l'équation (3.14),

$$\sigma_m = C_{mn}^{(e)} \varepsilon_n \quad (3.15)$$

$m, n=1, 2, 3, 4, 5, 6$. La relation entre les contractions et les notations du tenseur des contraintes est donnée dans le Tableau 3.1,

Notation contractée	1	2	3	4	5	6
Notation tensorielle	11	22	33	23	13	12

Tableau 3.1 Relations entre les contractions utilisées et les notations du tenseur

On notera que dans l'équation (3.16), $\varepsilon_1 = \varepsilon_{11}$, $\varepsilon_2 = \varepsilon_{22}$, $\varepsilon_3 = \varepsilon_{33}$ alors que $\varepsilon_4 = 2\varepsilon_{23}$, $\varepsilon_5 = 2\varepsilon_{13}$, $\varepsilon_6 = 2\varepsilon_{12}$.

La forme matricielle de l'équation (3.15) pour un matériau isotrope dans le sens transverse, avec l'axe de symétrie du matériau qui coïncide avec la direction 1, est donnée par,

$$\begin{pmatrix} \sigma_1 \\ \sigma_2 \\ \sigma_3 \\ \sigma_4 \\ \sigma_5 \\ \sigma_6 \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} c_{11}^{(e)} & c_{12}^{(e)} & c_{12}^{(e)} & 0 & 0 & 0 \\ c_{12}^{(e)} & c_{22}^{(e)} & c_{23}^{(e)} & 0 & 0 & 0 \\ c_{12}^{(e)} & c_{23}^{(e)} & c_{22}^{(e)} & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & c_{44}^{(e)} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & c_{55}^{(e)} & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & c_{66}^{(e)} \end{pmatrix} \begin{pmatrix} \varepsilon_1 \\ \varepsilon_2 \\ \varepsilon_3 \\ \varepsilon_4 \\ \varepsilon_5 \\ \varepsilon_6 \end{pmatrix} \quad (3.16)$$

Où $c_{44}^{(e)} = 1/2(c_{22}^{(e)} - c_{23}^{(e)})$ et $c_{55}^{(e)} = c_{66}^{(e)}$.

Les composantes de la matrice de rigidité sont, elles, données par les équations d'Halpin-Tsai [Halpin *et al.*, 76],

$$\begin{aligned}
c_{11}^{(e)} &= \frac{(1-\nu_{23})E_{11}}{1-\nu_{23}-2\nu_{12}\nu_{21}}, \\
c_{12}^{(e)} &= \frac{\nu_{21}E_{11}}{1-\nu_{23}-2\nu_{12}\nu_{21}}, \\
c_{22}^{(e)} &= \frac{E_{22}}{2(1-\nu_{23}-2\nu_{12}\nu_{21})} + G_{23}, \\
c_{23}^{(e)} &= \frac{E_{22}}{2(1-\nu_{23}-2\nu_{12}\nu_{21})} - G_{23}, \\
c_{55}^{(e)} &= c_{66}^{(e)} = G_{12}
\end{aligned} \tag{3.17}$$

3.1.2.1.2 Deuxième étape: procédure de pondération à l'aide de l'orientation calculée

On applique au tenseur des propriétés du matériau unidirectionnel les fonctions de pondérations, proposées par Advani et Tucker (87), pour tenir compte de la distribution d'orientation générée pendant la phase de remplissage⁵ (cf. § 4.2.3),

$$\begin{aligned}
\langle C_{ijkl}^{(e)} \rangle &= B_1 a_{ijkl} + B_2 (a_{ij} \delta_{kl} + a_{kl} \delta_{ij}) + B_3 (a_{ik} \delta_{jl} + a_{il} \delta_{jk} + a_{ijl} \delta_{ik} + a_{jk} \delta_{il}) \\
&\quad + B_4 \delta_{ij} \delta_{kl} + B_5 (\delta_{ik} \delta_{jl} + \delta_{il} \delta_{jk})
\end{aligned} \tag{3.18}$$

Et

$$\langle \alpha_{ij} \rangle = (\alpha_1 - \alpha_2) a_{ij} + \alpha_2 \delta_{ij} \tag{3.19}$$

Les cinq constantes B_i sont des invariants du tenseur unidirectionnel. Ils peuvent être calculés à partir des propriétés unidirectionnelles du matériau isotrope dans le sens transverse (Advani *et al.*, 87]. Les a_{ij} et a_{ijkl} sont les composantes des tenseurs d'orientation d'ordre 2 et 4 (pour la définition complète, voir le chapitre 4).

Les procédures de pondération données par les équations (3.18) et (3.19) tombent dans la catégorie dite de l'approche limite. Le composite est considéré comme un ensemble composé d'éléments de matière discrets, chacun d'eux contenant de la matrice et des fibres complètement alignées. On peut dériver différentes formulations de pondération suivant les hypothèses que l'on fait pour la distribution des champs de déformation et de contrainte dans cet ensemble. Il est facile de montrer que la pondération effectuée sur le calcul de l'expansion thermique (équation (3.19)) est basé sur l'hypothèse d'une contrainte uniforme et d'une différence de température constante dans cet ensemble. De façon alternative, si on fait l'hypothèse que la déformation est uniforme, la procédure de pondération correspondante est différente [Camacho *et al.*, 90].

3.1.2.2 Cas d'un matériau isotrope

Dans le cas d'un matériau isotrope (i.e. matériau non chargé), la matrice de rigidité (équation (3.16)) se simplifie et on peut écrire,

⁵ Le calcul de l'orientation des fibres est présenté dans le détail dans le Chapitre 4 (§ 4.2.3)

$$\begin{aligned}
c_{11}^{(e)} = c_{22}^{(e)} &= \frac{2(1-\nu)}{1-2\nu} G \\
c_{12}^{(e)} = c_{13}^{(e)} = c_{23}^{(e)} &= \frac{2\nu}{1-2\nu} G
\end{aligned}
\tag{3.20}$$

G est le module de cisaillement et ν , le coefficient de poisson. G est relié au module d'Young E par la relation :

$$G = E/2(1+\nu)$$

3.1.3 Loi de comportement thermo – viscoélastique anisotrope

Moldflow propose deux approches fondamentalement différentes. L'approche par défaut, dite semi-analytique, permet de prédire les retraits locaux parallèles et perpendiculaires à l'écoulement à partir d'un modèle mathématique semi-analytique basé sur un plan d'expérience approprié. C'est cette approche qui est aujourd'hui proposée par défaut et utilisée par la quasi-totalité des utilisateurs du logiciel. Une description détaillée a été donnée dans le paragraphe 1.4.2. La deuxième approche, dite théorique, permet, elle aussi, de prédire les retraits et déformations mais à partir du calcul des contraintes résiduelles dans le solide. Cette seconde approche est bien sûr beaucoup plus intéressante d'un point de vue scientifique. Nous allons la détailler dans ce paragraphe [Zheng *et al.*, 99].

3.1.3.1 Modèle thermo – viscoélastique anisotrope

Les contraintes résiduelles qui se construisent au cours du procédé d'injection sont dues à la fois au refroidissement non homogène de la pièce et à la pression hydrostatique qui est y est piégée. Dans le cas des petites déformations, le comportement viscoélastique du matériau est correctement décrit par la théorie de la viscosité linéaire [Tanner, 88]. La forme générale de loi de comportement, linéaire et anisotrope peut s'écrire sous forme intégrale,

$$\sigma_{ij} = \int_0^t c_{ijkl}(\xi(t) - \xi(t')) \left(\frac{\partial \varepsilon_{kl}}{\partial t'} - \alpha_{kl} \frac{\partial T}{\partial t'} \right) dt' \tag{3.21}$$

Où $c_{ijkl}(t)$ est le module de relaxation viscoélastique. Dans cette formulation, on fait l'hypothèse que le matériau n'est pas modifié pour tout $t < 0$ (stockage, plastification ...).

ξ est appelée fonction décalage et traduit le principe d'équivalence temps – température,

$$\xi(t) = \int_0^t \frac{1}{a_T} dt' \tag{3.22}$$

Où a_T est le facteur de glissement qui rend compte de l'effet de la température sur la réponse du matériau.

Le tenseur des contraintes (3.21) peut être décomposé en deux parties, l'une qui tient compte de la pression hydrostatique p_h et l'autre un tenseur des extra – contraintes τ .

$$\boldsymbol{\sigma} = -p_h \mathbf{I} + \boldsymbol{\tau} \quad (3.23)$$

L'expression de la pression hydrostatique peut être explicitée à l'aide de l'équation de continuité,

$$p_h = -\frac{1}{3} \sigma_{ii} = \int_0^t \left(\beta \frac{\partial T}{\partial t'} - K \text{Tr} \dot{\boldsymbol{\varepsilon}} \right) dt' \quad (3.24)$$

Où β et K , qui tiennent compte du coefficient d'expansion volumique et de la compressibilité, sont donnés en fonction des propriétés élastiques et thermiques du matériau,

$$\begin{aligned} \beta &= \frac{1}{3} \left[(c_{11}^{(e)} + c_{12}^{(e)} + c_{13}^{(e)}) \alpha_1 + (c_{12}^{(e)} + c_{22}^{(e)} + c_{23}^{(e)}) \alpha_2 + (c_{13}^{(e)} + c_{23}^{(e)} + c_{33}^{(e)}) \alpha_3 \right] \\ K &= \frac{1}{3} (c_{13}^{(e)} + c_{23}^{(e)} + c_{33}^{(e)}) \end{aligned} \quad (3.25)$$

Les composantes du tenseur des extra-contraintes sont données par,

$$\tau_{11}(t) = 2 \int_0^t G_1(\xi(t) - \xi(t')) \frac{\partial \varepsilon_{11}^d}{\partial t} dt' - \int_0^t \beta_1(\xi(t) - \xi(t')) \frac{\partial T}{\partial t} dt' \quad (3.26)$$

$$\tau_{22}(t) = 2 \int_0^t G_2(\xi(t) - \xi(t')) \frac{\partial \varepsilon_{22}^d}{\partial t} dt' - \int_0^t \beta_2(\xi(t) - \xi(t')) \frac{\partial T}{\partial t} dt' \quad (3.27)$$

$$\tau_{33}(t) = 2 \int_0^t G_3(\xi(t) - \xi(t')) \frac{\partial \varepsilon_{33}^d}{\partial t} dt' - \int_0^t \beta_3(\xi(t) - \xi(t')) \frac{\partial T}{\partial t} dt' \quad (3.28)$$

Où ε_{ij}^d est la déformation déviatorique, définie par,

$$\varepsilon_{ij}^d = \varepsilon_{ij} - \frac{1}{3} \text{Tr} \boldsymbol{\varepsilon} \delta_{ij} \quad (3.29)$$

On fait l'hypothèse que tous les termes $G_i(t)$ et $\beta_i(t)$ suivent la même fonction de relaxation $F(t)$. Les termes G_i et β_i ($i=1, 2, 3$) des équations (3.26) à (3.28) sont donc définis par,

$$\begin{aligned} G_1(t) &= G_1(0)F(t), \\ G_2(t) &= G_2(0)F(t), \\ G_3(t) &= G_3(0)F(t), \\ \beta_1(t) &= \beta_1(0)F(t), \\ \beta_2(t) &= \beta_2(0)F(t), \\ \beta_3(t) &= \beta_3(0)F(t), \end{aligned} \quad (3.30)$$

Avec

$$\begin{aligned}
G_1(0) &= \frac{1}{2}(c_{23}^{(e)} - 2c_{13}^{(e)} + c_{33}^{(e)}), \\
G_2(0) &= \frac{1}{2}(c_{13}^{(e)} - 2c_{23}^{(e)} + c_{33}^{(e)}), \\
G_3(0) &= \frac{1}{4}(2c_{33}^{(e)} - c_{23}^{(e)} - c_{13}^{(e)}), \\
\beta_1(0) &= \frac{1}{3}[(2c_{11}^{(e)} + c_{12}^{(e)} + c_{13}^{(e)})\alpha_1 + 2(c_{12}^{(e)} - c_{22}^{(e)} - c_{23}^{(e)})\alpha_2 + (2c_{13}^{(e)} - c_{23}^{(e)} - c_{33}^{(e)})\alpha_3], \\
\beta_2(0) &= \frac{1}{3}[(2c_{12}^{(e)} - c_{11}^{(e)} - c_{13}^{(e)})\alpha_1 + (2c_{22}^{(e)} - c_{12}^{(e)} - c_{23}^{(e)})\alpha_2 + (2c_{23}^{(e)} - c_{13}^{(e)} - c_{33}^{(e)})\alpha_3], \\
\beta_3(0) &= \frac{1}{3}[(2c_{13}^{(e)} - c_{11}^{(e)} - c_{12}^{(e)})\alpha_1 + (2c_{23}^{(e)} - c_{12}^{(e)} - c_{22}^{(e)})\alpha_2 + (2c_{33}^{(e)} - c_{13}^{(e)} - c_{23}^{(e)})\alpha_3],
\end{aligned} \tag{3.31}$$

Et la fonction de relaxation $F(t)$ est représentée à l'aide du modèle de Maxwell multi-mode sous la forme :

$$F(t) = \sum_{k=1}^N g_k \exp\left(-\frac{t}{\lambda_k}\right), \tag{3.32}$$

avec $\sum_{k=1}^N g_k = 1$

Le comportement du polymère est donc représenté par une distribution de temps de relaxation sous forme de N couples (g_k, λ_k) ⁶.

Dans le cas d'un matériau isotrope, la matrice de rigidité se simplifie (cf. équation (3.20)) et le modèle viscoélastique anisotrope est réduit à un modèle viscoélastique isotrope.

On voit aussi qu'en laissant λ tendre vers l'infini, le modèle viscoélastique se réduit à un modèle élastique simple⁷.

3.1.3.2 Hypothèses et conditions aux limites

Hypothèses

Afin de simplifier la résolution du problème, dans le cas du moulage par injection, les hypothèses suivantes ont été faites,

- (i) Si la direction 3 est la direction normale au plan médian de la pièce, les composantes de cisaillement du tenseur de déformation sont nulles, $\varepsilon_{13} = \varepsilon_{23} = 0$.
- (ii) La composante normale (à l'épaisseur) du tenseur des contraintes σ_{33} est constante dans l'épaisseur.
- (iii) Tant que $\sigma_{33} < 0$, la pièce colle à la paroi du moule.
- (iv) Avant éjection, la pièce est confinée dans le moule, $\varepsilon_{11} = \varepsilon_{22} = 0$ et $\varepsilon_{33} \neq 0$.
- (v) La déformation du moule est négligée.
- (vi) La condition de passage du liquide au solide est donnée uniquement par une valeur de température critique, la température de transition vitreuse pour les polymères amorphes et la température de non-écoulement pour les semi-cristallins.
- (vii) Après éjection de la pièce, le matériau est supposé élastique.

Conditions aux limites

⁶ Le modèle, dans Moldflow, n'en autorise que dix au maximum.

⁷ Par défaut, si l'utilisateur ne fournit aucune caractérisation viscoélastique (i.e. spectre de relaxation, loi d'Arrhenius ou WLF) dans la base de données matière, c'est le modèle élastique qui est activé.

Les conditions aux limites sont données par l'intermédiaire de la composante normale du tenseur des contraintes σ_{33} . On distingue trois cas de figure,

Cas 1: Si la pièce est dans le moule et qu'il y a coexistence d'une couche liquide et d'une couche solide, alors la composante normale du tenseur des contraintes (dans le solide) est égale à l'opposée de la valeur de la pression présente dans la couche liquide,

$$\sigma_{33} = -p \quad (3.33)$$

Toutes les composantes du tenseur de déformation, excepté ε_{33} , sont nulles.

Cas 2: Quand la pièce est dans le moule et que le polymère a solidifié sur toute son épaisseur, la pièce peut soit coller à la paroi du moule soit se détacher. Si elle est en contact, alors σ_{33} est déterminée par la condition suivante,

$$\int_{-h/2}^{h/2} \varepsilon_{33} dz = 0 \quad (3.34)$$

Sinon, $\sigma_{33} = 0$. Toutes les composantes du tenseur de déformation sont toujours égales à zéro, excepté ε_{33} .

Cas 3: Après éjection de la pièce, aucune force extérieure ou contrainte n'est appliquée à la pièce, les surfaces sont libres, la contrainte normale à chaque surface est nulle,

$$\sigma_{ij} n_j = 0, \quad (3.35)$$

Où n_j est le vecteur unité normal à la surface.

3.1.4 Formulation numérique

3.1.4.1 Phases de remplissage et de compactage

L'équation de Hele-Shaw (3.5) pour déterminer les phases de remplissage et de pression sont résolues à l'aide d'une méthode par éléments finis. La méthode de Galerkin est utilisée pour dériver les équations d'éléments finis basées sur le système de coordonnées local, en utilisant une interpolation P^1-C^0 (pour plus de détails, voir [Kennedy, 95]). Une transformation du repère global en repère local peut être appliquée pour modéliser une géométrie tridimensionnelle. Le repère de coordonnées locales x_1, x_2, x_3 est tel que x_1 et x_2 définissent le plan d'écoulement et x_3 indique la direction de l'épaisseur. On utilise des éléments à trois nœuds triangulaires pour discrétiser la cavité et des éléments poutres à deux nœuds, pour les canaux d'alimentation.

Pour suivre l'évolution du front de matière dans la cavité, on utilise des sous-éléments appelés volumes de contrôle. Chacun d'entre eux relie le barycentre des éléments finis aux milieux des côtés de ces éléments. Une fois que l'on résout l'équation pour la pression, la vitesse d'avance dans chaque nœud du front de matière peut être calculée. Pour un pas de temps donné, le volume de contrôle associé à ce nœud peut être testé pour savoir s'il est plein ou vide. Une fois que le volume est rempli, le front de matière avance en incorporant tous les nœuds connectés au dernier nœud atteint par le front de matière.

Les profils de température sont supposés asymétriques, afin de tenir compte d'une possible dissymétrie de refroidissement (volontaire ou non) ou dans le cas d'une bifurcation dans la cavité. Chaque élément est divisé en 51 couches, 21 couches dans le plastique et 30 couches dans le métal. On définit un rapport d'épaisseur en entre les couches dans le plastiques et celles dans le métal afin "modéliser" la distance entre les canaux de refroidissement, où est imposée une condition de température, et l'interface pièce/moule. On fait l'hypothèse que le contact à cette interface est parfait et on néglige toute résistance thermique que pourrait constituer une fine lame d'air ou de vide.

3.1.4.2 Calcul des contraintes résiduelles

La solution numérique du problème du calcul des contraintes résiduelles est déterminée à l'aide d'une méthode par éléments finis utilisant une formulation discrète temporelle. De cette manière, l'état des contraintes au temps t_{n+1} est calculé à partir de l'état des contraintes au temps t_n .

Dans un premier temps, on réécrit l'équation (3.24) sous sa forme discrète :

$$p_h(t_{n+1}) = p_h(t_n) + \beta \Delta T - K \text{Tr} \Delta \varepsilon \quad (3.36)$$

ΔT et $\Delta \varepsilon$ sont les changements en température et en déformation, respectivement, pendant le pas de temps $\Delta t = t_{n+1} - t_n$.

On peut établir, de la même façon, la formulation discrète de la partie déviatorique du tenseur des contraintes, équations (3.26) à (3.28). Après avoir substitué les équations (3.30) et (3.32) dans l'équation (3.26), τ_{11} peut être décomposé en :

$$\tau_{11}(t) = \sum_{k=1}^N [s_{11}^{(k)}(t) - \Theta_1^{(k)}(t)] \quad (3.37)$$

Où,

$$s_{11}^{(k)}(t) = 2G_1(0)g_k \int_0^t \exp\left(-\frac{\xi(t) - \xi(t')}{\lambda_k}\right) d\varepsilon_{11}^d(t'), \quad (3.38)$$

$$\Theta_1^{(k)}(t) = \beta_1(0)g_k \int_0^t \exp\left(-\frac{\xi(t) - \xi(t')}{\lambda_k}\right) d\varepsilon_{11}^d(t') \quad (3.39)$$

Par différenciation par rapport à t de l'équation (3.38), on obtient,

$$\frac{ds_{11}^{(k)}}{dt} + \frac{1}{\lambda} \frac{d\xi}{dt} s_{11}^{(k)} = 2G_1(0)g_k \frac{d\varepsilon_{11}^d}{dt} \quad (3.40)$$

L'équation différentielle (3.40) peut être discrétisée en utilisant une procédure de différence finie qui donne :

$$\frac{s_{11}^{(k)}(t_{n+1}) - s_{11}^{(k)}(t_n)}{\Delta t} + \frac{1}{\lambda} \frac{\Delta \xi}{\Delta t} s_{11}^{(k)}(t_{n+1}) = 2G_1(0) g_k \frac{\Delta \varepsilon}{\Delta t}, \quad (3.41)$$

Tel que,

$$s_{11}^k(t_{n+1}) = \zeta_k \left[s_{11}^k(t_n) + 2G_1(0) g_k \Delta \varepsilon^d \right] \quad (3.42)$$

Où,

$$\zeta_k = \left(1 + \frac{\Delta \xi}{\lambda_k} \right)^{-1} \quad (3.43)$$

Et $\Delta \xi$ est approché par,

$$\Delta \xi = \frac{\Delta t}{a_T} \quad (3.44)$$

De façon similaire, pour l'équation (3.39), on obtient :

$$\Theta_1^{(k)}(t_{n+1}) = \zeta_k \left[\Theta_1^{(k)}(t_n) + \beta_1(0) g_k \Delta T \right] \quad (3.45)$$

De cette façon, on a bâti une formulation incrémentale pour le calcul de τ_{11} . On établit le même type de procédure de discrétisation pour les autres composantes du tenseur des extra-contraintes, τ_{22} et τ_{33} . Pour rappel, si la direction principale de l'écoulement est x_1 et le plan médian (x_1, x_2), la contrainte de cisaillement dans ce plan, τ_{12} , est nulle. Après transformation des coordonnées dans le repère local de l'élément, on retrouve généralement des composantes de cisaillement non nulles dans le plan.

On s'intéresse maintenant aux incréments de déformation. L'hypothèse (iv) implique,

$$\text{Tr}(\Delta \varepsilon) = \Delta \varepsilon_{33}, \quad (3.46)$$

$$\Delta \varepsilon_{11}^d = \Delta \varepsilon_{22}^d = -\frac{1}{3} \Delta \varepsilon_{33}, \quad (3.47)$$

$$\Delta \varepsilon_{33}^d = \frac{2}{3} \Delta \varepsilon_{33} \quad (3.48)$$

Puisque σ_{33} est donnée comme une condition aux limites (§ 3.1.3.2), la composante $\Delta \varepsilon_{33}$ de l'incrément de déformation pendant l'intervalle de temps (t_n, t_{n+1}) peut être calculée à partir de $\sigma_{33}(t_{n+1})$ et de sa valeur à l'incrément de temps précédent, t_n . La composante $\sigma_{33}(t_{n+1})$ du tenseur des contraintes peut être exprimée par :

$$\sigma_{33}(t_{n+1}) = \sigma_{33}^* + \left(K + \frac{4}{3} G_3(0) \sum_{k=1}^N \zeta_k g_k \right) \Delta \varepsilon_{33} \quad (3.49)$$

Où σ_{33}^* est donnée par,

$$\sigma_{33}^* = - \left\{ p_h(t_n) + \beta \Delta T + \sum_{k=1}^N \zeta_k [\Theta_3^{(k)}(t_n) + \beta_3 g_k \Delta T] \right\} + \sum_{k=1}^N \zeta_k \sigma_{33}^{(k)}(t_n) \quad (3.50)$$

Et donc :

$$\Delta \varepsilon_{33} = \frac{\sigma_{33}(t_{n+1}) - \sigma_{33}^*}{K + \frac{4}{3} G_3(0) \sum_{k=1}^N \zeta_k g_k} \quad (3.51)$$

3.1.5 Procédure de calcul

Si les résultats sont connus au temps t_n , la procédure de calcul au temps t_{n+1} est la suivante :

1. Calcul des champs de pression, vitesse, température (et de l'orientation des fibres dans le cas d'un matériau chargé) au temps t_{n+1} et calcul de $\Delta T = T(t_{n+1}) - T(t_n)$.
2. Calcul des propriétés thermo – mécaniques (avec utilisation du tenseur d'orientation des fibres, dans le cas d'un matériau chargé).
3. Calcul du facteur de glissement horizontal a_T , du pas de la fonction de décalage $\Delta \xi$ et ζ_k ($k=1, 2, \dots, N$) à l'aide des équations WLF ou Arrhenius (cf. § 1.2.3.1) et des équations (3.43) et (3.44). On choisit une valeur moyenne pour a_T entre l'ancienne et la nouvelle température pour l'équation (3.44).
4. Calcul de σ_{33} suivant qu'il y a coexistence d'une couche liquide et solide ou non (Cas 1).
5. Calcul de σ_{33}^* et $\Delta \varepsilon_{33}$ à l'aide des équations (3.50) et (3.51), respectivement.
6. Calcul de p_h , τ_{11} , τ_{22} et τ_{33} à l'aide des équations (3.36) et (3.37), etc.
7. Calcul de σ_{11} et σ_{22} à l'aide de l'équation (3.23).

Le calcul est effectué élément par élément, couche par couche.

3.1.6 Calcul des déformations résiduelles

Une approche thermo – viscoélastique, après l'éjection de la pièce, serait précise, mais très gourmande en temps de calcul. C'est donc une approche élastique qui lui a été préférée. Juste avant ce traitement élastique du refroidissement libre de la pièce hors du moule, une étape est nécessaire alors que la pièce est encore dans le moule. Celle-ci consiste à "forcer" le matériau à refroidir instantanément (i.e. en un pas de temps) de la température d'éjection⁸ à la température ambiante et à calculer les contraintes résiduelles (thermiques) qui en résultent. Ce profil "thermique" ainsi calculé est alors additionné au profil initial et le profil résultant constitue le profil juste avant éjection. Ce profil constitue le terme de chargement dans les équations de déformation. Une fois que le chargement et les conditions limites sont appliqués, on peut calculer les déplacements de chacun des nœuds pour déterminer la forme et les dimensions finales de la pièce hors du moule.

Tout le temps où la pièce est dans le moule, il n'y a pas besoin de calculs de déplacements. Après éjection⁹, le champ de déplacement est résolu suivant une méthode par éléments finis

⁸ La température d'éjection est la température à laquelle on estime que l'ensemble de la pièce est suffisamment rigide pour supporter l'éjection sans risques d'être déformée de façon permanente ou subir l'empreinte des éjecteurs. Idéalement il faudrait choisir la température ambiante, ce qui n'est, bien sûr, pas compatible avec la réalité industrielle (i.e. réduction des temps de cycles).

⁹ On est alors dans le cas d'un refroidissement libre.

triangulaires à trois nœuds, avec chacun dix huit degrés de liberté (six à chaque nœud). Ce type d'éléments nous permet donc de réutiliser le maillage utilisé pour les calculs précédents de remplissage, compactage et calcul des contraintes. L'élément, pour le calcul de la déformation, est construit en superposant une formulation de membrane locale [Bergan *et al.*, 84; Bergan *et al.*, 85] avec une formulation de flexion linéaire [Batoz *et al.*, 89]. Les propriétés du matériau peuvent varier d'un élément et/ou d'une couche à l'autre.

La méthode éléments finis a été implémentée pour les petites et les grandes déformations et le gauchissement. Dans les cas présentés dans cette étude, on peut considérer que le changement de géométrie ne détériore pas significativement la rigidité de la structure. On se placera donc dans le cas des petites déformations.

3.2 Déroulement du calcul

3.2.1 Protocole de simulation

Avec le logiciel Moldflow Plastic Insight *MPI* version 2.0, la simulation du moulage par injection est réalisée en plusieurs étapes. La procédure est la suivante¹⁰,

calcul	Remplissage	Compactage	Contraintes	Déformations
nom du module	<i>FILL</i>	<i>PACK</i>	<i>WARP</i>	

Tableau 3.2: Déroulement du calcul (de droite à gauche) et noms des modules Moldflow correspondants

3.2.1.1 Les pièces étudiées

La première étape de la simulation est la construction de la maquette de la pièce injectée. Le logiciel Moldflow dispose d'un module de CAO (*MFVIEW*) qui permet de modéliser la pièce et de la mailler automatiquement. Cette maquette intègre le système d'alimentation (carotte), les canaux de refroidissement, les parties fixes et mobiles du moule et, enfin, la pièce.

- La première pièce est la plaque. Etant donné sa simplicité et le nombre de calculs à effectuer, nous avons opté pour un modèle simple d'environ 500 éléments (Figure 3.2). La mesure de la pression de remplissage est réalisée par le capteur situé dans la buse d'injection. Pour être en accord avec cette situation expérimentale, la géométrie située entre le capteur de pression et la carotte d'injection est ajoutée à la maquette.

Les canaux de refroidissements étant bien répartis et les températures bien homogènes dans l'ensemble de la cavité, il n'est pas utile de faire un calcul de thermique complet pour la plaque. Pour modéliser la distance entre les canaux de refroidissement et l'interface métal/polymère, on discrétise aussi le moule en un certain nombre de couches et on attribue une valeur de coefficient de transfert thermique constante à la couche la plus éloignée de l'interface. On peut ainsi estimer l'évolution de la température à l'interface en fonction de l'évolution de la température dans la polymère.

Dans le cas d'un refroidissement dissymétrique, on attribue une valeur de température directement à l'interface polymère/métal (supérieure et inférieure) et ce pour chacun des éléments choisis. Ces températures sont évaluées à l'aide du thermocouple placé dans la cavité et de mesures réalisées à l'aide d'un thermocouple manuel (cf. § 2.4.1.3).

¹⁰ Dans le cas où on réalise une thermique complète de la pièce, on effectue d'abord un premier calcul rapide de remplissage afin d'évaluer les échanges thermiques mis en jeu.

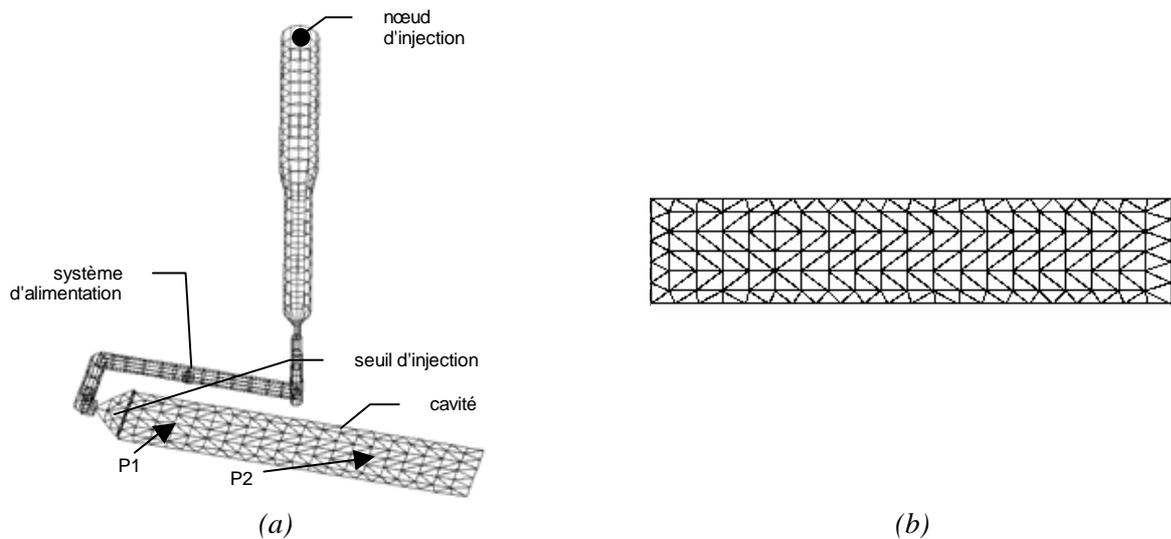


Figure 3.2: Description de la maquette Moldflow utilisée pour l'étude de la plaque: modélisation de la cavité et de la buse d'injection (a) et détail du maillage de la cavité (b)

- La 2^{ème} pièce étudiée est la pièce « coin ». La géométrie plus complexe a nécessité une analyse thermique du moule plus précise qu'une simple condition aux limites attribuée à l'interface pièce/moule pour la plaque. L'ensemble du système moule – cavité est donc modélisé. La cavité comporte un peu plus de 1500 éléments, le moule et les canaux de refroidissement, environ 2200 éléments. Les maquettes du moule et des canaux de refroidissement pour la pièce *coins* sont données sur la Figure 3.3.

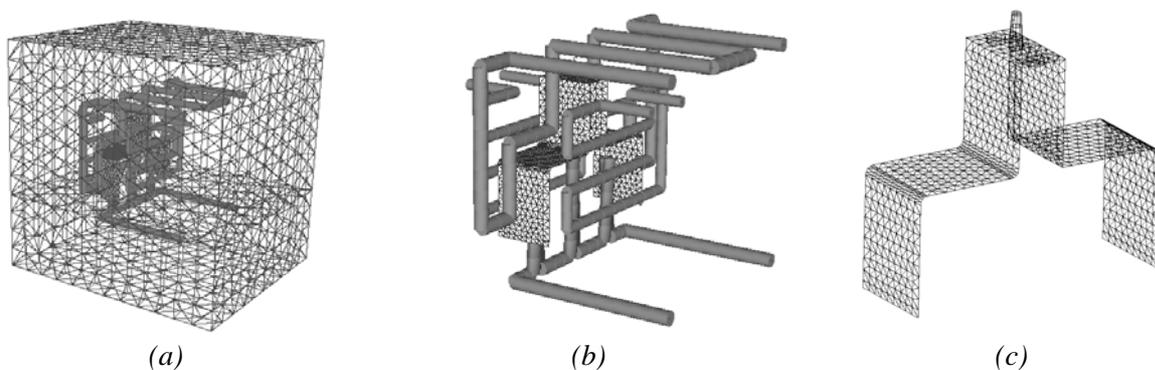


Figure 3.3 Description de la maquette Moldflow utilisée pour l'étude du moule coin: maillage du moule (a) et des canaux de refroidissement (b) pour le calcul de thermique et maillage de la pièce (c)

Les dimensions sont celles mesurées sur le moule réel. Les données nécessaires pour effectuer la thermique du moule sont les caractéristiques thermiques du moule (conductivité thermique, capacité calorifique, densité du métal), les caractéristiques du fluide de refroidissement circulant dans les canaux (nature du fluide et sa température, débit ou type de l'écoulement) et les conductances des plans de joint (entre les deux parties du moule, interface insert – moule). Pour chacun des canaux d'alimentation, on définit une entrée et une sortie du fluide. Le calcul de thermique fournit une cartographie complète de la température de paroi d'empreinte qui sert de valeur d'entrée pour le calcul de remplissage – compactage qui suit (cf. Tableau 3.2).

3.2.1.2 Les paramètres d'injection

Le temps d'injection peut être rentré sous trois formes, un temps d'injection (s), un débit ($\text{cm}^3 \cdot \text{s}^{-1}$) ou encore un profil d'injection. On a choisi de travailler avec un débit constant déterminé à partir de la mesure du temps séparant la réaction des capteurs situés en début et en bout de plaque. Le volume traversé est connu, donc le débit aussi.

La température matière est celle donnée par le capteur de température dans la buse d'injection.

3.2.1.3 Le profil de pression de compactage

La buse est équipée d'un capteur de pression. Celui-ci nous permet donc d'avoir une indication très précise de l'évolution dans le temps de la pression. Nous avons donc rentré manuellement (sous forme de couples pression – temps) cette évolution, avec une attention toute particulière pour la phase de commutation¹¹.

3.2.2 Caractéristiques utilisées pour la simulation de l'injection du PP

La référence du matériau dans la base de données matière Moldflow est ELTEX PHV252 [SV317]. L'ensemble de la caractérisation matière a été réalisé par le Centre des Matériaux de Moldflow à Melbourne, excepté les différentes caractérisations viscoélastiques qui ont été réalisées au CEMEF.

3.2.2.1 Les caractéristiques mécaniques

		PP
Module d'Young (E)	MPa	1400
Coefficient de Poisson (ν)		0,43

Tableau 3.3: Propriétés mécaniques du PP

3.2.2.2 Les caractéristiques thermiques

		PP
Conductivité thermique (λ)	W/m°C	0,1
Chaleur spécifique (C_p)	J/kg°C	2787
Température d'éjection	°C	100
Température de non-écoulement (T_{nf})	°C	131

Tableau 3.4: Données thermiques utilisées pour la simulation du PP

3.2.2.3 Les données pVT

Les mesures ont été réalisées sur un appareil GNOMIX Research. La mesure est effectuée par paliers isothermes en chauffant l'échantillon. Les données brutes sont représentées par le modèle de Moldflow basé sur l'équation de l'IKV (3.9) dont les constantes sont données dans le Tableau 3.5,

¹¹ Cette démarche est relativement éloignée du cas de figure classique où l'utilisateur n'a pas d'informations sur l'évolution réelle de la pression dans la cavité.

a ₁	a ₂	a ₃	a ₄	a ₅	a ₆	a ₇
9,312e+6	5,850e+1	6,538e+7	8,4250e+9	2,421e-16	1,5483e-1	2,2045e-9

b ₁	b ₂	b ₃	b ₄	b ₅	b ₆
8,2266e+6	1,0014e+2	9,1191e+7	7,1024e+9	-2,75e+10	1,600e+8

Tableau 3.5: Valeurs des constantes a_i et b_i pour les trois équations du modèle IKV utilisées dans Moldflow pour modéliser les données pVT (unités S.I., températures en Kelvin)

3.2.2.4 Les données rhéologiques

Dépendance de la viscosité avec le taux de cisaillement et la température

Les données brutes mesurées sur un rhéomètre capillaire installé sur une presse à injecter sont modélisées par une équation du second ordre (3.4) dont les constantes sont données dans le Tableau 3.6,

a ₁	a ₂	a ₃	a ₄	a ₅	a ₆
1,125e+1	-6,119e-1	-1,746e-2	-2,242e-2	1,2689e-3	6,9111e-6

Tableau 3.6: Valeurs des constantes a_i du modèle polynomial de viscosité, pour le PP (unités S.I.)

Données viscoélastiques linéaires

Etant donnée la complexité du caractère rhéologique du polypropylène et le manque d'études détaillées sur la mesure et la modélisation de son comportement, nous avons étudié plus en détail ce matériau (dans le solide). Nous avons, de plus, regardé l'influence de sa caractérisation viscoélastique sur les résultats finaux de contraintes et de déformations résiduelles. C'est l'objet du paragraphe suivant.

3.3 Mesure du comportement viscoélastique

Notre ambition pour cette investigation plus poussée a été double: dans un premier temps tester la qualité de nos résultats (reproductibilité de la mesure elle-même et celle du mode de préparation des échantillons), ensuite, dans un second temps, quantifier l'influence de certains paramètres comme la cristallisation, l'orientation ou encore le niveau de contraintes résiduelles dans l'échantillon analysé sur les valeurs des modules rhéologiques. Ces paramètres dépendent de la vitesse de refroidissement qui est assez facilement modifiable et contrôlable : c'est elle que nous avons fait varier. En revanche, on ne peut distinguer la contribution de l'un ou l'autre des paramètres cités plus haut.

La méthode la plus employée pour déterminer les propriétés viscoélastiques du polymère dans une large gamme de températures, dans le domaine linéaire et en petites déformations, est l'essai de sollicitation dynamique (DMTA). On va s'intéresser, ici, au comportement rhéologique du polymère dans le solide.

3.3.1 Détermination expérimentale de la rhéologie du polymère

Les mesures rhéologiques ont toutes été réalisées au Cemef. Une partie importante des résultats a été obtenue au cours du stage de C. Desrennes [Desrennes, 01].

Mesure expérimentale

On soumet un barreau parallélépipédique à une déformation sinusoïdale de fréquence ω et

d'amplitude ε_0 , et on mesure simultanément le couple résultant C_0 et son déphasage δ . On utilise le RMS 800, rhéomètre rotatif à déformation imposée, en mode dynamique et en petites déformations. La détermination des composantes visqueuses et élastiques du module complexe G^* se fait à partir des valeurs de σ_0 (amplitude de la contrainte), ε_0 et δ . Toutes les relations sont données dans le Chapitre 1, dans les équations (1.13) à (1.18).

Présentation du logiciel Rheometrics® RHIOS

Plusieurs essais peuvent être effectués par l'intermédiaire du logiciel RHIOS¹². Nous avons, pour notre part, effectué trois tests différents,

- (i) Balayage en déformation (DStrnSwp): ce test permet de déterminer les limites du domaine linéaire viscoélastique d'un échantillon. Il consiste à appliquer une gamme de déformations de type sinusoïdal tout en fixant la fréquence et la température. Deux types de modes sont possibles : linéaire ou logarithmique. On choisira de représenter la déformation sur une échelle logarithmique.
- (ii) Balayage en température (DtempRamp): ce test est utilisé pour déterminer la réponse d'un matériau à des changements de température. Il va nous permettre de mettre en évidence les températures caractéristiques des polymères : la température de transition vitreuse, celles de fusion et de cristallisation.
- (iii) Balayage en fréquence et en température (DF/TSwp): ce test permet de faire varier simultanément la fréquence et la température. On applique une déformation sinusoïdale identique pour chacune des mesures ; pour différentes températures définies préalablement, on effectue les mesures dans un intervalle donné de fréquences. L'incrémentation des fréquences se fait selon un mode logarithmique. A partir des valeurs expérimentales, on obtient une série de courbes qu'il est possible de traiter à l'aide du logiciel RHECALC.

Présentation du logiciel Rheometrics® RHECALC

Le logiciel RHECALC¹³ est un outil très pratique qui permet d'analyser rapidement les données rhéologiques obtenues lors des tests DMTA. A partir des valeurs expérimentales des essais en fréquence et en température, on calcule les paramètres suivant,

- (i) Les facteurs de glissement a_T : le menu PLOT permet de calculer les facteurs de glissement en fonction de la température à partir de données en fréquence mesurées à différentes températures. Il existe 4 modes de superposition. *Horizontal*: algorithme de minimisation sur l'axe horizontal, pas de glissement vertical. *Vertical*: algorithme de minimisation sur l'axe vertical, pas de glissement horizontal. *Vertical et Horizontal*: algorithme de minimisation sur les deux axes. *Guess*: glissement horizontal et vertical sans minimisation.
On sélectionne le mode de superposition désiré (horizontal dans notre cas), la température de référence et on obtient les facteurs de glissement a_T .
- (ii) L'énergie d'activation: toujours avec le même module, il est possible de calculer les valeurs de l'énergie d'activation (loi d'Arrhenius).
- (iii) La courbe maîtresse: le module PLOT permet également à partir de facteurs de

¹² Rheometrics Integrated Operating Software

¹³ Rheometrics Enhanced Calculation Program

glissement de calculer la courbe maîtresse.

- (iv) Le spectre de relaxation: le module CONVERT permet de déterminer rapidement le spectre de relaxation. On choisit le nombre de couples (g, λ) que l'on désire obtenir.

La préparation des échantillons de PP

Les échantillons de PP sont obtenus par moulage par compression à partir de granulés. On utilise une presse hydraulique manuelle à plateaux chauffants avec un système de refroidissement par circulation d'eau. Après refroidissement, les échantillons ont les dimensions suivantes : $60 \times 8 \times 2$ mm (Figure 3.4-a).

Afin de tester l'influence de la vitesse de refroidissement sur le comportement rhéologique du matériau, on moule des échantillons à différentes vitesses de refroidissement (Figure 3.4-b): refroidissement rapide ($>20^\circ\text{C}/\text{min}$), moyen¹⁴ ($2^\circ\text{C}/\text{min}$) et lent ($0,2^\circ\text{C}/\text{min}$). Les échantillons refroidis à des vitesses trop lentes (i.e. $0,2^\circ\text{C}/\text{min}$) présentent des défauts de surface ainsi que des bulles. Ils ne seront pas considérés dans le reste de cette étude.

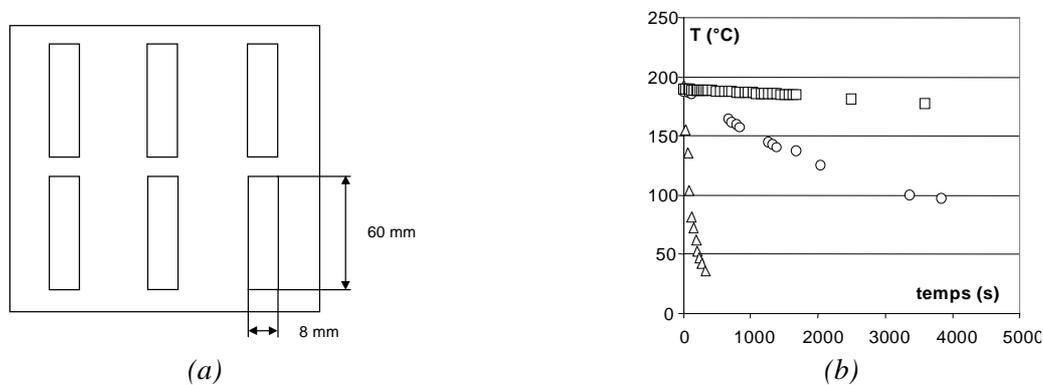


Figure 3.4: Schéma du moule de compression 6 empreintes (a) et profils de vitesses de refroidissement pour des échantillons de PP (b): rapide (Δ), refroidi naturellement (\circ) et refroidi très lentement (\square)

On étudiera également les effets de la préparation des échantillons sur les différentes propriétés viscoélastiques du matériau. Pour cela, on s'appliquera à reproduire des échantillons dans les plus proches conditions possibles. On suit le mode opératoire suivant: on place 1,15 g de granulés de PP dans chacune des 6 empreintes de la plaque. A $t=0$ min: on place les échantillons dans la presse ($T=230^\circ\text{C}$). A $t=4$ min: on applique une pression de 100 bars pendant 30s puis 150 bars pendant le même temps. A $t=5$ min: on applique deux fois de suite une force de compression de 200 bars pendant 20s. Enfin on refroidit le moule à la vitesse choisie (Figure 3.4-b).

Etude de la reproductibilité

Dans un premier temps, nous avons vérifié la reproductibilité de la mesure DMTA, elle-même, sur des échantillons issus d'un même moule (i) et, dans un deuxième temps, la reproductibilité du mode de préparation des échantillons (ii). On distinguera donc,

- (i) *Reproductibilité de la mesure*: effectuée sur des échantillons issus du même moulage et analysés dans les mêmes conditions.
- (ii) *Reproductibilité du mode opératoire*: réalisée sur des échantillons issus de moulages différentes ayant été préparées suivant le même mode opératoire

¹⁴ Ce qui correspond au refroidissement naturel de l'échantillon dans la presse de compression

3.3.2 Résultats et discussion

3.3.2.1 Détermination du domaine linéaire

Le premier test consiste à vérifier les hypothèses de linéarité entre les déformations et les contraintes qui seront la base de toute l'analyse suivante. Les polymères semi-cristallins sont connus pour avoir un étroit domaine de linéarité et il est conseillé de ne pas utiliser des déformations supérieures à 1% [Boyd, 85]. A température et fréquence constantes, on mesure les modules de cisaillement en fonction de la déformation. Tant que le module reste constant nous sommes dans le domaine linéaire. Dans les expériences suivantes nous avons choisi une déformation de 0,03%.

3.3.2.2 Balayage en température

Après ce premier test, on fait varier la fréquence ω entre 0,1 et 100 rad/s et la température entre 30 et 150 °C. Des mesures sont effectuées tous les 10 °C (à une fréquence donnée de 1 rad/s). Les modules élastiques et visqueux sont représentés ensuite sur une échelle logarithmique en fonction de ω pour chacune des températures. On s'intéresse plus particulièrement au module élastique G' . La température de transition vitreuse du PP étant inférieure à 30 °C, elle ne sera pas observée.

L'évolution du module élastique G' en fonction de la température est donnée sur la Figure 3.5. On voit que la décroissance de G' est continue et assez rapide entre 30°C et 140 °C (on se situe alors entre la température de transition vitreuse et la température de fusion).

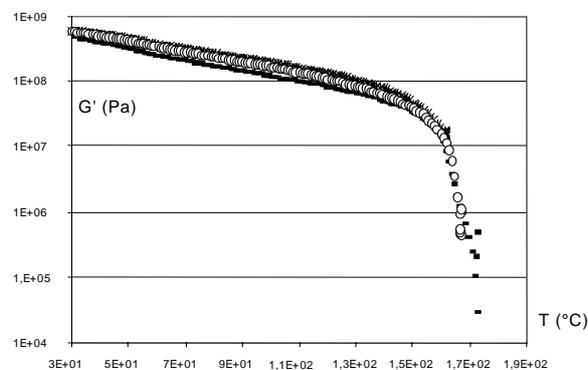


Figure 3.5: Module élastique G' en fonction de la température ($\omega=1$ rad/s) pour le PP: vitesse de refroidissement lors de la préparation de l'échantillon lente (*), moyenne (O) et rapide (-)

Le module chute ensuite brusquement aux alentours de 160 °C : cette température correspond au début de la fusion. Il ressort aussi que la vitesse de refroidissement a très peu d'incidence sur cette température.

3.3.2.3 Balayages en fréquence- température

Vérification du comportement thermo-rhéologiquement simple

A partir des résultats des essais en balayage fréquence et température, on peut également tracer le diagramme Cole-Cole, afin de vérifier si le matériau a un comportement thermo-rhéologiquement simple (Figure 3.6). On voit que les courbes obtenues à différentes

températures ne se superposent pas en une courbe unique (i.e. à une valeur de G' ne correspond pas une seule valeur de G''). Le comportement n'est donc pas parfaitement thermo-rhéologiquement simple..

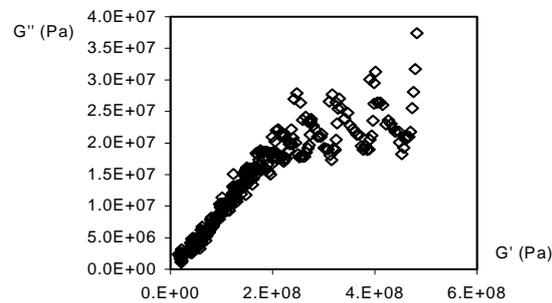


Figure 3.6: Diagramme Cole-Cole PP refroidi naturellement ($30 < T < 160^{\circ}\text{C}$): vérification du principe de superposition temps-température

L'utilisation du code de calcul Moldflow nécessite cependant de considérer le matériau comme tel. On le considèrera donc ainsi en première approximation.

Construction de la courbe maîtresse

Si le matériau est thermo – rhéologiquement simple, le coefficient de superposition horizontal est obtenu en faisant glisser horizontalement les courbes de modules jusqu'à ce qu'elles se superposent. Les courbes $G'=f(\omega)$ obtenues à différentes températures semblent pouvoir se superposer en les faisant glisser horizontalement (Figure 3.7). Le module et la fréquence sont représentés en échelle logarithmique. On prend, comme température de référence, $T_{ref}=30^{\circ}\text{C}$.

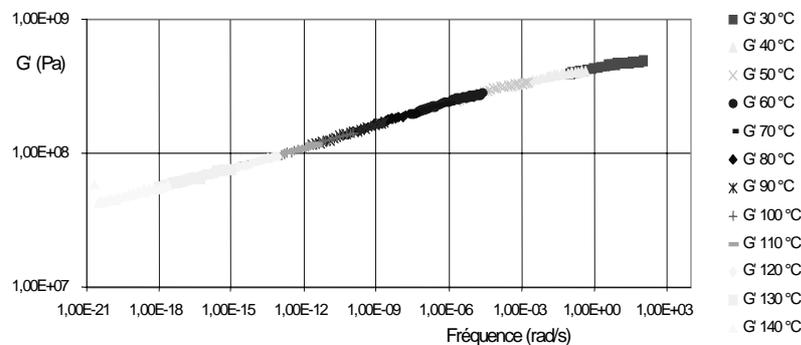


Figure 3.7: Courbe maîtresse du module élastique pour le PP ($T_{ref} = 30^{\circ}\text{C}$)

Dans cette gamme de températures et pour un polymère semi-cristallin comme le PP, on utilisera une loi d'Arrhenius pour modéliser la variation des facteurs de glissement avec la température¹⁵.

3.3.2.4 Résultats de reproductibilité

Conformément aux définitions précédentes, on vérifie, dans un premier temps, la reproductibilité de la mesure DMTA elle-même, sur des échantillons issus d'un même moulage et, dans un deuxième temps, la reproductibilité du mode de préparation des échantillons.

¹⁵ On trace $\ln(a_T)$ vs. $(1/T-1/T_{ref})$ à partir des données expérimentales et on détermine, par régression linéaire, l'énergie d'activation E_a (kJ/mol).

Reproductibilité de la mesure

Les 4 courbes maîtresses correspondant à 4 analyses DMTA effectuées sur 4 échantillons issus d'une même moulage (dans le cas d'un refroidissement naturel) sont représentées sur la Figure 3.8.

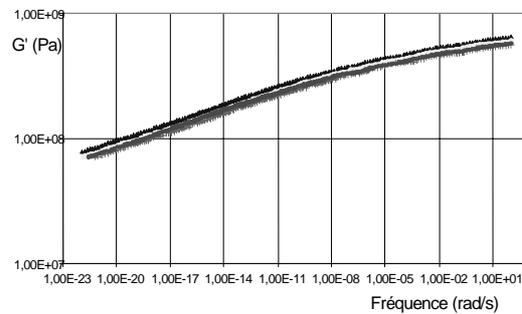


Figure 3.8: Vérification de la reproductibilité de la mesure: les 4 courbes maîtresses correspondent à 4 échantillons issus d'un même moulage

La reproductibilité est très satisfaisante. L'énergie d'activation moyenne correspondante (loi d'Arrhenius) est égale à 452 kJ/mol avec une précision de ± 5 kJ/mol.

Reproductibilité du mode opératoire

Nous avons ensuite testé la reproductibilité sur des échantillons issus de moulages différents en les préparant selon le même protocole, et pour deux vitesses de refroidissement différentes, moyenne (i.e. naturel) et rapide (Figure 3.9). Les essais sont effectués en balayage en fréquence et température ($30\text{ }^{\circ}\text{C} < T < 140\text{ }^{\circ}\text{C}$). Sur chaque figure, sont représentées les 5 courbes issues de 5 moulages différents.

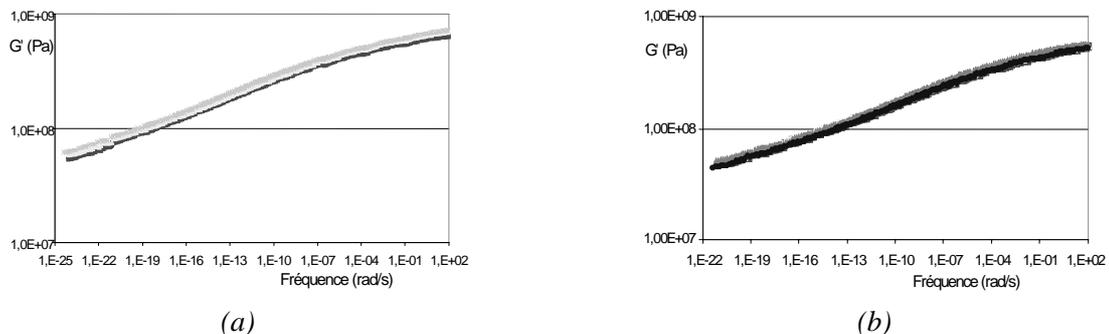


Figure 3.9: Vérification de la reproductibilité du mode opératoire pour les deux types refroidissement testés: refroidissement moyen (a) et rapide (b)

Dans les cas du refroidissement naturel et de la trempe, on observe une excellente reproductibilité des résultats ($\pm 5\%$ pour le module G') grâce à la mise au point et à l'utilisation d'un protocole de préparation très rigoureux.

3.3.2.5 L'influence de la vitesse de refroidissement

Sur la Figure 3.10, sont représentées les courbes maîtresses du PP obtenues à partir des deux modes de refroidissement (l'erreur de mesure et du mode opératoire sont comprises dans la "grosseur" de la marque).

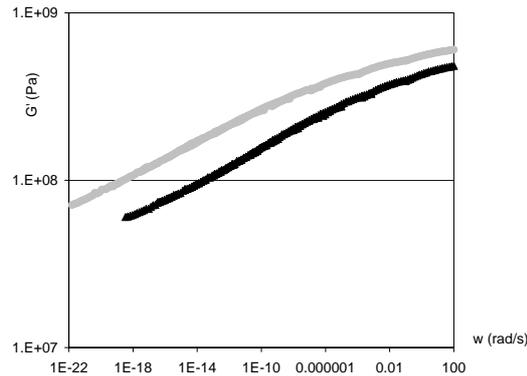


Figure 3.10: Influence de la vitesse de refroidissement sur le comportement mécanique du PP: refroidissement moyen (●) et rapide (■)

Le module élastique est plus élevé quand la vitesse de refroidissement est plus faible, 30% en moyenne. On peut éventuellement relier cet écart au taux de cristallisation probablement supérieur dans le cas d'une vitesse de refroidissement plus lente. L'influence de cette vitesse sur l'énergie d'activation est également non négligeable (Tableau 3.7). Les énergies d'activation données sont une moyenne de l'ensemble des échantillons testés pour chacune des conditions (5 valeurs), la variation autour de cette moyenne étant très faible.

mode de refroidissement	énergie d'activation (E_a)	kJ/mol
Moyen (naturel)	454	
Rapide	393	

Tableau 3.7: Influence de la vitesse de refroidissement sur la valeur de l'énergie d'activation (loi d'Arrhenius)

Nous avons bien isolé dans ce cas l'effet, seul, de la vitesse de refroidissement puisque, par ailleurs, les autres conditions de moulage sont identiques. L'influence sur l'évolution de G' est remarquable. Les vitesses de refroidissement choisies sont arbitraires. Dans des conditions réelles d'injection ces deux modes de refroidissement coexistent dans l'épaisseur de la pièce; les couches de peau refroidissent très rapidement au contact du moule froid alors que les couches suivantes refroidissent beaucoup plus lentement (les premières couches solidifiées constituant une barrière thermique).

3.3.2.6 Comparaison avec le comportement d'échantillons issus de pièces injectées

Il apparaît donc intéressant de comparer les comportements obtenus à partir d'échantillons moulés par compression avec d'autres obtenus par injection. On prélève d'autres échantillons¹⁶ d'une part dans une boîte rectangulaire (17,5 cm x 7 cm, de 6 cm de hauteur, et d'épaisseur 1,8 mm) injectée par le fond, et d'autre part dans la plaque injectée. Les courbes maîtresses obtenues à partir de différents échantillons (i.e. différents modes de refroidissement) sont regroupés sur la Figure 3.11.

¹⁶ Les conditions d'injection de la boîte et de la plaque sont des conditions standards. Les échantillons sont prélevés au centre pour la plaque et au centre d'un des grands côtés pour la boîte.

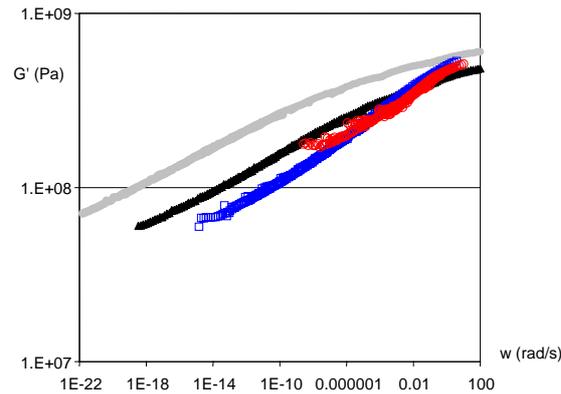


Figure 3.11: Courbes maîtresses obtenues pour différents modes d'obtention des échantillons: moulés par compression avec une vitesse de refroidissements moyen (●) ou rapide (▲) et moulés par injection: d'une plaque (□) ou d'une boîte (○) injectées dans des conditions standards

Pour les échantillons extraits des pièces injectées, les modules obtenus sont globalement inférieurs à ceux obtenus à partir d'échantillons moulés par compression. Ils sont plus proches de ceux obtenus pour des échantillons refroidis rapidement (trempe). Les vitesses de refroidissement se rapprochent, donc les taux de cristallisation aussi. Les phénomènes d'orientation sont aussi bien différents dans le procédé d'injection et celui de compression. La matière est fortement cisailée pendant l'écoulement lors du procédé d'injection. La cristallisation sous cisaillement (sphérolites orientées) qu'elle engendre n'existe pas dans une pièce moulée par compression. Une orientation différente entraîne un arrangement des chaînes moléculaires différent et donc une relaxation différente. La présence de contraintes résiduelles générées lors du procédé d'injection (et beaucoup plus faibles en compression) peut contribuer aussi à modifier le comportement rhéologique du polymère. La question est de savoir en quelle mesure. Enfin on peut se demander si dans l'un ou l'autre des procédés, la dégradation du matériau est identique.

3.3.2.7 Détermination du spectre de relaxation discret

Les caractéristiques mécaniques des matériaux vont être modélisées à l'aide d'un modèle de Maxwell multimode. Le comportement du matériau est bien défini uniquement à l'aide d'un spectre de relaxation continu, soit un nombre d'éléments infini. En utilisant un spectre de relaxation discret, les valeurs de g_k et la précision de la modélisation du comportement vont dépendre des valeurs choisies de λ_k ainsi que du nombre d'éléments. Il est important de situer les temps de relaxation dans les domaines où l'on observe des variations importantes du module.

La détermination des couples de Maxwell se fait d'abord à l'aide du logiciel RHECALC (calcul non-linéaire) qui détermine aussi les facteurs de glissement permettant de faire glisser au mieux à la fois G' et G'' (et $\tan\delta$).

On reconstruit à l'aide des couples obtenus l'évolution de G' et on la compare à la courbe maîtresse (Figure 3.12). Plus le nombre de couples est important moins les oscillations de la courbe reconstruite le sont. A partir de 10 couples, l'amélioration de l'interpolation n'est plus clairement visible. Aux hautes fréquences, l'interpolation est satisfaisante, en revanche, vers les basses fréquences, on remarque que les valeurs de G' reconstruites sont bien inférieures aux valeurs mesurées.

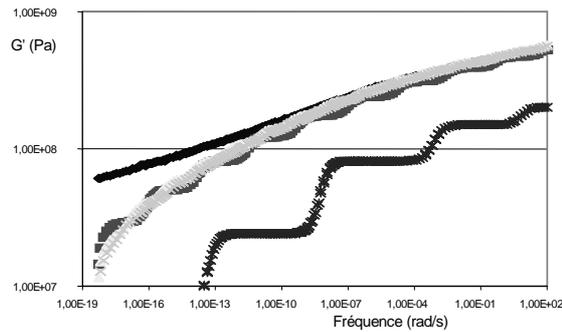


Figure 3.12: Influence du nombre de couples sur le comportement mécanique du PP (rapide): courbe maîtresse (◆), 5 couples (τ), 10 couples (\blacksquare), 15 couples (σ) et 20 couples (s) de Maxwell. Les couples sont calculés par le logiciel RHECALC

Le logiciel RHECALC n'offre pas la possibilité de "privilégier" l'un ou l'autre des modules, en l'occurrence ici le module qui nous intéresse plus particulièrement dans le solide, le module élastique G' . Nous allons donc nous efforcer de représenter au mieux l'évolution de G' , en adaptant les couples issus de Rhecalc. Sur la Figure 3.13, on compare à la courbe maîtresse mesurée, la courbe reconstruite à l'aide des couples obtenus par le logiciel RHECALC (fittage sur G' et G'') et la courbe reconstruite à l'aide des couples adaptés pour représenter au mieux uniquement G' .

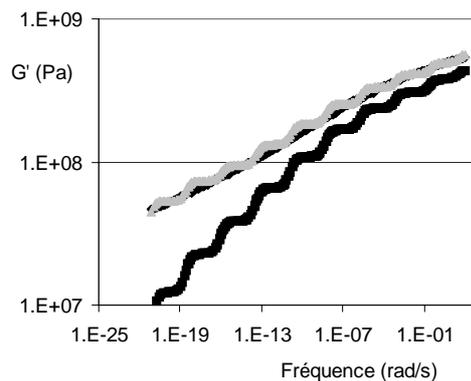


Figure 3.13: Comparaison des courbes maîtresses G' : courbe maîtresse refroidissement rapide (—), modèle RHECALC (◆) et modèle avec des couples adaptés pour G' (■)

La modélisation de G' ainsi obtenue est, logiquement, excellente, mais au détriment, aussi, de G'' , dont l'évolution est, tout aussi logiquement, moins bien prise en compte, ce qui peut avoir son importance pour la fonction de relaxation.

3.3.2.8 Influence de la modélisation du comportement viscoélastique sur les contraintes et déformations résiduelles

On vient de le voir, le comportement rhéologique du matériau varie de façon importante avec les conditions d'obtention des échantillons. Regardons à présent leurs incidences sur les profils de contraintes.

Couples de Maxwell utilisés

L'ensemble des couples de Maxwell adaptés pour représenter G' , ainsi que les paramètres de la loi d'Arrhenius (E_a et T_{ref}) sont réunis dans les Tableau 3.8 et Tableau 3.9, respectivement. Le code de calcul ne permet d'utiliser que 10 couples au maximum (k est le numéro de l'élément de

Maxwell). Les valeurs de g_k sont normées.

k	Echantillons moulés par compression					Echantillons moulés par injection						
	refroidissement naturel		trempe			moule plaque		moule boîte				
	λ_k	s	g_k	λ_k	s	g_k	λ_k	s	g_k			
	VE-1		VE-2			VE-3		VE-4				
1	3,30e-02		1,26e-01	3,10e-02		1,43e-01	2,12e-02		1,15e-01	1,00e-01		1,37e-01
2	7,22e+00		1,33e-01	4,31e+00		1,48e-01	9,90e-01		1,56e-01	7,42e+00		1,72e-01
3	7,42e+03		1,36e-01	1,46e+03		1,48e-01	3,83e+01		1,46e-01	5,51e+02		1,66e-01
4	6,40e+06		1,39e-01	5,58e+05		1,31e-01	1,91e+03		1,69e-01	4,09e+04		1,55e-01
5	5,51e+09		1,27e-01	2,13e+08		1,21e-01	2,38e+05		1,23e-01	3,03e+06		1,12e-01
6	4,75e+12		9,77e-02	8,16e+10		8,98e-02	2,95e+07		8,02e-02	2,25e+08		7,35e-02
7	4,09e+15		7,11e-02	3,12e+13		5,95e-02	3,67e+09		5,38e-02	1,67e+10		5,03e-02
8	3,53e+18		4,20e-02	1,19e+16		3,54e-02	4,55e+11		3,23e-02	1,24e+12		3,74e-02
9	3,04e+21		3,85e-02	4,56e+18		3,47e-02	1,00e+13		1,77e-02	9,21e+13		3,29e-02
10	2,62e+24		8,94e-02	7,42e+21		8,83e-02	7,02e+15		1,08e-01	6,84e+15		6,37e-02

Tableau 3.8: Couples (g_k, λ_k) décrivant le comportement à l'état solide du PP pour deux vitesses de refroidissement: moyenne et rapide et pour deux pièces injectées. Les valeurs de g_k sont normées

		Echantillons moulés par compression		Echantillons moulés par injection	
		naturel	trempe	moule plaque	moule boîte
		VE-1	VE-2	VE-3	VE-4
E_a	kJ/mol	481815	415080	384600	392300
T_{ref}	°C	30	30	29,5	29.1

Tableau 3.9: Paramètres de la loi d'Arrhenius (Energie d'activation E_a et température de référence T_{ref}) pour les différents modes d'obtention des échantillons

Influence sur le calcul de contraintes et déformations

Cas standard

On désigne par *cas standard* des conditions classiques d'injection avec des conditions de refroidissement symétriques. L'influence du nombre de couples pour une même caractérisation (VE-1) est représentée sur la Figure 3.14 et l'influence de la caractérisation viscoélastique (i.e. mode d'obtention des échantillons), sur la Figure 3.15.

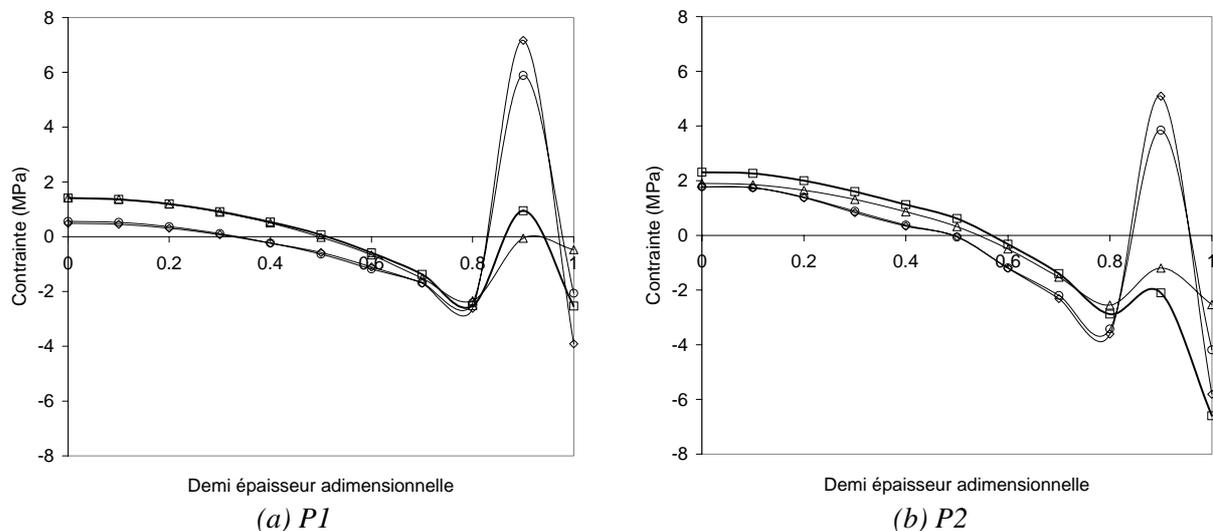


Figure 3.14: Influence du nombre de couples pour une même caractérisation (VE-1): 10 couples calculés (Δ), 10 couples corrigés (\square), 5 couples calculés (\circ), 5 couples corrigés (\diamond) pour les positions P1 (a) et P2 (b).

Dans un cas standard, la différence entre les profils de contraintes est peu importante que le spectre de relaxation ait été déterminé par Rhecalc (sur G' et G'') ou adapté pour bien représenter G' : les écarts se situent uniquement en peau, où on note un écart de 2 MPa et 4 MPa respectivement pour les positions P1 et P2 (Cf. notations de la Figure 3.2). En revanche le fait de n'utiliser que 5 couples pour discrétiser le comportement du matériau, corrigés ou pas, modifie sensiblement le profil de contraintes par rapport à 10 couples: on crée un pic de tension important (4 à 8 MPa, suivant la position regardée) dans les couches intermédiaires et le niveau de tension en cœur est réduit (d'environ 1 MPa). Notons que les écarts auront tendance, d'une caractérisation viscoélastique à une autre, à être plus importants dans les premières couches de surface puisque ce sont elles qui solidifient en premier.

Toujours pour un cas standard, on regarde l'influence de la caractérisation viscoélastique sur le profil de contraintes résiduelles, pour les positions près et loin du seuil (Figure 3.15).

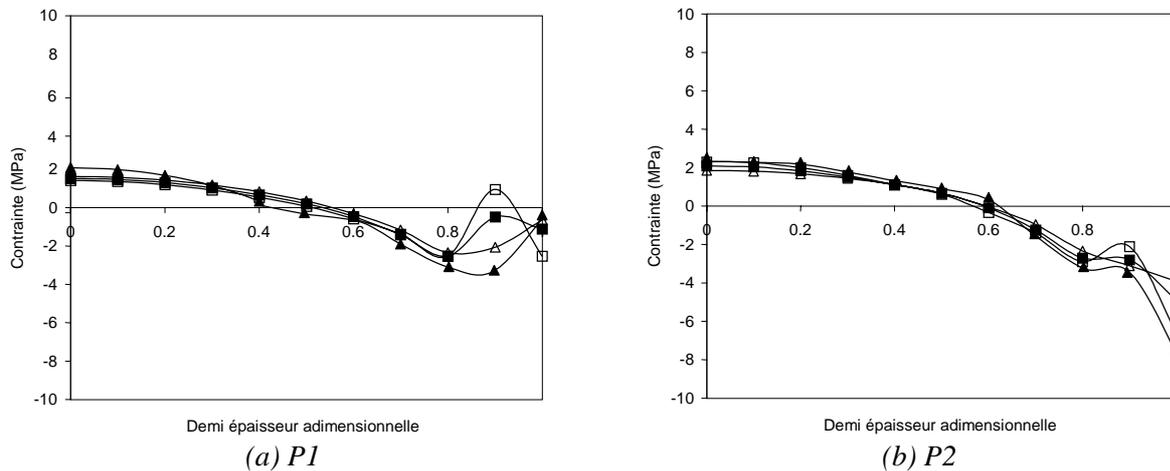


Figure 3.15: Influence de la caractérisation viscoélastique sur le profil de contraintes: caractérisations VE-1(\square), VE-2(\diamond), VE-3 (Δ) et VE-4 (\circ) pour les positions P1 (a) et P2 (b). 10 couples adaptés pour G' .

Les écarts sont peu importants sauf dans les premières couches de peau. Dans cette région, on relève quand même un écart de 4 MPa entre les deux caractérisations VE-3 et VE-4.

Cas d'un refroidissement dissymétrique

On regarde ici l'influence de la caractérisation viscoélastique sur les valeurs de déformées pour différentes conditions de dissymétries thermiques (Figure 3.16 et Tableau 3.11). On regarde aussi l'influence du choix du nombre de couples et de la manière dont on les calcule (Figure 3.16) sur les profils de contraintes résiduelles dans le cas d'une différence de températures de 40°C entre les deux parties du moule (cf. Tableau 2.4).

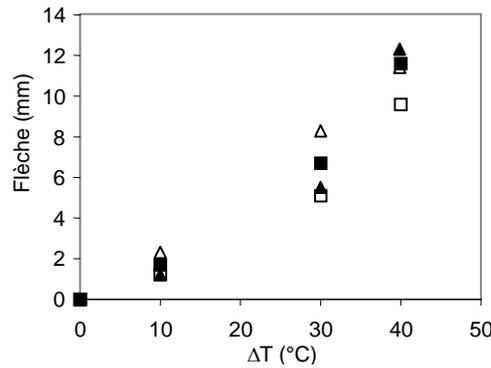


Figure 3.16: Prédiction des différentes déformées calculées avec la loi viscoélastique pour différentes caractérisations: VE-1(□), VE-2 (∇), VE-3 (Δ) et VE-4 (○)

L'effet de la caractérisation viscoélastique sur les valeurs de la déformée est remarquable. Cette influence est d'autant plus importante que la différence de température entre les deux parties du moule est importante. L'écart peut être très important puisqu'on relève 9,6 mm pour VE-1 contre 12,3 pour VE-4. Ce n'est pas tant la différence de températures entre les deux côtés qui importe, que le fait que la température de la partie chaude du moule augmente. Elle passe de 45°C pour $\Delta T=10^\circ\text{C}$ à 73°C pour $\Delta T=40^\circ\text{C}$. A 73°C les phénomènes de relaxation sont plus beaucoup plus importants qu'à 45°C.

		Couples déterminés par Rhecalc		Couples adaptés pour G'	
		5 couples	10 couples	5 couples	10 couples
Déflexion	mm	3,8	11,5	6	9,6

Tableau 3.10: Déflexions de la plaque calculées pour différentes caractérisations rhéologiques VE-1 dans le cas d'un refroidissement dissymétrique ($\Delta T=40^\circ\text{C}$)

L'étude des profils de contraintes résiduelles correspondant aux différents calculs de déformées permet d'apporter un éclairage supplémentaire (Figure 3.17 et Figure 3.18).

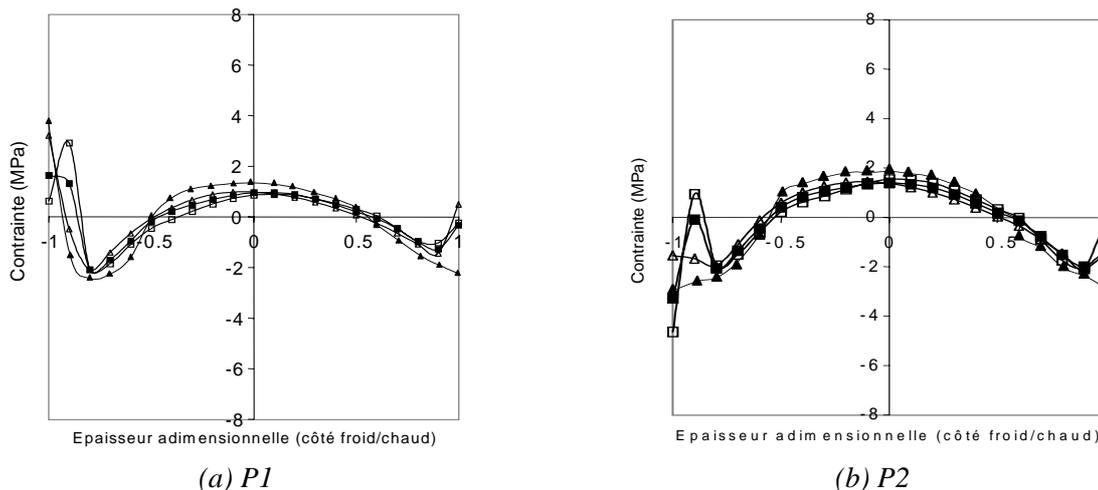


Figure 3.17: Influence de la caractérisation viscoélastique sur le profil de contraintes dans le cas d'un refroidissement dissymétrique ($\Delta T=40^\circ\text{C}$): caractérisations adaptée pour G' VE-1(□), VE-2 (∇), VE-3 (Δ) et VE-4 (○) pour les positions P1 (a) et P2 (b)

Suivant la caractérisation choisie, on voit qu'il y a des contraintes de traction, côté froid, qui

sont relaxées dans un cas et pas dans l'autre.

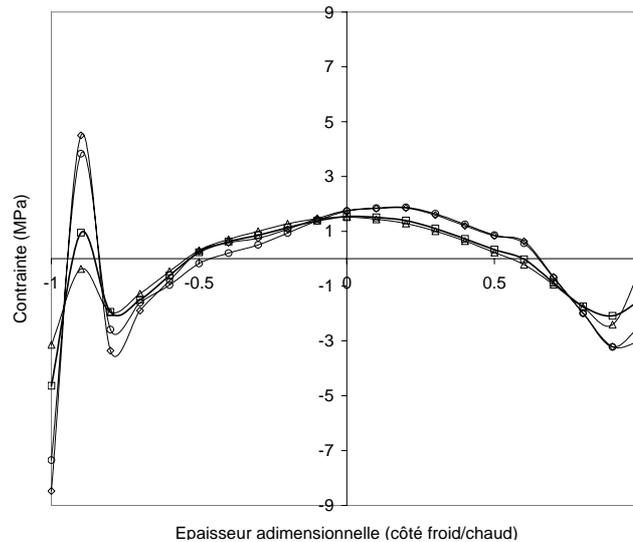


Figure 3.18: Influence du nombre de couples pour une même caractérisation (VE-1) dans le cas d'un refroidissement dissymétrique ($\Delta T=40^{\circ}C$): 10 couples calculés (Δ), 10 couples corrigés (\square), 5 couples calculés (\circ), 5 couples corrigés (\diamond)

Là aussi les écarts selon le nombre de couples sont plus importants que la façon dont ils ont été déterminés: dans les cas où l'on n'utilise que 5 couples, les contraintes sont très largement surestimées (par rapport à 10 couples) avec un pic de traction de 5 MPa juste avant une contrainte en compression de 8 MPa en peau, du côté froid). Ces pics de contraintes sont relaxés dans un cas mais pas dans l'autre.

3.3.2.9 Conclusions

Le PP est un matériau thermo – rhéologiquement complexe: le diagramme Cole-Cole le montre clairement. Un modèle de Maxwell à une seule distribution de temps de relaxation peut cependant être envisagé et est assez satisfaisant pour des valeurs de fréquences plutôt élevées. Par contre, à hautes températures et/ou basses fréquences, les valeurs de G' données par le modèle sont significativement plus basses que les expérimentales. C'est pourquoi il serait peut être plus intéressant d'utiliser un modèle comprenant deux distributions de temps de relaxation pour décrire son comportement viscoélastique linéaire.

Dans des conditions de préparations des échantillons bien contrôlées, il ressort que les mesures de DMTA présentent une excellente reproductibilité. Il apparaît aussi que le fait d'utiliser un maximum de couples pour le spectre de relaxation discret et le fait de les corriger manuellement permettent une meilleure modélisation du comportement viscoélastique du matériau. On montre, enfin, l'importance de la vitesse de refroidissement ainsi que celle de la préparation des échantillons sur les résultats de déformation de la plaque et sur les profils de contraintes résiduelles. Ces influences sont d'autant plus importantes que la différence de températures entre les deux parties du moule est importante (i.e. la température de la partie chaude est élevée).

3.4 Résultats et discussion

3.4.1 Prédiction des phase de remplissage et compactage pour la plaque

On a vu qu'il est essentiel de comprendre comment la cavité se remplissait et de quelle façon elle était compactée pour expliquer comment les contraintes résiduelles se construisent dans le matériau solidifié.

Le débit d'injection pendant le remplissage ainsi que l'évolution de la pression dans la buse pendant le compactage étant imposés, on s'intéressera plutôt à la prédiction de l'évolution de la pression dans la cavité, d'une part, et à la sensibilité du calcul au profil de pression imposé, d'autre part.

On compare les différents profils de pression calculés aux différents profils de pressions enregistrés pour les trois conditions testées: *prof 1*, *prof 2* et *prof 3* (cf. Figure 2.22). La Figure 3.19 montre les simulations de ces trois cas. Le profil qui est imposé dans la buse (au nœud d'injection) est exactement celui relevé dans la buse d'injection. On suit l'évolution de la pression dans la cavité (au niveau du capteur n°2, Figure 2.21). Le cas standard correspond au cas (a), pour lequel on a une pression de maintien de 40 MPa, sans pic de commutation.

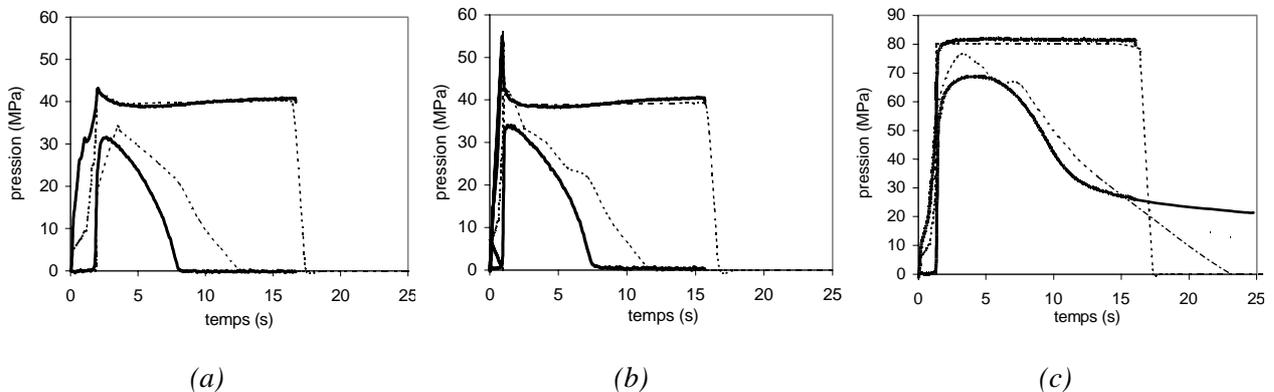


Figure 3.19: Comparaison des profils de pressions enregistrés (—) et simulés (---) dans la buse et dans l'empreinte (capteur n°2) pour différents profils de pression: *prof 1* (a), *prof 2* (b) et *prof 3* (c).

La simulation a tendance, dans les trois cas, à surestimer la qualité du compactage dans la cavité. D'abord, le niveau de pression est surestimé (environ 5 MPa en moyenne et jusqu'à 10 MPa au moment de la commutation). La décroissance de la pression prédite par le calcul est plus lente que dans la réalité pour *prof 1* et *prof 2*. Alors que normalement la pression dans la cavité est redescendue à zéro (au niveau du capteur n°2), le calcul prédit encore un niveau de quasiment 25 MPa (pour $t=7s$ dans le cas de *prof 1* et *prof 2*). Ceci peut être dû aux données pVT obtenues en statique. Dans le cas de *prof 3* (Figure 3.19-c), on a, expérimentalement, de la pression résiduelle dans le moule à cause de sa déformation sous l'action du maintien important (80 MPa). Dans le calcul on ne tient pas compte de cette déformation.

3.4.2 Prédiction des contraintes et déformations résiduelles dans la plaque

Les nombreux résultats obtenus dans le chapitre précédent nous ont permis d'identifier un certain nombre de paramètres importants quant à la construction des contraintes dans la pièce et à sa déformation. Notre objectif est de tester la sensibilité du code à ces paramètres plus que de confronter systématiquement les valeurs brutes calculées à celles mesurées, pour lesquelles on ne sait pas dire si elles sont sous ou surestimées.

3.4.2.1 Prédiction des déformations

Comme dans le cas expérimental, parmi les différentes conditions d'injection testées et en absence de dissymétrie de refroidissement thermique, la plaque se déforme très peu en sortie de moule (flèche < 0,1 mm).

3.4.2.2 Prédictions des contraintes résiduelles

Les positions des éléments correspondants aux éprouvettes *P1* et *P2* sont données sur la Figure 3.20.

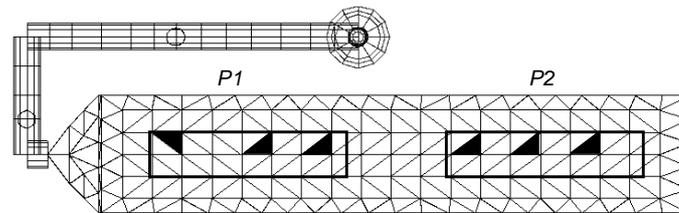


Figure 3.20: Eléments correspondants aux positions *P1* et *P2*

3.4.2.2.1 Etude du cas standard¹⁷

On regarde dans ce paragraphe quel(les) incidence(s) ont, sur le calcul des contraintes, un certain nombre de paramètres que l'utilisateur doit choisir arbitrairement lors des analyses effectuées.

Choix des éléments représentatifs de l'échantillon analysé

Le seuil d'injection est de même épaisseur que le reste de la cavité, soit 1,7 mm. Le refroidissement dans la plaque commence donc après le seuil, c'est à dire dans la partie qui s'est remplie en premier. En effet, le seuil et la région en sortie du seuil sont les premiers remplis. Mais comme ils sont constamment alimentés en polymère chaud, leur refroidissement est plus lent. On voit clairement qu'à la fin du remplissage, l'épaisseur solidifiée diminue sensiblement vers l'extrémité de la plaque (Figure 3.21-a).

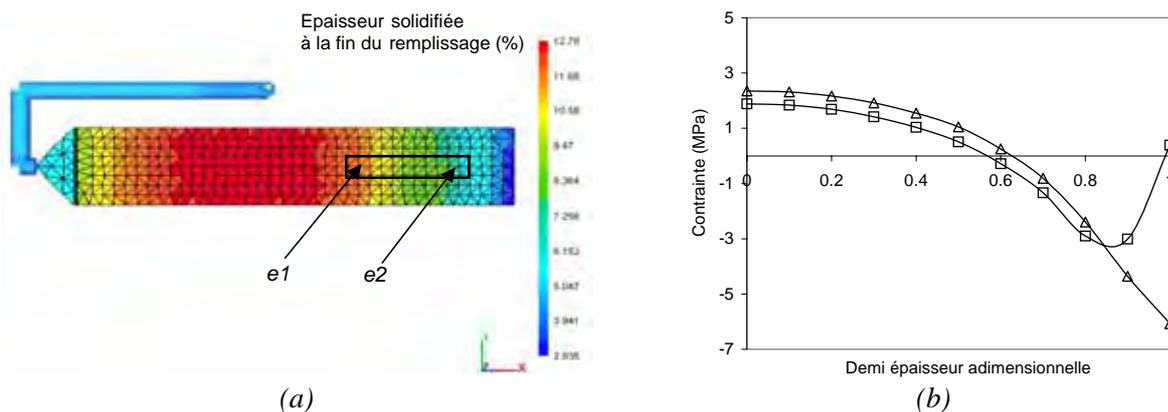


Figure 3.21: Sensibilité au point de commutation pour la position *P2*: (a) épaisseur de la couche solidifiée dans l'épaisseur à la fin du remplissage et (b) profils de contraintes résiduelles calculés (VE-1) pour deux éléments extraits du même échantillon *e1* (□) et *e2* (Δ)

A l'extrémité gauche de l'échantillon (*e1*) environ 12% de l'épaisseur est solidifiée à la fin du remplissage contre tout juste 5%, à l'autre extrémité (*e2*). Les profils de contraintes résiduelles

¹⁷ Ce cas correspond bien au cas standard défini dans le Chapitre 2

correspondants à ces deux éléments sont représentés sur la Figure 3.21-b. Les profils diffèrent principalement au niveau des premières couches de peau, justement celles qui se solidifient pendant le remplissage. Il ressort que la construction d'un état de traction en peau est liée à l'hétérogénéité de l'histoire de la pression figée au cours de la solidification: pour l'élément $e1$, les toutes premières couches solidifient pendant le remplissage, c'est à dire à pression quasi-nulle, alors que les couches qui suivent se solidifient pendant le compactage, sous forte pression. Pour l'élément $e2$, le refroidissement ne commence réellement qu'après le remplissage, les couches vont donc toutes solidifier à la même pression. On retrouve donc bien un profil parabolique traction/compression dominé par les contraintes d'origine thermique. Notons, finalement, que ces écarts vont être principalement ressentis dans la région loin du seuil ($P2$) où le refroidissement est très hétérogène dans le plan. Plus près du seuil ($P1$), l'échantillon que l'on y extrait couvre une zone qui se refroidit de façon beaucoup plus homogène (Figure 3.21-a). Les écarts observés sont logiquement beaucoup moins importants (Figure 3.23-a).

Choix de la température du moule

Pour une température de moule imposée de 50°C , on enregistre en paroi des écarts de $\pm 5^{\circ}\text{C}$, que ce soit entre le début ou la fin de la série de moulages, suivant la position dans la cavité ou encore suivant la surface considérée¹⁸. Plusieurs paramètres peuvent être à l'origine de ces écarts: qualité et disposition de la régulation thermique, précision de la mesure par le capteur, qualité du compactage (peut entraîner une dissymétrie thermique), incidents ... Cette variation de température en surface a, bien entendu, de l'incidence sur les contraintes dans la pièce. Les profils de contraintes présentés dans la partie expérimentale (cf. § 2.4.3) sont extraits, pour chaque nouvelle analyse, d'une plaque différente: les écarts dus à ces variations de températures sont donc inclus dans les résultats. Au niveau du calcul, on ne peut évidemment pas tenir compte de ces variations, propres à l'expérience. Nous allons tâcher par le calcul d'estimer, justement, quels effets ces écarts de température peuvent entraîner sur les profils de contraintes. Pour une même position, les contraintes résiduelles pour les deux températures qui encadrent la température imposée, c'est à dire 45°C et 55°C , sont représentées sur la Figure 3.22.

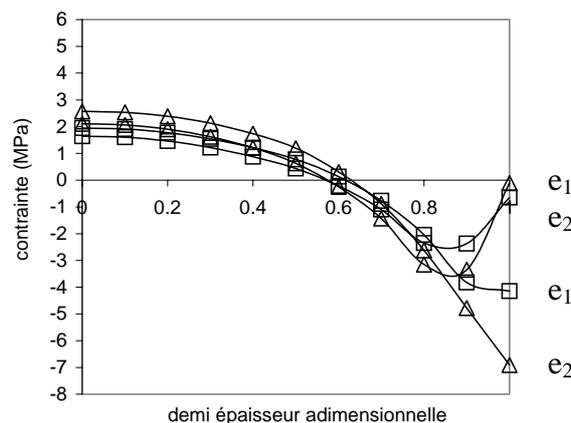


Figure 3.22: Sensibilité du calcul des contraintes (loi viscoélastique VE-1) à la variation de température du moule autour de la valeur imposée (ici 50°C) pour la position $P2$: température de 45°C (Δ) et 55°C (\square), pour les éléments $e1$, $e2$.

Les variations sont importantes entre les deux températures de moule; jusqu'à 7 MPa d'écart

¹⁸ On effectue les enregistrements à l'aide d'un thermocouple manuel après ouverture du moule.

en peau et environ 1 MPa en cœur. La température du moule joue sur l'intensité du gradient thermique et principalement en peau; c'est à dire sur le temps de solidification et donc sur le niveau de pression qui va être figé dans la pièce.

Choix de la loi de comportement

Les profils de contraintes calculés pour une loi élastique et viscoélastique (*VE-1*) sont représentés sur la Figure 3.23, pour les deux positions regardées: position *P1* (près du seuil) et position *P2* (loin du seuil). Pour chaque calcul, on représente les résultats dans trois éléments correspondants au même échantillon.

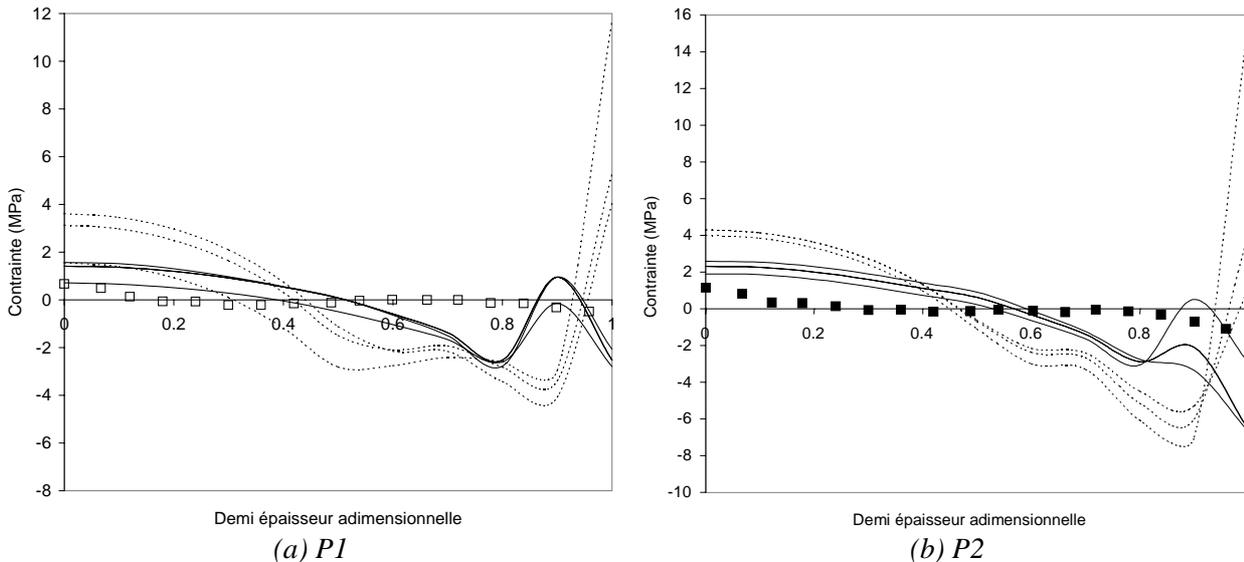


Figure 3.23: Comparaison des profils de contraintes mesurés (□) et calculés: loi élastique (---) et viscoélastique *VE-1* (—) pour les positions *P1* (a) et *P2* (b) et pour les conditions d'injection standard. Pour une même loi, les trois courbes correspondent à trois éléments pour chaque position

D'abord, de façon générale, on peut dire que le calcul élastique surestime très largement le niveau de contraintes dans la pièce, notamment en peau (entre 10 et 16 MPa de différence !). Le calcul viscoélastique donne un résultat beaucoup plus proche du profil mesuré, aussi bien au niveau de la forme que des valeurs. On voit aussi que le calcul élastique est très sensible au choix de l'élément (i.e. position dans la pièce): d'un élément à un autre, la contrainte en traction peut varier de 2 à 16 MPa, en position *P2*. Les résultats confirment également que près du seuil (*P1*) d'un élément à un autre, les variations sont moins importantes (Figure 3.23-a), puisque le refroidissement est beaucoup plus homogène.

Intéressons nous plus particulièrement au calcul viscoélastique et à la position *P2*, pour laquelle on a la confrontation pression calculée/mesurée (Figure 3.19-a): on voit que le niveau de pression est surestimé par le calcul et permet d'expliquer la forte valeur de compression calculée dans certaines couches de peau (-6 MPa) (Figure 3.23-b).

3.4.2.2 Influence des conditions d'injection sur les profils de contraintes résiduelles

Sensibilité à la température du moule

La sensibilité du calcul à la température du moule est représentée sur la Figure 3.24, pour la position loin du seuil (*P2*).

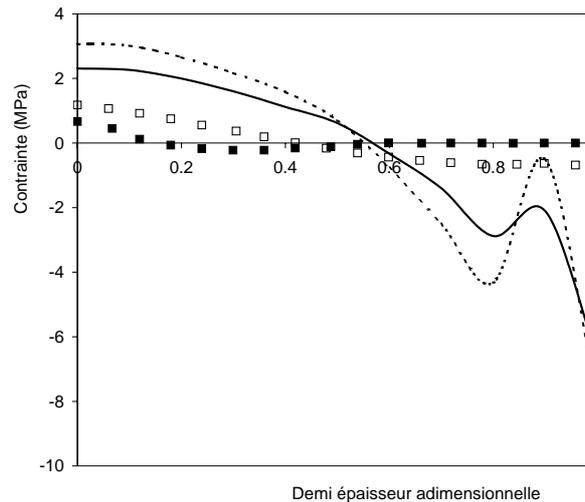


Figure 3.24: Sensibilité à la température du moule sur le profil de contraintes résiduelles pour la position P2: mesures pour $T=25^{\circ}\text{C}$ (\square) et $T=50^{\circ}\text{C}$ (\blacksquare) et calculs avec loi viscoélastique (VE-1) pour $T=25^{\circ}\text{C}$ (---) et $T=50^{\circ}\text{C}$ (—)

Pour la température de moule de 25°C , la forme du profil est plus proche d'un profil de type trempe libre, c'est à dire un profil dû aux contraintes thermiques: le phénomène de retrait thermique hétérogène dans l'épaisseur de la pièce devient prépondérant devant les effets de la pression figée. Même si les valeurs de contraintes sont largement surestimées au cœur comme en peau, la sensibilité du calcul à la température du moule est globalement bonne.

Sensibilité à la température de Non – Ecoulement (T_{nf})

On regarde ici l'influence de la température de non écoulement sur le profil de contraintes résiduelles dans l'épaisseur de la cavité (Figure 3.25).

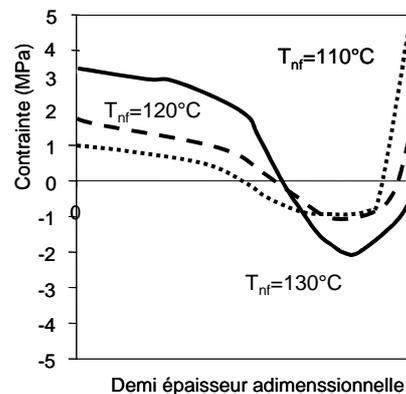


Figure 3.25: Sensibilité du profil de contraintes résiduelle (b) dans la cavité pour différentes températures de non-écoulement: $T_{nf}=110, 120$ et 130°C . Position P2, loi VE-1.

La sensibilité du calcul à la température de non écoulement est très importante. En effet c'est cette température qui marque, d'une part, la fin du compactage et, d'autre part, le début de la construction des contraintes dans le solide. A dix ou vingt degrés près, le retrait thermique est bien sûr très différent et le niveau de pression figée peut l'être aussi. Le choix de cette température est donc primordial pour la détermination du niveau de contraintes et remet en cause le choix même d'une température comme seule critère de transition du liquide au solide.

Sensibilité à la pression de compactage

Les résultats de contraintes résiduelles correspondant aux trois profils de pression présentés sur la Figure 3.19 sont représentés sur la Figure 3.26.

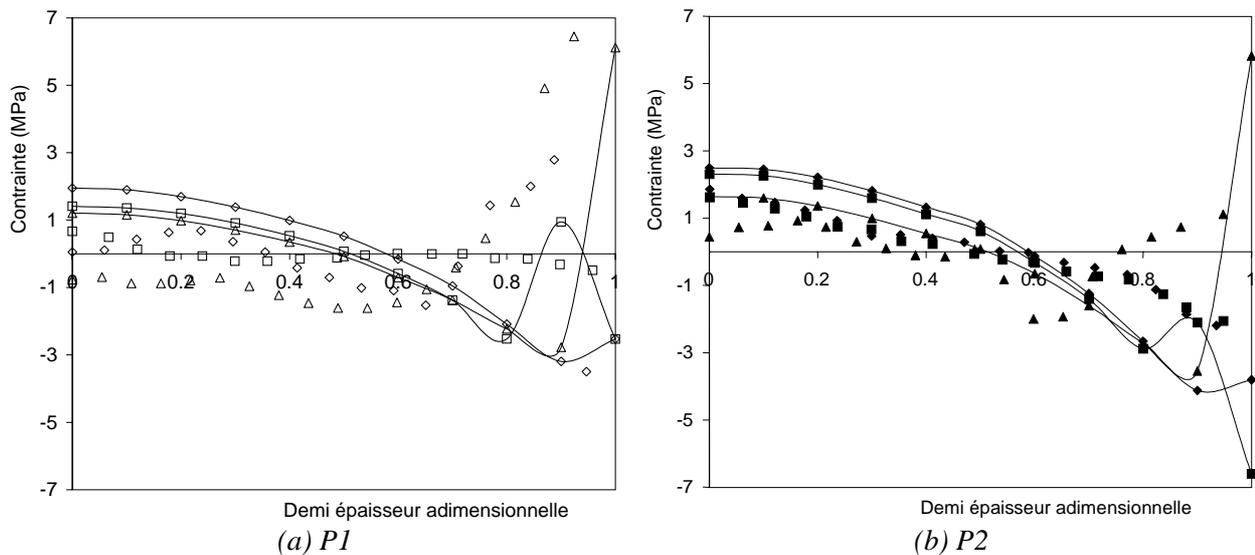


Figure 3.26: Sensibilité des profils de contraintes résiduelles au profil de pression pour les positions P1(a) et P2 (b): prof 1 (\square), prof 2 (\diamond) et prof 3 (Δ). Les marques reliées par un trait correspondent au calcul viscoélastique (VE-1).

Comme pour les mesures expérimentales, les profils de contraintes résiduelles calculés sont sensiblement différents pour les 3 profils de pression testés et pour les 2 positions regardées. Pour les deux positions, l'effet de la pression est très significatif. Regardons dans le détail les actions combinées de l'un et/ou de l'autre.

Pour la position P1, la différence de profil de pression au niveau de la commutation (*prof 2* par rapport à *prof 1*) provoque une légère modification du profil de contraintes calculé et, comme on pouvait s'y attendre, principalement au niveau des couches de peau. La forme du profil correspondant au profil de pression *prof 2* est, d'ailleurs, d'avantage plus proche de celui qu'on obtient à partir du profil *prof 1*. On a vu, cependant, dans les paragraphes précédents, à quel point cette région était sensible au niveau de pression figée. Maintenant si on impose une pression de maintien importante (*prof 3*), le calcul donne de la traction en peau en plus de la compression dans les couches intermédiaires: la sensibilité du calcul est donc relativement bonne à ce niveau. En revanche, expérimentalement, le cœur était aussi mis en compression du fait de la qualité du compactage (intensité et durée) dans cette région. Par le calcul, le niveau de traction est certes réduit par rapport aux autres profils mais le cœur reste en traction. Cette différence trouve probablement son explication dans la mauvaise prise en compte de la pression résiduelle par le calcul. Quand les couches de cœur solidifient, la pression calculée est revenue à zéro (ou du moins très faible).

Pour la position P2, les niveaux de contraintes sont globalement plus importants qu'en position P1. Les profils calculés sont, aussi, plus paraboliques que pour la position P1, avec des niveaux de compression plus importants. Ces résultats sont en bon accord avec les mesures (cf. Figure 3.26-b): cette région est moins bien compactée que près du seuil et les contraintes d'origine thermique deviennent donc prédominantes. C'est vrai dans le cas de *prof 1* et *prof 2* où les profils de contraintes sont presque des profils de type trempe libre. On voit aussi que l'influence de la pression de commutation (*prof 2/prof 1*) est négligeable pour cette position. Ce résultat est aussi en accord avec l'expérience. Dans le cas d'une pression de maintien importante

(*prof 3*), le calcul donne un profil de contraintes de type traction/compression/traction, en accord avec les mesures expérimentales. Les niveaux de contraintes sont, là aussi, surestimés même si la tendance de réduction du niveau de traction en cœur qui accompagne l'augmentation du niveau de pression de maintien est bien respectée. En peau, l'écart est plus important: la contrainte de traction mesurée est égale à 2 MPa contre 5 MPa par le calcul. Cet écart peut être expliqué par la surestimation du niveau de pression dans cette région (Figure 3.19-c) avec au niveau du plateau de maintien des pressions de 10 à 15 MPa supérieures au calcul¹⁹. Or on a montré que le niveau de traction en peau était directement proportionnel à la différence de pressions figées entre les couches de peau et les couches suivantes (cf. § 3.4.2.2.1).

La présence d'un pic de contraintes calculé pour certains profils en peau est probablement lié à une difficulté numérique. Le gradient de température est trop important à l'interface moule/polymère pour être correctement appréhendé par le calcul. Durant un pas (incrément) de temps, la température chute dans les toutes premières couches de peau d'une température bien supérieure à la température de non-écoulement (T_{nf}) à une température très inférieure. Le programme définit alors la couche comme solide et commence à calculer les contraintes à une température inférieure à T_{nf} . On "manque", en quelque sorte, une contribution thermique. Finalement, ce n'est pas la contrainte qui est surestimée dans ces couches (i.e. pic) mais c'est la contrainte dans les toutes premières couches de peau qui, elle, est sous-estimée.

3.4.3 Prédiction des contraintes et déformations résiduelles dans la plaque: cas d'un refroidissement dissymétrique

3.4.3.1 Prédiction des déformations

Sensibilité à la loi de comportement

On compare, sur la Figure 3.27, les déformations de la plaque réelles et calculées, pour différentes conditions de refroidissement symétriques ($\Delta T=0^\circ\text{C}$) et dissymétriques ($\Delta T=10, 30$ et 40°C). A titre de comparaison, on a représenté tous les différents calculs possibles par le logiciel, c'est à dire les calculs élastiques et viscoélastiques, bien sûr, mais aussi les résultats obtenus à l'aide du modèle (semi-empirique) des retraits (cf. § 1.4.2).

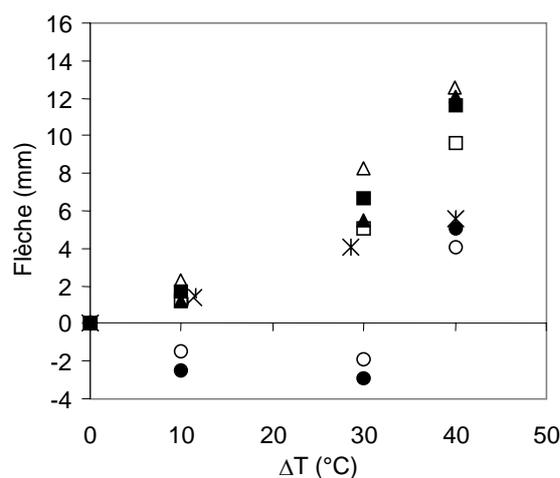
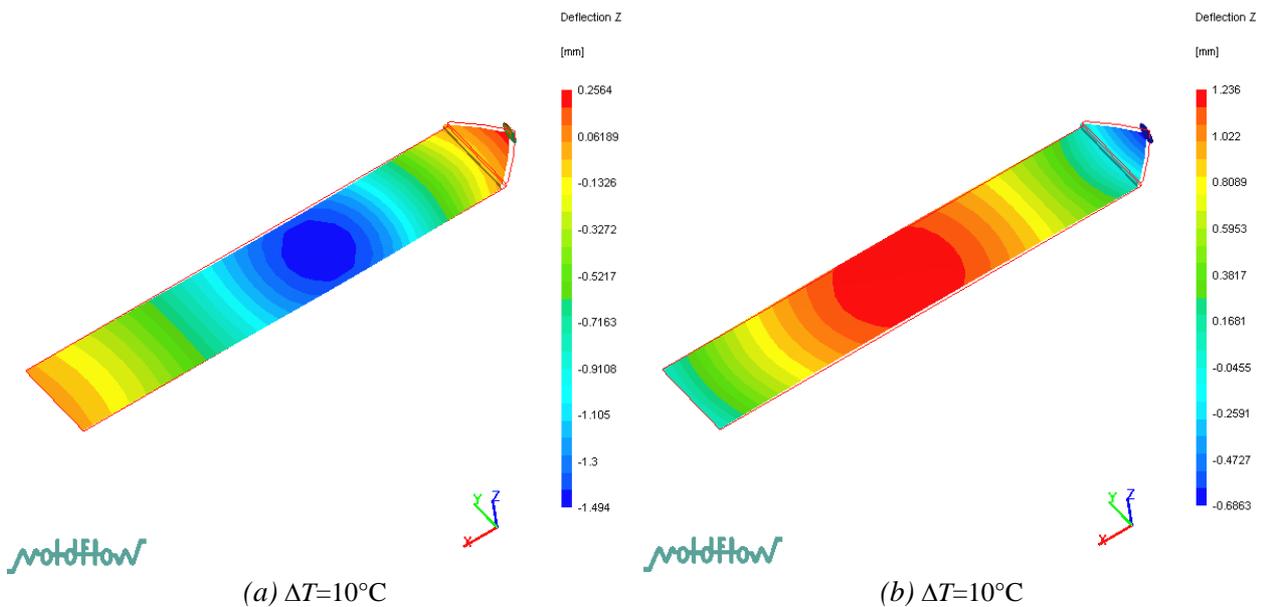


Figure 3.27: Comparaison des flèches mesurées (Σ) et calculées: avec le modèle des retraits (λ), loi élastique (\circ), loi viscoélastique VE-1(\square), VE-2 (∇), VE-3 (Δ) et VE-4 (σ)

¹⁹ Il faut toutefois rester prudent, comme cela a été souligné au Chapitre 2, sur les conclusions au niveau des couches de peau tant les incertitudes sur les mesures dans cette zone demeurent importantes.

Tous les modèles, pour des conditions symétriques de refroidissement ($\Delta T=0^\circ\text{C}$), donnent une déformée négligeable. Pour $\Delta T=10^\circ\text{C}$, seuls les calculs viscoélastiques (quelle que soit la caractérisation testée) donnent une déformée proche de la réalité. Le calcul élastique et le modèle semi-analytique donnent, eux, une déformée négative. Pour $\Delta T=30^\circ\text{C}$, les écarts entre les différents calculs viscoélastiques augmentent: le résultat le plus satisfaisant est celui donné par la caractérisation *VE-1* (i.e. échantillons moulés par compression + refroidissement naturel). Le calcul élastique et le modèle semi-analytique donnent, eux, encore une déformée négative. En revanche pour $\Delta T=40^\circ\text{C}$, le résultat le plus proche de la réalité est celui donné par le modèle semi-analytique. Concernant les calculs viscoélastiques, le résultat le plus réaliste est encore donné par *VE-1*. Il est intéressant de constater que ce ne sont pas les caractérisations issues des pièces injectées (i.e. qui ont subi les conditions de refroidissement les plus proches de la réalité) qui donnent les meilleurs résultats. Les autres caractérisations donnent, pour ce cas, des prédictions très largement surestimées. Les déformées négatives obtenues par les modèles semi-analytique et élastique s'expliquent en analysant les profils de contraintes résiduelles avant éjection: du côté froid se construit un niveau de traction tel qu'il crée un moment de flexion vers ce côté. Dans les calculs viscoélastiques, ces contraintes de traction se relaxent et le moment de flexion est dans l'autre sens: la plaque se déforme vers le côté chaud (Figure 3.28).



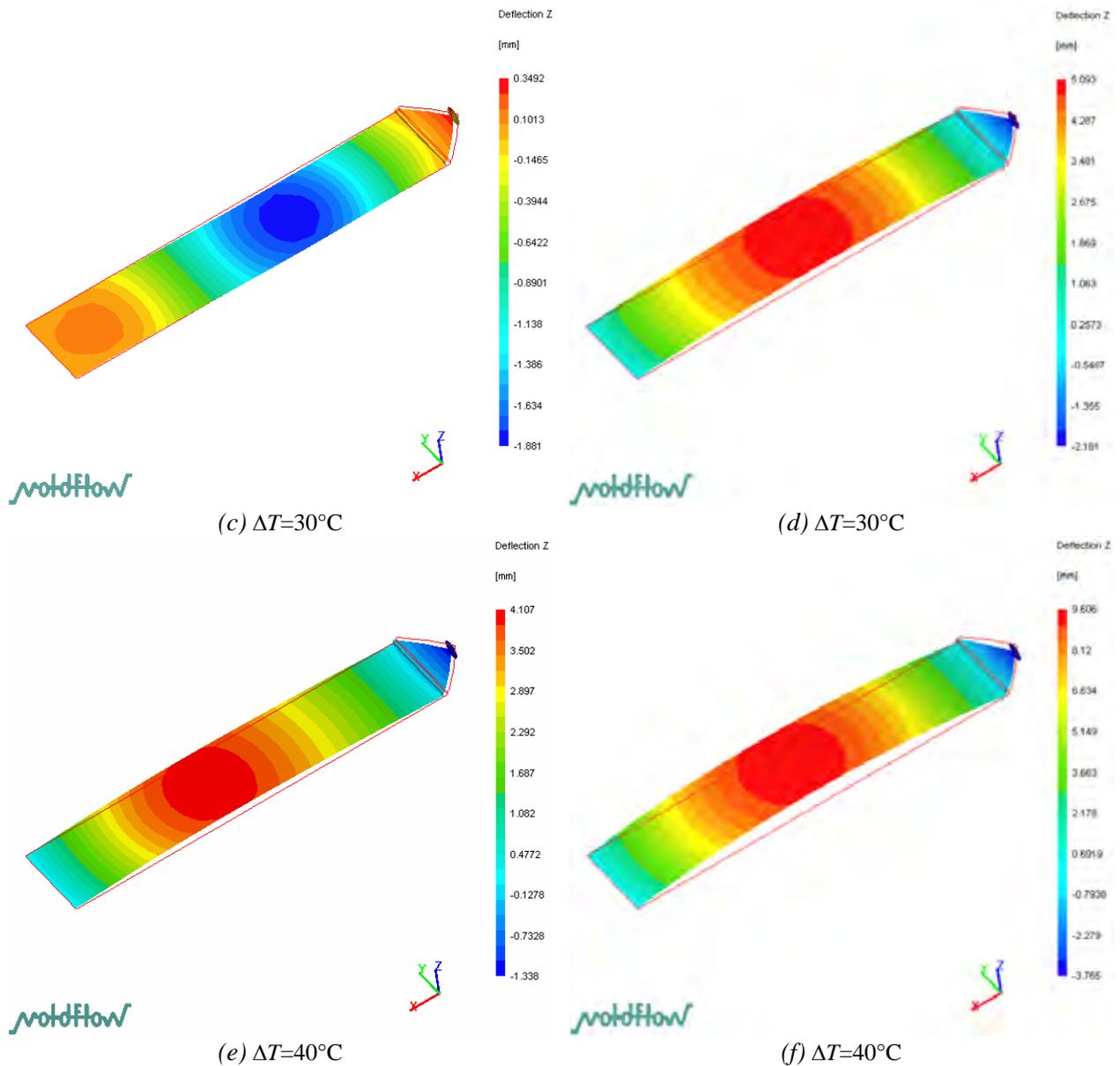


Figure 3.28: Déformation de la plaque calculée avec une loi élastique (a, c, e) et viscoélastique VE-1 (b, d, f) dans le cas d'un refroidissement dissymétrique: $\Delta T=10, 30$ et 40°C .

Sensibilité à la pression

On teste pour les calculs élastique et viscoélastique deux profils de pression (Figure 3.29) qui diffèrent légèrement au niveau de la commutation remplissage – compactage : l'un des profils présente un décrochage au niveau de la commutation, qui est souvent observé en pratique (réactivité de la presse) et l'autre, non. Lorsque la simulation est utilisée en conception de moule, en l'absence de connaissance sur le décrochage, c'est un profil sans décrochage que l'on impose.

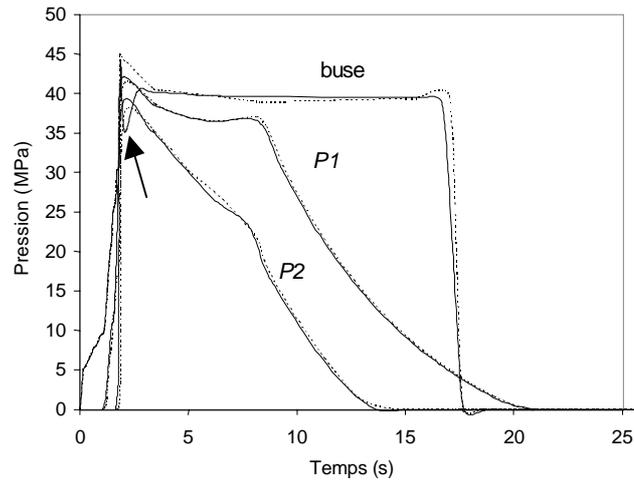


Figure 3.29: Profils de pression testés: profil réel (—) et profil approché, sans décrochage (---) en buse, en P1 et en P2. Le décrochage de pression est indiqué par une flèche

Notre motivation était donc de regarder quelle incidence pouvait avoir une telle différence quand elle est combinée avec une condition de refroidissement dissymétrique sur les déformations de la pièce, pour un calcul élastique et viscoélastique (Figure 3.30).

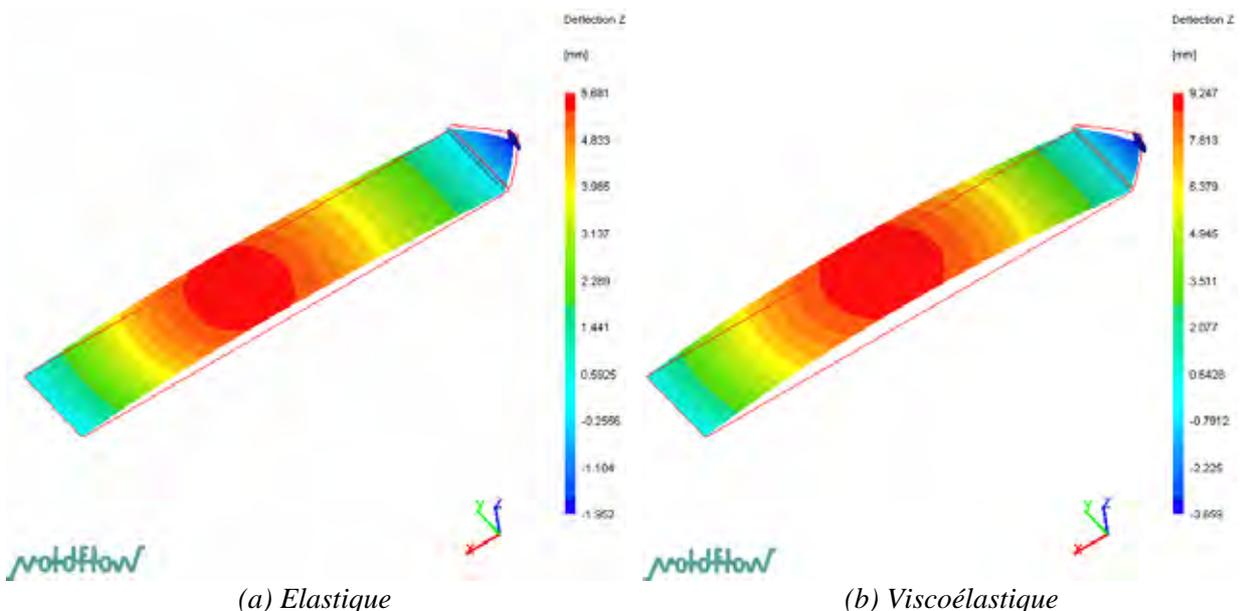


Figure 3.30: Influence de la pression sur le calcul de la déformée: calcul avec le profil de pression sans décrochage: loi élastique (a) et viscoélastique VE-1 (b)

Les figures (a) et (b) sont à comparer avec la Figure 3.28-(e) et (f), respectivement. L'influence est très modéré dans le cas du calcul viscoélastique (flèche de 9,25 contre 9,6 mm). En revanche dans le cas du calcul élastique, l'effet est inversé et beaucoup plus net (5,7 contre 4,1 mm). La Figure 3.31 montre les profils de contraintes résiduelles calculés avant éjection avec une loi élastique dans un élément du milieu de la plaque pour les deux profils de pressions testés (i.e. avec et sans décrochage).

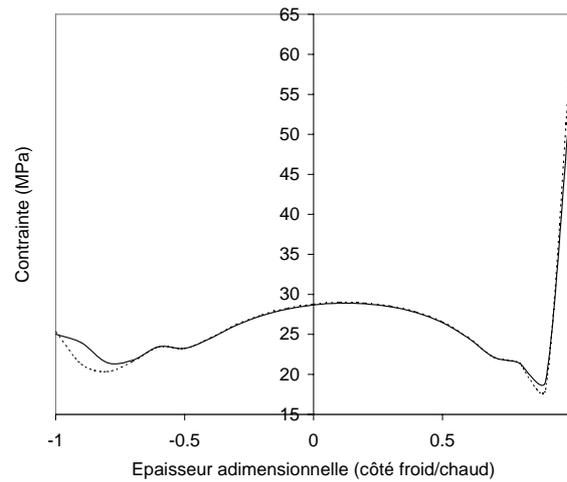


Figure 3.31: Sensibilité du calcul élastique vis à vis de la prise en compte du profil de pression dans la zone de commutation: profil avec (—) et sans (---) décrochage

Dans le cas du profil sans décrochage, on voit que la contrainte de traction en peau, du côté chaud, est d'environ 8 MPa supérieure à la contrainte de traction obtenue à partir d'un profil de pression avec décrochage: ce niveau de traction supplémentaire (établi dans les premiers instants après la commutation) va justement créer un moment de flexion supplémentaire, donc accentuer la déformation de la plaque vers ce côté (chaud).

3.4.3.2 Prédictions des profils de contraintes résiduelles

Les profils de contraintes résiduelles dans l'épaisseur calculées avec une loi élastique et une loi viscoélastique (VE-1) sont représentés sur la Figure 3.32.

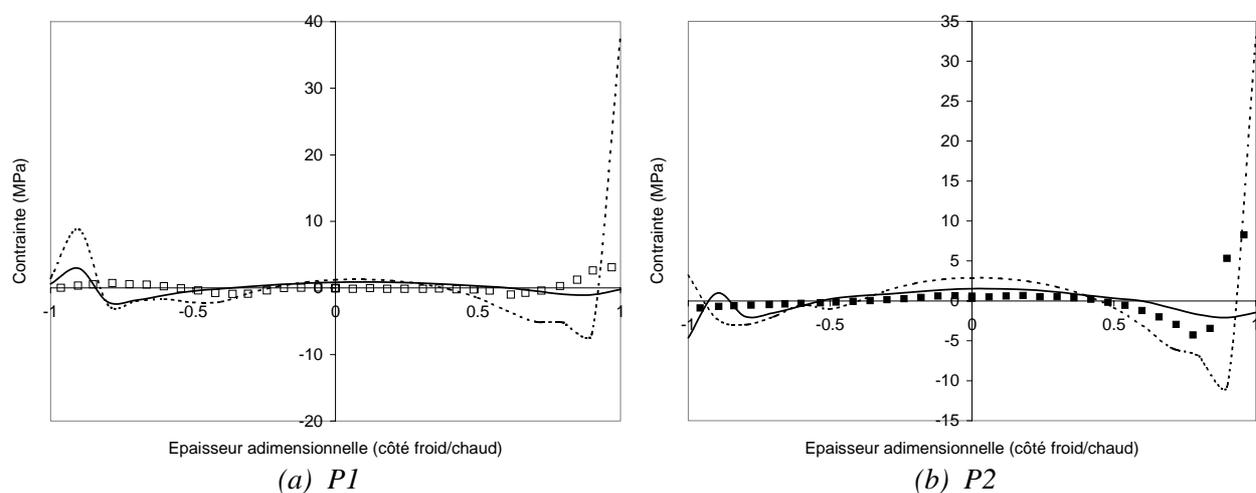


Figure 3.32: Comparaison des profils de contraintes résiduelles mesurés (■), calculés avec une loi élastique et une loi viscoélastique (VE-1): pour les positions P1 (a) et P2 (b)

De façon encore plus marquante que pour le cas standard, le calcul élastique surestime les niveaux de contraintes dans la pièce, et même de façon très large en peau (37 contre 3 MPa !). Les formes des profils obtenus à l'aide du calcul viscoélastique sont, elles, assez bonnes, avec formation d'un profil de traction/compression/traction du côté chaud et d'un état de traction/compression du côté froid, du centre vers la surface. Le calcul viscoélastique donne des résultats bien meilleurs, même s'il n'arrive à "capturer" l'état de traction en peau du côté chaud, ni

en position *P1* ni en position *P2*.

3.4.4 Etude de la pièce coins

Les positions des échantillons et des éléments correspondants sont données sur la Figure 3.33.

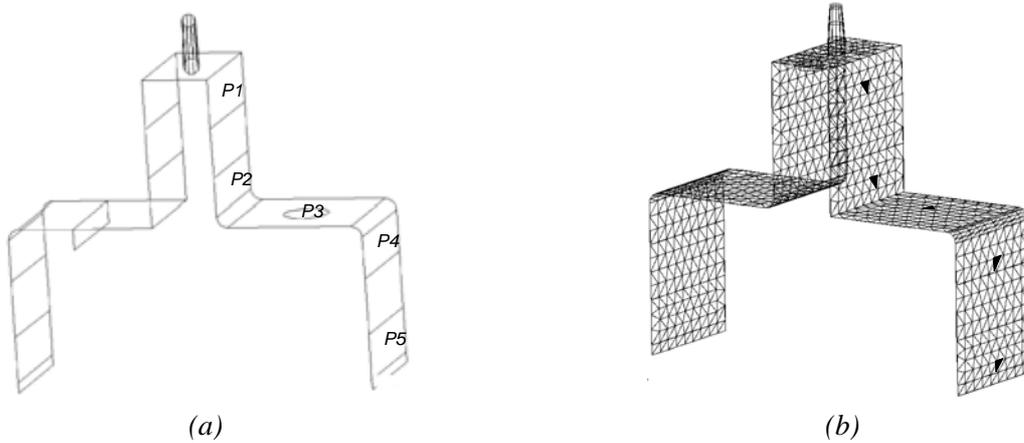


Figure 3.33: Positions des éléments sélectionnés (b) correspondant aux positions *P1*, *P2*, *P3*, *P4* et *P5* où sont extraits les échantillons (a)

Les profils de contraintes calculés (loi viscoélastique *VE-1*) pour ces différentes positions sont donnés sur la Figure 3.34-b. On représente aussi sur la figure adjacente les profils de contraintes obtenus expérimentalement, pour les mêmes conditions (Figure 3.34-a).

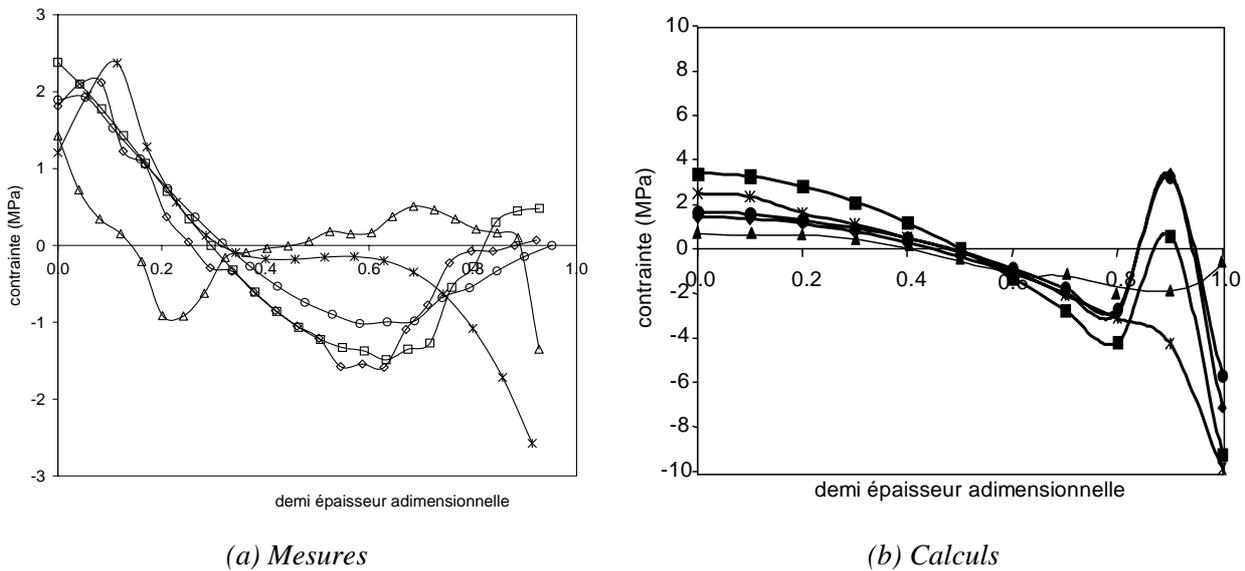


Figure 3.34: Comparatif du profil de contrainte mesuré (a) et calculé (b) avec une loi viscoélastique *VE-1* (—) pour les positions *P1* (σ), *P2* (ν), *P3* (♦), *P4* (●) et *P5* (*)

Les profils de contraintes obtenus calculés surestiment, dans l'ensemble, les mesures. Expérimentalement on avait obtenu que les profils correspondants aux positions *P2*, *P3* et *P4* étaient très similaires, tant dans leurs formes que dans leurs valeurs: on retrouve par le calcul ce résultat. Le profil de contraintes mesurées correspondant à la position *P1* est légèrement inférieur aux autres profils de contraintes (la position *P1* est très près du seuil donc bien compactée) : on

retrouve également ce résultat par le calcul. Enfin le profil correspondant à la position *P5* présente expérimentalement une allure différente plus proche d'un profil de type thermique (la position *P5* est très éloignée du seuil donc ressent peu l'effet de la pression) c'est à dire en traction/compression: on retrouve bien cette tendance par le calcul.

Donc, globalement, la précision du calcul viscoélastique est assez bonne aussi dans le cas de cette géométrie. Le fait qu'on ne trouve pas par le calcul un état de traction en peau²⁰ (pour certains cas) laissent penser que la pression au niveau de la commutation a été soit mal prise en compte (information expérimentale imprécise par exemple), soit "mal figée" (trop tôt ou trop tard) et là c'est un problème de calcul de thermique.

3.5 Conclusions du Chapitre 3

Dans une première partie, nous avons présenté le calcul des contraintes résiduelles tel qu'il est actuellement disponible dans le code Moldflow (MPI 2.0) ainsi que les différentes lois de comportement et propriétés physiques utilisées dans les calculs.

Après une discussion détaillée sur les incertitudes de calculs liées aux choix de certains paramètres (loi de comportement, températures, éléments ...), nous présentons de nombreuses confrontations aux mesures expérimentales dans le cas du moule *plaque* mais aussi du moule *coins*, pour plusieurs conditions d'injection. Compte tenu de ces incertitudes (notamment en peau) et malgré certaines valeurs qui sont surestimés (pour autant que les valeurs expérimentales ne soient pas elles sous estimées !), on peut conclure que le calcul viscoélastique donne des résultats satisfaisants et présente une bonne sensibilité aux paramètres d'injection (pression, température) que nous avons testés. Reste que dans le cas d'une pression imposée importante, l'existence d'une pression résiduelle dans la cavité n'est pas prédite par le calcul. Dans ce cas, on ne peut pas attendre une bonne prédiction des contraintes résiduelles.

Pour expliquer les écarts entre le calcul et la mesure, il faudrait aussi prendre en considération certains phénomènes physiques tels que la cristallisation ou le glissement de la pièce dans le moule. Le code ne permet pas de tester ce dernier paramètre mais on peut estimer que les deux pièces étudiées, compte tenu de leurs géométries respectives (gravures en surface pour l'une et coins pour l'autre), ne peuvent pas glisser dans le plan. La condition limite qui bloque les mouvements de la pièce dans le plan ne participe donc que très peu aux écarts observés. En ce qui concerne l'hypothèse (forte) qui est de supposer le matériau isotrope et homogène (cf. Chapitre 2), le code ne permet pas non plus de la tester: cette approximation participe, certainement de façon importante, aux erreurs de prédiction des contraintes et déformations résiduelles. Enfin les incertitudes liées à la mesure des contraintes résiduelles, dans les zones de peau en particulier, obligent à une certaine prudence quant aux conclusions élaborées sur l'importance et/ou la nature des écarts observés.

²⁰ On ne mesure par véritablement de la traction en peau mais l'analyse d'équilibrage (intégrale de la contrainte dans l'épaisseur est nulle) le laisse supposer...

CHAPITRE 3 ... CALCUL DES CONTRAINTES RESIDUELLES ET CONFRONTATION AUX MESURES**67**

3.1	SIMULATION DES CONTRAINTES RESIDUELLES PAR LE LOGICIEL MOLDFLOW.....	67
3.1.1	<i>Simulation du remplissage – compactage</i>	67
3.1.1.1	Écoulement.....	67
3.1.1.1.1	Énoncé du problème.....	67
3.1.1.1.2	L'écoulement dans la cavité.....	68
3.1.1.1.3	La transition de phase liquide – solide.....	69
3.1.1.2	Equation d'état.....	69
3.1.2	<i>Description des propriétés mécaniques et thermiques</i>	71
3.1.2.1	Cas d'un matériau anisotrope.....	71
3.1.2.1.1	Première étape: description des propriétés du composite unidirectionnel.....	71
3.1.2.1.2	Deuxième étape: procédure de pondération à l'aide de l'orientation calculée.....	73
3.1.2.2	Cas d'un matériau isotrope.....	73
3.1.3	<i>Loi de comportement thermo – viscoélastique anisotrope</i>	74
3.1.3.1	Modèle thermo – viscoélastique anisotrope.....	74
3.1.3.2	Hypothèses et conditions aux limites.....	76
3.1.4	<i>Formulation numérique</i>	77
3.1.4.1	Phases de remplissage et de compactage.....	77
3.1.4.2	Calcul des contraintes résiduelles.....	77
3.1.5	<i>Procédure de calcul</i>	77
3.1.6	<i>Calcul des déformations résiduelles</i>	77
3.2	DEROULEMENT DU CALCUL.....	77
3.2.1	<i>Protocole de simulation</i>	77
3.2.1.1	Les pièces étudiées.....	77
3.2.1.2	Les paramètres d'injection.....	77
3.2.1.3	Le profil de pression de compactage.....	77
3.2.2	<i>Caractéristiques utilisées pour la simulation de l'injection du PP</i>	77
3.2.2.1	Les caractéristiques mécaniques.....	77
3.2.2.2	Les caractéristiques thermiques.....	77
3.2.2.3	Les données <i>pVT</i>	77
3.2.2.4	Les données rhéologiques.....	77
	Dépendance de la viscosité avec le taux de cisaillement et la température.....	77
	Données viscoélastiques linéaires.....	77
3.3	MESURE DU COMPORTEMENT VISCOELASTIQUE.....	77
3.3.1	<i>Détermination expérimentale de la rhéologie du polymère</i>	77
	Mesure expérimentale.....	77
	Présentation du logiciel Rheometrics® RHIOS.....	77
	Présentation du logiciel Rheometrics® RHECALC.....	77
	La préparation des échantillons de PP.....	77
	Etude de la reproductibilité.....	77
3.3.2	<i>Résultats et discussion</i>	77
3.3.2.1	Détermination du domaine linéaire.....	77
3.3.2.2	Balayage en température.....	77
3.3.2.3	Balayages en fréquence- température.....	77
	Vérification du comportement thermo-rhéologiquement simple.....	77
	Construction de la courbe maîtresse.....	77
3.3.2.4	Résultats de reproductibilité.....	77
	Reproductibilité de la mesure.....	77
	Reproductibilité du mode opératoire.....	77
3.3.2.5	L'influence de la vitesse de refroidissement.....	77
3.3.2.6	Comparaison avec le comportement d'échantillons issus de pièces injectées.....	77
3.3.2.7	Détermination du spectre de relaxation discret.....	77
3.3.2.8	Influence de la modélisation du comportement viscoélastique sur les contraintes et déformations résiduelles	77
	Couples de Maxwell utilisés.....	77
	Influence sur le calcul de contraintes et déformations.....	77
3.3.2.9	Conclusions.....	77
3.4	RESULTATS ET DISCUSSION.....	77
3.4.1	<i>Prédiction des phase de remplissage et compactage pour la plaque</i>	77
3.4.2	<i>Prédiction des contraintes et déformations résiduelles dans la plaque</i>	77
3.4.2.1	Prédiction des déformations.....	77

3.4.2.2	Prédictions des contraintes résiduelles.....	77
3.4.2.2.1	Etude du cas standard.....	77
	Choix des éléments représentatifs de l'échantillon analysé.....	77
	Choix de la température du moule.....	77
	Choix de la loi de comportement.....	77
3.4.2.2.2	Influence des conditions d'injection sur les profils de contraintes résiduelles.....	77
	Sensibilité à la température du moule.....	77
	Sensibilité à la température de Non – Ecoulement (T_{nf}).....	77
	Sensibilité à la pression de compactage.....	77
3.4.3	<i>Prédiction des contraintes et déformations résiduelles dans la plaque: cas d'un refroidissement dissymétrique</i>	77
3.4.3.1	Prédiction des déformations.....	77
	Sensibilité à la loi de comportement.....	77
	Sensibilité à la pression.....	77
3.4.3.2	Prédictions des profils de contraintes résiduelles.....	77
3.4.4	<i>Etude de la pièce coins</i>	77
3.5	CONCLUSIONS DU CHAPITRE 3.....	77

Chapitre 4 Détermination des contraintes résiduelles dans le cas d'un matériau chargé de fibres

Les déformations résiduelles pour les matériaux chargés sont encore plus flagrantes en raison de l'anisotropie induite par l'orientation des fibres. Le but est de mesurer les contraintes résiduelles dans notre plaque test, et de confronter les résultats au calcul. Mais compte tenu de l'importance de la distribution d'orientation des fibres, nous allons auparavant la mesurer avec précision par analyse d'image, et tester la précision du calcul d'orientation. Le matériau étudié dans ce chapitre est un polyarylamide renforcé à 30 et 50 % en poids en fibres de verre courtes.

4.1 Mesure expérimentale de l'orientation des fibres dans la pièce

L'ensemble des mesures expérimentales d'orientation de fibres ont été réalisées au sein du Molecular Physics and Instrumentation Group (MPI) de l'Université de Leeds en Angleterre, dans l'équipe du Professeur A. Clarke. Une partie importante de leur travaux a été mise à profit pour mener à bien cette étude [Clarke *et al.*, 93; Eberhardt^{a,b} *et al.*, 01]. Les résultats présentés dans ce paragraphe sont le fruit d'une collaboration de deux ans avec ce laboratoire, et de deux stages effectués en 1999 et 2000, respectivement par F. Barcello [Barcello, 99] et S. Flouret [Flouret, 00].

4.1.1 Introduction

4.1.1.1 Représentation de l'orientation des fibres

4.1.1.1.1 *La fonction de distribution d'orientation de fibres*

L'orientation d'une fibre individuelle peut être définie à l'aide de deux angles θ et ϕ , comme illustré sur la Figure 4.1. Dans un thermoplastique renforcé, le nombre de fibres se compte fréquemment par plusieurs millions, il est donc nécessaire de trouver un outil plus adapté pour décrire leurs orientations.

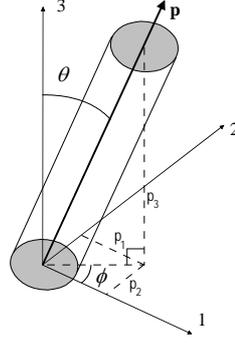


Figure 4.1: L'orientation d'une fibre seule peut être exprimée en coordonnées polaires par deux angles (θ, ϕ) ou en coordonnées cartésiennes par les composantes du vecteur unitaire \mathbf{p} (p_1, p_2, p_3).

En pratique la distribution d'orientation d'un groupe de fibres (DOF) peut être décrite par une fonction de probabilité $\psi(\theta, \phi)$. La probabilité qu'une fibre soit orientée entre les angles θ_1 et $\theta_1 + d\theta$, ϕ_1 et $\phi_1 + d\phi$ est définie par l'équation (4.1) :

$$P(\theta_1 \leq \theta \leq \theta_1 + d\theta, \phi_1 \leq \phi \leq \phi_1 + d\phi) = \psi(\theta_1, \phi_1) \sin \theta_1 d\theta d\phi \quad (4.1)$$

De façon alternative, l'orientation d'une seule fibre peut être décrite dans un repère cartésien par les composantes d'un vecteur \mathbf{p} aligné dans l'axe de la fibre. Les composantes de \mathbf{p} sont reliées aux angles θ et ϕ par l'équation (4.2) :

$$\begin{aligned} p_1 &= \sin \theta \cos \phi \\ p_2 &= \sin \theta \sin \phi \\ p_3 &= \cos \theta \end{aligned} \quad (4.2)$$

Comme les angles (θ, ϕ) et $(\theta - \pi, \phi + \pi)$ ne peuvent être distingués (une fibre n'a ni début ni fin), la fonction de probabilité présente la symétrie suivante (équation (4.3)),

$$\begin{aligned} \psi(\theta, \phi) &= \psi(\theta - \pi, \phi + \pi) \\ \text{ou } \psi(\mathbf{p}) &= \psi(-\mathbf{p}) \end{aligned} \quad (4.3)$$

La fonction de probabilité est une fonction de densité, elle est donc sujette à la condition de normalisation donnée par l'équation (4.4) :

$$\int_{\theta=0}^{\pi} \int_{\phi=0}^{2\pi} \psi(\theta, \phi) \sin \theta d\theta d\phi = \oint \psi(\mathbf{p}) d\mathbf{p} = 1 \quad (4.4)$$

4.1.1.1.2 Les tenseurs d'orientation

Dans certaines applications, pour lesquelles la DOF est simplifiée, la fonction de densité, $\psi(\mathbf{p})$, peut être elle aussi simplifiée. Par exemple pour certaines pièces, comme en injection, la DOF est principalement dans le plan de la pièce, ce qui peut permettre d'exprimer la fonction de densité en fonction d'une seule variable, $\psi(\phi)$. Mais en général, la fonction de densité de probabilité de DOF en 3D nécessite une quantité d'information considérable, rendant l'approche numérique du problème coûteuse.

Aussi, la description tensorielle de la DOF est devenue le système de caractérisation le plus utilisé aujourd'hui. Elle permet une description à la fois concise et précise. De plus le fait que l'on puisse changer l'ordre du tenseur d'orientation permet d'ajuster la précision avec laquelle on désire avoir l'information.

L'orientation est calculée à partir des moments de la fonction de distribution d'orientation. Les tenseurs du second et du quatrième ordre sont calculés à partir des produits dyadiques des vecteurs \mathbf{p} . Ils sont donnés par l'équation (4.5),

$$\begin{aligned} a_{ij} &= \langle \mathbf{pp} \rangle = \int_{\mathbf{p}} p_i p_j \psi(\mathbf{p}) d\mathbf{p} \\ a_{ijkl} &= \langle \mathbf{pppp} \rangle = \int_{\mathbf{p}} p_i p_j p_k p_l \psi(\mathbf{p}) d\mathbf{p} \end{aligned} \quad (4.5)$$

Si on considère le tenseur du second ordre, il a neuf composantes mais la condition de symétrie (cf. équation (4.3)) fait que seulement six sont indépendantes. Le tenseur du second ordre pour un groupe de n fibres est donné par l'équation (4.6),

$$a_{ij} = \frac{1}{n} \left(\sum_{k=1}^n p_i^k p_j^k \right) = \begin{pmatrix} a_{11} & a_{12} & a_{13} \\ a_{21} & a_{22} & a_{23} \\ a_{31} & a_{32} & a_{33} \end{pmatrix} \quad \text{avec } i, j = 1, 2, 3 \quad (4.6)$$

Et les six composantes indépendantes pour une fibre individuelle, k , sont données par les équations (4.7),

$$\begin{aligned} p_1^k p_1^k &= \sin^2 \theta^k \cos^2 \phi^k \\ p_2^k p_2^k &= \cos^2 \theta^k \cos^2 \phi^k \\ p_3^k p_3^k &= \cos^2 \theta^k \\ p_1^k p_2^k &= \sin^2 \theta^k \cos \phi^k \sin \phi^k \\ p_1^k p_3^k &= \sin \theta^k \cos \theta^k \cos \phi^k \\ p_2^k p_3^k &= \sin \theta^k \cos \theta^k \sin \phi^k \end{aligned} \quad (4.7)$$

Pour une discussion plus détaillée sur la formation et l'application de ces tenseurs d'orientation, le lecteur se référera à [Advani et Tucker, 87].

4.1.1.1.3 Notations

Un certain nombre de différents états d'orientation et les tenseurs de second ordre (en 2D) qui leur sont associés sont donnés, à titre d'exemples, sur la Figure 4.2,

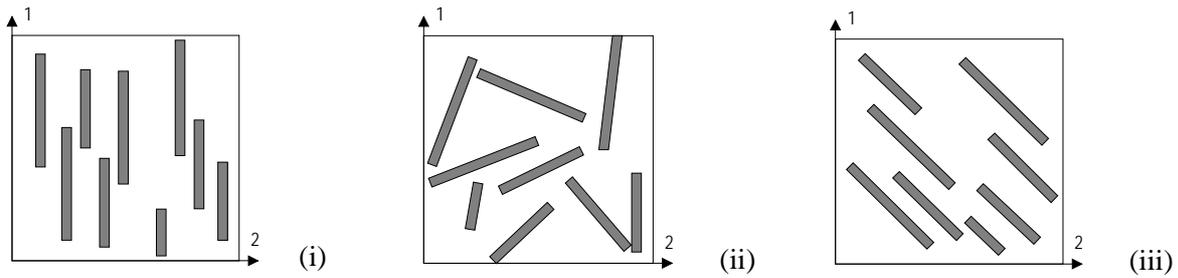


Figure 4.2: Trois exemples de distributions d'orientations, (i) unidirectionnelle, $a = \begin{pmatrix} 1 & 0 \\ 0 & 0 \end{pmatrix}$, (ii)

isotropie dans le plan, $a = \begin{pmatrix} 0.5 & 0 \\ 0 & 0.5 \end{pmatrix}$, (iii) unidirectionnelle, $a = \begin{pmatrix} 0.5 & 0.5 \\ 0.5 & 0.5 \end{pmatrix}$.

Avec une orientation isotrope dans l'espace, les termes diagonaux valent $1/3$. Quand l'axe principal de la DOF est aligné avec l'axe du système, comme illustré sur les figures (i) et (ii), le tenseur d'orientation est diagonal. Ce tenseur est facile à interpréter, avec chaque composante diagonale qui indique le degré d'alignement avec la direction respective. Quand l'axe principal n'est pas aligné avec l'axe du système, comme illustré dans la figure (iii), les composantes hors diagonale du tenseur d'orientation ne sont plus égales à zéro. Dans ce cas, ils indiquent le degré de rotation de l'axe principal par rapport au repère principal et rendent difficile l'interprétation de la véritable DOF. Il est toutefois possible d'aligner son axe principal avec le repère principal en effectuant une rotation du tenseur d'orientation, en résolvant l'équation (4.8),

$$\det|a_{ij} - \lambda\delta_{ij}| = 0 \quad (4.8)$$

Où δ_{ij} , est le symbole de Kronecker permettant d'obtenir un tenseur unité. Les valeurs propres λ donnent les composantes diagonales du tenseur d'orientation transformé (les composantes hors diagonale sont alors toutes nulles) et les vecteurs propres associés décrivent la rotation nécessaire.

4.1.1.2 Etat des connaissances sur l'orientation des fibres en injection

Pendant l'injection de polymères renforcés de fibres, celles-ci s'orientent dans certaines directions privilégiées, créant une structure que l'on appelle communément "cœur – peau" et qui rend souvent la pièce finale anisotrope. Le procédé lui-même mais aussi d'autres effets, souvent moins connus, participent à l'orientation finale dans la pièce.

4.1.1.2.1 Les phénomènes d'orientation de fibres dans un écoulement

Pendant l'écoulement du polymère fondu, le fluide impose aux fibres des contraintes. Elles sont donc transportées et elles s'orientent. En retour, l'orientation des fibres perturbe les profils de vitesse d'écoulement par rapport à ceux qui existeraient pour un matériau non chargé. Orientation et écoulement sont donc couplés. L'orientation à la fin de l'écoulement est figée lors du refroidissement de la matière. On peut distinguer deux types d'écoulement en injection même si le cisaillement prédomine dans la majorité des cas:

Le cisaillement simple

Un tel écoulement se rencontre par exemple dans les canaux d'alimentation des moules et/ou entre plaques parallèles. Une fibre isolée dans un fluide newtonien a un mouvement de rotation périodique, avec un temps de séjour privilégié proche de la direction de l'écoulement (voir Figure 4.3): la fibre ne tend jamais vers une position d'équilibre.

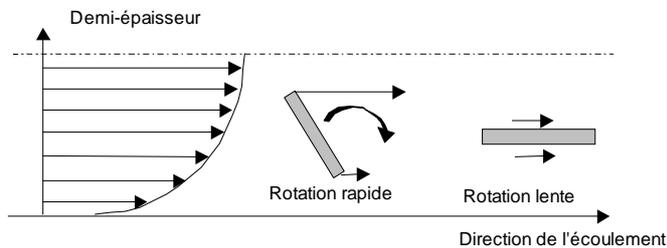


Figure 4.3: Orientation d'une fibre dans un écoulement en cisaillement simple: la fibre a un temps de séjour privilégié dans le sens de l'écoulement.

L'écoulement élongationnel

On le rencontre par exemple sur l'axe d'une géométrie convergente ou divergente. L'observation d'une fibre dans ce type de géométrie montre que la fibre s'oriente dans le divergent à 90° de la direction d'écoulement et dans le convergent parallèlement à cette direction. La fibre tend vers une position d'équilibre stable perpendiculairement ou parallèlement, respectivement, à l'écoulement (voir Figure 4.4).

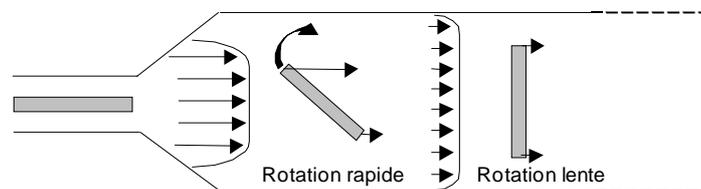


Figure 4.4: Orientation d'une fibre dans un écoulement élongationnel dans un divergent: la fibre tend vers la perpendiculaire à la direction de l'écoulement.

4.1.1.2.2 La structure cœur – peau

Typiquement les polymères thermoplastiques renforcés injectés présentent une structure bien particulière dans l'épaisseur que l'on dénomme communément par le terme de structure cœur – peau. Les variantes viennent du décompte du nombre de couches que l'on considère. Kenig parle de structure à neuf couches, avec une couche très fine en peau pauvre en fibres, une séquence de trois couches avec alternance de fibres orientées parallèlement/transversalement/parallèlement à la direction principale d'écoulement (DPE) et un cœur où les fibres sont orientées transversalement [Kenig, 86]. Bay et Tucker (92b) observent pour leur part une structure à sept couches, comprenant deux couches dans la peau, avec des niveaux d'orientation différents, résultantes de l'effet fontaine. Ensuite les deux auteurs ne parlent plus de couches de transition mais d'une large zone où les fibres s'orientent graduellement perpendiculairement à la DPE. Dans la plus grande majorité des cas, dans des conditions d'injection classiques, on parle, plus simplement, d'une structure cœur – peau à cinq couches avec une couche centrale orientée transversalement à la DPE, de deux couches intermédiaires orientées principalement dans la DPE et enfin de deux couches de peau légèrement moins orientées que les couches intermédiaires (voir Figure 4.5). C'est cette

configuration que nous garderons pour la suite de la discussion et que nous désignerons par "standard".

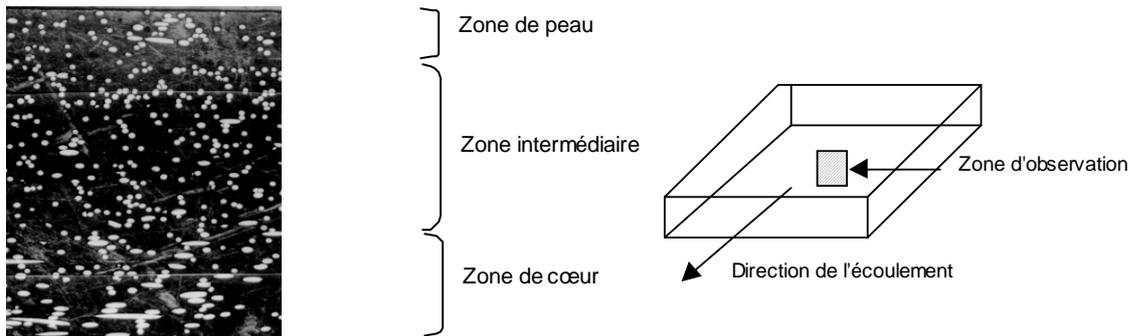


Figure 4.5: Photo d'une coupe dans la demi-épaisseur observée par microscopie optique d'une pièce injectée en thermoplastique renforcé de fibres courtes présentant une structure cœur-peau [d'après Papathanasiou et al., 97]

La formation d'une **couche de peau** dans laquelle les fibres ne sont pas orientées de façon préférentielle est le résultat de l'effet fontaine. Ce dernier ramène la matière (fibres incluses) du centre vers les parois froides du moule où les fibres vont être figées avec une orientation désordonnée avant que le cisaillement n'ait eu le temps de les orienter dans le sens de l'écoulement [Bay et Tucker, 92a,b] [Gupta et Wang, 93]. Souvent, à cause des temps d'injection très courts, cette couche est très mince et difficilement identifiable par rapport aux autres zones. L'épaisseur de cette couche dépend de la vitesse de refroidissement (température du moule) et du temps de remplissage [Kamal et Papathanasiou, 93].

La formation de la **zone intermédiaire**, dans laquelle les fibres sont fortement orientées dans la direction principale d'écoulement (DPE), est la conséquence du cisaillement important qui s'y développe [Bay et Tucker, 92a].

La formation, enfin, de la **couche de cœur**, dans laquelle les fibres sont orientées transversalement à la DPE vient de la combinaison de deux facteurs : (i) d'abord, la présence d'un écoulement élongationnel autour du seuil d'injection qui va aligner les fibres perpendiculairement à la DPE (cette orientation est, par ailleurs, complètement indépendante de l'orientation initiale des fibres dans les canaux d'alimentation) et (ii) la conservation au centre de cette orientation transverse tout le long de la cavité du fait du cisaillement pratiquement nul [Bay et Tucker, 92b ; Vincent et Agassant, 86 ; Gupta et Wang, 93]. L'existence d'un profil de vitesse plat dans la cavité, par exemple, va aider à la conservation de l'orientation transverse des fibres dans le reste de la cavité sans créer de réorientation. Si l'une ou l'autre de ces conditions n'est pas respectée, les fibres du cœur vont être plus ou moins alignées dans la DPE.

Dans les paragraphes suivants, nous allons passer en revue les différents facteurs qui sont susceptibles d'affecter cette structure cœur – peau.

4.1.1.2.3 Principaux paramètres ayant de l'influence sur l'orientation des fibres

Influence du seuil Les seuils, on vient de le voir, entraînent, lorsqu'ils sont le siège d'élongation, la formation d'un cœur avec orientation transverse à la DPE. Les géométries de seuil qui ne créent pas un tel flux (comme dans le cas de seuil en film ou les carottes d'injections) facilitent, pour leur part, la formation d'un cœur dans lequel les fibres sont de façon préliminaire orientées dans la DPE [Bay et Tucker, 92b ; Darlington et Smith, 87].

Influence de la vitesse d'injection Gupta et Wang (93) montrent que plus la vitesse d'injection est élevée, plus la taille du cœur (où les fibres sont orientées transversalement à la DPE) grandit. Réduire la vitesse d'injection a pour conséquence de diminuer la taille du cœur ou d'en changer l'orientation (les fibres du cœur sont mieux alignées avec la DPE). Ils expliquent qu'à faible vitesse, la zone de peau affectée par l'effet fontaine est plus large. La région où le cisaillement est fort est donc décalée vers le centre.

Influence de l'épaisseur de la pièce Pour des débits d'injection comparables, une cavité fine est associée avec un cœur (dont les fibres sont orientées transversalement à la DPE) plus petit. En effet, une épaisseur plus fine crée des taux de cisaillement plus importants et donc (pour une vitesse de refroidissement égale) un profil de vitesse plus plat. Cela aide le transport de l'orientation transverse dans le cœur à rester inchangée tout au long de l'écoulement dans la cavité [Bouti et Fisa, 89]. Certains auteurs montrent, pour leur part, que l'orientation des fibres dans le cœur peut, aussi, être affectée par la réduction d'épaisseur de la cavité [Gillepsie *et al.*, 85]. Leurs observations microscopiques (pas de quantifications) montrent qu'en divisant l'épaisseur de la cavité par deux (pour une résine thermodurcissable chargée à 33% en poids en fibres courtes), les fibres du cœur s'orientent légèrement dans le sens de la DPE.

Influence de la température du moule Son effet peut être comparable à celui de la vitesse d'injection: pour une température de moule basse, la zone solidifiée est plus importante, décalant les maxima de cisaillement vers le centre la pièce. A cela peut s'ajouter une réduction de la largeur du front d'écoulement (dans l'épaisseur) donc une réduction possible du taux d'élongation en entrée de la cavité, ce qui entraîne une orientation transverse des fibres moins importante [Bright *et al.*, 78].

Influence de la rhéologie L'existence d'un profil de vitesse plat dans la cavité est le résultat du caractère pseudoplastique des polymères fluides. La rhéologie du matériau, à des taux de cisaillement élevés, influence la forme du profil de vitesse et donc son habilité à convoier dans le reste de la cavité l'orientation acquise dans le seuil. D'un autre côté, on montre aussi que la convection d'un cœur orienté transversalement dans la cavité sans réorientation est facilité par la présence des fibres elles-mêmes qui peuvent aplatir le profil de vitesse, même en conditions isothermes [Ranganathan et Advani, 93 ; Tang et Altan, 95].

Il faut toutefois garder à l'esprit que plusieurs de ces effets agissent de façon corollaire. Notons aussi que, dans la grande majorité des cas, ces études restent qualitatives.

4.1.1.2.4 *Autres influences*

A ces principales influences, qui sont, aussi, souvent les plus étudiées, d'autres effets viennent s'ajouter.

Influence des bords Lors du remplissage d'une plaque rectangulaire par un seuil ponctuel, le front de matière, circulaire au départ, a un caractère convergent dans le sens où au contact des parois du moule, il s'aplatit. Cet effet va conduire à l'alignement des fibres le long de ces bords [Kenig, 86]. D'autres auteurs confirment cette hypothèse à l'aide d'observations microscopiques [Akay *et al.*, 91] effectuées sur des résines chargées (fibres courtes et longues): ils montrent que dans le cas d'une pièce présentant une structure cœur – peau "classique", dans des conditions standards d'injection, la zone de cœur n'est plus observable près des bords latéraux et ce dans n'importe quel endroit de la pièce [Gupta et Wang, 93].

Influence du maintien L'effet seul du compactage sur l'orientation établie pendant le remplissage n'a pas été, aujourd'hui, clairement étudié dans le détail. Quelques auteurs ont

présenté des observations d'orientation de fibres faites dans des sous-remplissages et dans des moulages complets. Mais les observations se contredisent. Certains observent un cœur où les fibres sont alignées transversalement dans le cas d'un moulage complet alors qu'il n'existait pas dans un incomplet [Malzahn et Schultz, 86]. D'autres n'observent aucune différence notable [Sanou *et al.*, 85]. D'autres encore observent l'effet inverse. Le cœur créé pendant la phase de remplissage a tendance à être réduit pendant la phase de maintien. Plus la phase de maintien est longue, plus la pression (à travers le cisaillement) a pour effet d'aligner dans le sens de la DPE les fibres orientées transversalement à cette direction [Bailey et Rzepka, 91].

Influence de la concentration de fibres Une étude extensive réalisée sur un polypropylène renforcé fibre de verre (courtes et longues) avec plusieurs taux de renfort (en poids) de 10, 20, 30 et 40% montre que la largeur du cœur (où les fibres sont orientées transversalement à la DPE) augmente avec la concentration en fibres [Spahr *et al.*, 90]. Il ressort aussi que le phénomène est plus important dans le cas des fibres longues.

Phénomènes de ségrégation et déplétion des fibres La formation de couches moins denses à la surface de pièces injectées a été observée pour des polypropylènes et des polyamides chargés en billes de verre [Darlington *et al.*, 87] et pour un polypropylène renforcé fibres de verre [Bright *et al.*, 78]. Pour des polyamides renforcés de fibres de verre, plusieurs auteurs observent que du cœur vers la peau, la densité de fibres va en diminuant [Akay *et al.*, 91; Spahr *et al.*, 90]. Le phénomène semble plus accentué dans le cas de fibres longues¹ (58% en cœur contre 40% en peau, en poids) que dans le cas de fibres courtes (53% en cœur contre 47% en peau, en poids). En plus de ce phénomène de déplétion du cœur vers la peau, certains auteurs ont observé un changement de concentration en fibres avec la distance par rapport au seuil. Ce phénomène est attribué à la migration dans l'épaisseur de la cavité des fibres en relation avec l'effet fontaine qui se produit au front de matière [Hegler et Mennig, 85 ; Ogadhoh et Papatthanasious, 96]. Il semble que ce phénomène soit plus important avec des fibres ou des particules de grande taille. Aucune étude complète n'a été réalisée sur le sujet. En particulier, l'influence des paramètres d'injection n'a pas encore été testée.

4.1.2 Mesure de l'orientation des fibres dans des pièces injectées

Parmi les différentes techniques existantes, celle de l'analyse d'image sur des coupes surfaciques est la plus employée.

4.1.2.1 Principe

La mesure de la distribution de l'orientation de fibres dans l'épaisseur (DOF) par une analyse surfacique 2D nécessite la préparation minutieuse de coupes dans la pièce à étudier. La méthode de préparation dépend de la technique utilisée pour analyser la surface, suivant que l'on utilise le microscope électronique à balayage (MEB) ou la microscopie optique. Cette dernière nécessite des temps de préparation et d'analyse bien moins importants. La préparation d'échantillons pour la microscopie optique requière une qualité de contraste entre les fibres et la matrice, qu'un polissage seul ne permet pas d'obtenir. Le contraste augmente significativement si l'échantillon subit une attaque d'ions oxygène. Cette attaque va, en fait, principalement affecter la matrice. La qualité d'image ainsi obtenue est, après attaque, comparable à celle que l'obtiendrait avec le MEB [Mlekusch *et al.*, 99].

¹ Usuellement, on définit par fibre courte toute fibre de longueur inférieure à 1 mm, au delà elles sont considérées comme longues

L'orientation d'une fibre et la position de son plan d'intersection avec le plan de coupe peuvent être décrits par les paramètres (θ^k, ϕ^k) et (x^k, y^k) , respectivement. Ces paramètres sont obtenus directement à partir de l'analyse de l'image de l'ellipse formée par l'intersection du plan de coupe et de la fibre. Les paramètres qui décrivent une ellipse sont sa position dans l'espace (x_c, y_c) , les longueurs d'axes (a, b) et son orientation, ϕ , comme illustré sur la Figure 4.6.

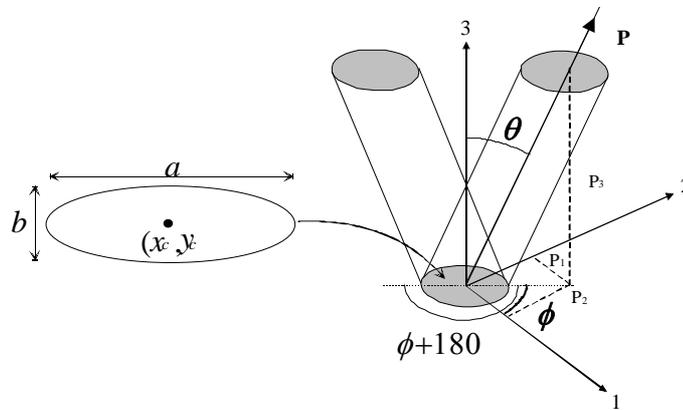


Figure 4.6: La position et l'orientation d'une fibre peuvent être déterminés à partir des paramètres de son ellipse d'intersection avec le plan d'observation (a, b, x_c, y_c, ϕ) .

L'orientation d'une fibre est donc donnée par l'équation (4.9),

$$\begin{aligned} \theta^k &= \cos^{-1}(b/a) \\ \phi^k &= \phi \text{ et } \phi + 180 \end{aligned} \tag{4.9}$$

Les deux valeurs possibles dans la détermination de ϕ^k sont le fruit d'une ambiguïté dans la détermination de l'orientation de la fibre, deux fibres ayant des orientations de ϕ et $\phi+180$ avec le plan de coupe présentant des ellipse d'intersection identiques (Figure 4.6). La composante diagonale du tenseur d'orientation a_{12} n'est pas affectée par cette ambiguïté, les autres le sont.

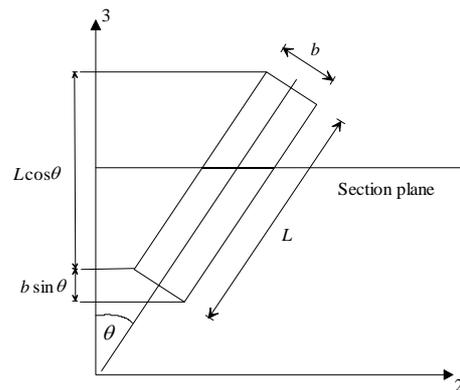


Figure 4.7: La probabilité qu'une fibre de longueur, L , et de diamètre, b , soit coupé par une section plane est proportionnelle à son angle d'orientation avec ce plan, θ

Il faut, d'autre part, prendre en compte le fait que pour des fibres de même longueur, la probabilité de couper une fibre perpendiculaire à la surface est plus importante que de couper une fibre faisant un certain angle, θ . La probabilité qu'un fibre soit coupée par une section plane se déplaçant aléatoirement est fonction de sa longueur, L , son diamètre, b , et son orientation [Zhu *et al.*, 97], comme illustré sur la Figure 4.7. Cette probabilité est donnée par l'équation (4.10),

$$P(\theta) = L \cos \theta + b \sin \theta \quad (4.10)$$

Dans l'optique d'obtenir une estimation juste du tenseur d'orientation, ses composantes doivent être, pour chaque fibre, pondérées par l'inverse de la probabilité d'intersection, F^k . Le tenseur d'orientation ainsi pondéré est donné par l'équation (4.11),

$$a_{ij} = \frac{\sum_{k=1}^n F^k p_i^k p_j^k}{\sum_{k=1}^n F^k} \quad (4.11)$$

4.1.2.2 Méthodes d'analyse des paramètres de l'ellipse d'intersection

Un certain nombre de techniques automatisées en analyse d'image pour mesurer les paramètres de l'ellipse ont été développées, comme la transformée de Hough ou les techniques des seconds moments ou des moindres carrés. La transformée de Hough est relativement lourde en terme de calculs [Daul *et al.*, 98]. Les techniques des moindres carrés (TMC) et les seconds moments (TSM) sont beaucoup plus simples. Elles sont détaillées dans les paragraphes suivants.

4.1.2.2.1 Technique des seconds moments (TSM)

Les paramètres d'une coupe elliptique d'une fibre peuvent être déduits des seconds moments d'inertie d'un objet [Stobie, 86]. Dans un premier temps l'image est convertie en une image binaire en effectuant un seuillage. Dans l'image, les objets sont localisés par un procédé appelé "connectivité des pixels", où les groupes de pixels sont "élargis" jusqu'à ce que tous les pixels de l'objet ont été ajoutés au groupe. Les sommes nécessaires pour la formation des seconds moments sont calculées pendant la formation de chaque groupe de pixels (ou objet) et sont reliées aux paramètres de l'ellipse suivant l'équation (4.12),

$$\begin{aligned} x_c &= M_x \\ y_c &= M_y \\ a^2 &= 2(M_{xx} + M_{yy}) + 2\sqrt{(M_{xx} - M_{yy})^2 + 4M_{xy}^2} \\ b^2 &= 2(M_{xx} + M_{yy}) - 2\sqrt{(M_{xx} - M_{yy})^2 + 4M_{xy}^2} \\ 2\phi &= \arctan\left(\frac{2M_{xy}}{M_{xx} - M_{yy}}\right) \end{aligned} \quad (4.12)$$

M_x et M_y sont les premiers moments des objets et M_{xx} , M_{yy} et M_{xy} sont les seconds moments d'inertie. La TSM prends en compte tous les pixels de l'objet pour calculer les paramètres de l'ellipse. Par conséquent, pour obtenir des mesures précises de la DOF avec cette technique, chaque section de fibre doit "exister" entièrement. Toute information manquante, que ce soit dans le périmètre ou à l'intérieur de l'ellipse, va contribuer à l'erreur de mesure de l'orientation. Un certain nombre de sections de fibres et leur ellipses d'approximation par la TSM sont illustrés sur la Figure 4.8. Les deux techniques donnent des résultats relativement différents pour des ellipses partielles, comme illustré par l'ellipse A. La TSM a de faibles performances dans le cas d'ellipses incomplètes, comme dans le cas de celle marquée, A, sur la Figure 4.8. Ce genre de

configuration apparaît lorsqu'une fibre a été sectionnée proche de l'une de ses extrémités ou lors de la découpe ou de la préparation de l'échantillon avant analyse.

Dans le but d'améliorer les performances de la TSM, il est important de filtrer les données brutes de façon à éliminer les ellipses qui s'ajustent mal. Parmi les différents paramètres que l'on peut utiliser pour filtrer les données, deux s'avèrent être très efficaces: la largeur de l'ellipse et le facteur de forme. Le premier est égal au diamètre de la fibre. De cette façon toute ellipse dont la largeur est anormalement petite ou grande est éliminée. Le deuxième filtre est le facteur de forme, défini par l'équation (4.13) [Clarke *et al.*, 93] :

$$s = \frac{A}{\pi ab} \quad (4.13)$$

qui compare la surface de l'objet pixellisé, A , avec l'ellipse qui lui est associée, πab . Si $s \approx 1$, l'objet est très elliptique, alors que si $s \ll 1$, sa forme est très éloignée de celle d'une ellipse. En appliquant un filtre de $s > 0.9$, on s'assure que toutes les fibres retenues sont issues d'objets qui sont eux mêmes des ellipses.

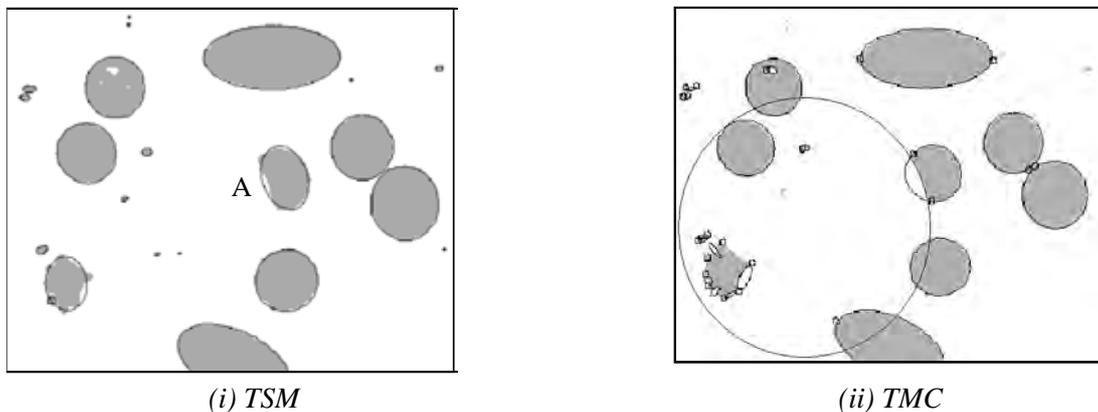


Figure 4.8: Un certain nombre de coupes de fibres identifiées par la technique des seconds moments (i) et les mêmes identifiées par la technique des moindres carrés (ii). Les petits cercles observables sur les périmètres d'ellipses sur (ii) indiquent où le périmètre de l'objet a été divisé en plusieurs sections [d'après Eberhardt^b *et al.*, 01].

4.1.2.2.2 Technique des moindres carrés (TMC)

Une méthode alternative pour déterminer les paramètres d'une ellipse est la technique des moindres carrés [Mlekusch, 99]. Cette approche diffère de la précédente par le fait qu'ici on ne considère que les pixels du périmètre de l'objet. Les pixels appartenant à un périmètre sont identifiés comme tels pendant la phase de connectivité: tout pixel qui a un pixel voisin en dessous de la limite de seuillage est considéré comme un pixel de périmètre. Toutes les courbes du second ordre satisfont l'équation (4.14),

$$Ax^2 + Bx + Cxy + Dy + Ey^2 + F = 0 \quad (4.14)$$

qui décrit les ellipses et autres hyperboles. La TMC nécessite aussi l'applications de filtres dans le cas de fibres qui se touchent ou de fibres cassées. Pour chaque point du périmètre approché où la courbure est concave ou inversement trop fortement convexe, le périmètre est divisé en plusieurs sections. Si après analyse du périmètre, deux de celles-ci produisent des

ellipses très similaires, elles sont regroupées.

Sur la Figure 4.8, les performances de la TMC sont comparées directement à celles de la TSM pour un même échantillon. La TMC donne de bien meilleures ellipses dans le cas de fibres tronquées et une légère amélioration pour les sections irrégulières. Cette qualité de fittage peut être encore améliorée en filtrant les données initiales. Pour cela, les auteurs calculent la déviation moyenne entre le périmètre pixéllisé et l'ellipse approchée [Clarke *et al.*, 93]. Elle est donnée par l'équation (4.15),

$$d = \frac{\sum \Delta_i^2}{n} \quad (4.15)$$

où, Δ_i est la déviation du $i^{\text{ème}}$ pixel du périmètre par rapport à l'ellipse fittée et n est le nombre total de pixels du périmètre.

4.1.2.3 Méthodologie expérimentale

Toutes les expériences présentées dans ce paragraphe ont été réalisées à l'université de Leeds, au MPI.

4.1.2.3.1 Préparation des échantillons

La préparation d'échantillons utilisables pour l'analyse de l'orientation se divise en trois étapes longues et fastidieuses.

(i) La première étape consiste à enrober les échantillons extraits de la pièce injectée. On place environ trois échantillons dans des moules cylindriques que l'on remplit de résine époxy. Le mélange homogène résine – durcisseur est polymérisé sous hotte une dizaine d'heure avant démoulage.

(ii) La phase de polissage constitue la deuxième étape de la préparation. Elle est primordiale car elle détermine la qualité du contraste entre les fibres et la matrice au moment de l'analyse. On utilise une polisseuse automatique qui permet de préparer trois échantillons en même temps. Pour un composite polyarylamide renforcé de fibres de verre, le protocole qui s'est avéré le plus satisfaisant est résumé dans le Tableau 4.1. Après polissage les échantillons sont rincés puis séchés.

	temps <i>min</i>	type de papier	grain du papier <i>μm</i>	force appliquée <i>N</i>	vitesse de rotation <i>trs/min</i>
1	10	papier de verre	800	10	300
2	10		1200	10	300
3	20	pâte d'aluminium		5	150
4	20	solution abrasive		5	150

Tableau 4.1: Protocole de polissage des échantillons de PAA chargé en fibres de verre pour l'analyse microscopique

(iii) La troisième et dernière étape a pour but d'augmenter le contraste entre fibres et matrice. En effet, contrairement au carbone et kevlar, les fibres de verre ne donnent qu'un très faible contraste avec la matrice polymère à cause de leurs indices de réfraction très proches. On réalise donc une attaque aux ions oxygènes qui attaquent préférentiellement la matrice et laisse les fibres en clair. L'attaque dure entre 20 et 30 minutes suivant la qualité du polissage. A la sortie de la chambre de pulvérisation, l'échantillon est prêt pour passer à l'analyseur d'image en 2D.

4.1.2.3.2 Montage expérimental

Une caméra est montée sur un microscope (Figure 4.9) et on visualise sur un écran le signal vidéo venant de la caméra. Les prises de vues dépendent de l'objectif et de l'oculaire utilisés : par exemple, un objectif de grossissement $\times 20$ associé à un oculaire de grossissement $\times 6,7$, donnent une zone d'analyse de $150 \mu\text{m} \times 150 \mu\text{m}$. L'ordinateur central converti le domaine d'image XY en pixels à un certain taux de fréquence vidéo. Les images sélectionnées permettent de stocker chaque domaine du plan XY dans l'ordinateur. La surface de l'échantillon n'étant pas tout à fait plane, un contrôle selon Z est possible en réglant la mise au point. Chaque partie de la machine travaille en parallèle ce qui permet de gagner du temps. Le traitement des données se fait pendant la sélection d'une nouvelle zone à l'étude.

L'analyseur d'images en 2D, tel qu'il a été développé à l'Université de Leeds, présente les avantages suivants [Clarke *et al.*, 93] :

- la possibilité de scanner de larges domaines dans des temps courts par déplacement automatique de l'échantillon dans le plan XY ,
- la mise au point automatique pour chaque domaine XY étudié,
- le fractionnement automatique de chaque fibre,
- un facteur d'ajustement associé à chaque fibre pour améliorer la qualité de chaque ellipse observée.



Figure 4.9: Photo du montage expérimental d'analyse d'image 2D

4.1.2.3.3 Protocole de mesure

Il n'est pas possible d'effectuer la mesure d'orientation en une seule fois étant donné la taille de l'échantillon (quelques mm^2) par rapport à l'image visualisée par le montage microscope – caméra ($150 \mu\text{m} \times 150 \mu\text{m}$). Le système va donc balayer automatiquement la surface comme schématisé sur la Figure 4.10.

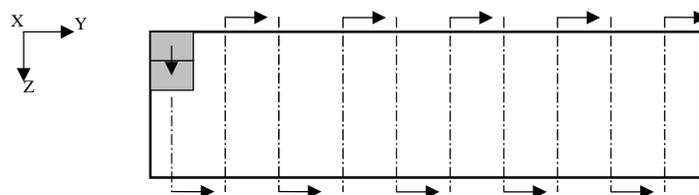


Figure 4.10: Schéma de principe du balayage automatisé de la surface de l'échantillon. Chaque cadre grisé représente un cadre d'analyse

Une fois l'échantillon correctement préparé, on le place sous le microscope. La Figure 4.11 montre l'image d'un cadre d'analyse sur laquelle on distingue les fibres sectionnées.

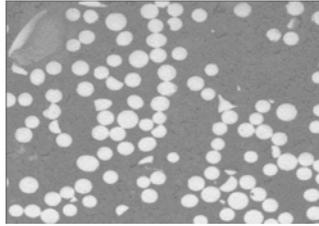


Figure 4.11: Image au microscope d'un cadre d'analyse d'un échantillon: le fait que les fibres sectionnées soient représentées par des cercles témoigne d'un degré d'alignement important.

On s'assure du bon contraste entre fibres et matrice; l'image est pixellisée (512×512) et un seuillage en niveaux de gris permet de séparer fibres et matrice. Le choix des objectifs est important : plus le grossissement est grand, meilleure est la précision mais la zone scannée est moins grande pour un temps d'analyse identique. Les objectifs $\times 6,7$ et $\times 20$ donnent un bon compromis entre précision et temps de scannage.

En fonction des échantillons, on regarde le nombre de cadres en X et en Y de façon à prendre en compte un nombre de fibres suffisamment représentatif. Ensuite, on effectue un calibrage en X et en Y ; cette étape permet au système de se déplacer de manière très précise de cadre en cadre sans avoir recours à de coûteux systèmes de positionnement (interféromètre laser). Le calibrage consiste à assembler les images de fibres, le cadre ayant les mêmes images que le cadre suivant. Pour des échantillons de mêmes dimensions, il n'est donc pas nécessaire de refaire à chaque fois la calibration.

Le calibrage effectuée, on passe à la partie mesure proprement dite; celle-ci se fait automatiquement en fonction du nombre de cadres rentrés. Typiquement, l'analyse complète d'un échantillon chargé à 30% de fibres de verre et d'épaisseur 2 mm (ce qui représente environ 20×25 cadres) prends environ 30 minutes.

On estime à une journée environ le temps nécessaire pour préparer, scanner, traiter et analyser les données pour un échantillon de surface 50 mm^2 .

4.1.3 Estimation des erreurs dues à l'analyse 2D

Les fibres cassées, endommagées, ou encore les impuretés, risquent d'être prises en compte par le système et de fausser les résultats. Il convient donc de les corriger. Il existe dans le programme d'analyse des algorithmes de correction et de filtrage permettant d'éviter la prise en compte de ces données erronées. La fonction de pondération, décrite dans le paragraphe 4.1.2.1, fait partie de ceux-ci. Les autres filtres et corrections sont décrits dans les paragraphes suivants.

Des études précédentes sur les incertitudes liées à l'utilisation de la TSM ont montré que l'erreur de mesure augmentait quand θ tend vers zéro [Clarke *et al.*, 93] et qu'elle peut être réduite en augmentant le grossissement de l'image [Davidson *et al.*, 97]. Cependant peu d'études complètes ont été menées jusqu'à présent pour quantifier précisément et, a fortiori, corriger ces erreurs. C'est l'objet de ce paragraphe [Eberhardt *et al.*, 01].

4.1.3.1 Présentation de l'analyse 3D

Une nouvelle technique automatisée de mesure de la DOF par microscopie confocale à balayage laser (MCBL) a été développée ces deux dernières années [Eberhardt^a *et al.*, 01]. Une description succincte de cette approche est présentée ici (pour des informations plus complètes, le lecteur se référera à l'article cité).

Cette technique permet de faire des coupes "optiques", donc non destructives, de matériau semi-transparents. Elle permet donc de "suivre" individuellement chaque fibre sur une courte distance (typiquement $\Delta z = 20\mu\text{m}$) dans la matrice du composite. L'orientation de chaque fibre est calculée à partir de la mesure du déplacement de son centre, $(\Delta x, \Delta y)$, sur une distance connue, Δz , comme illustré sur la Figure 4.12. Le procédé de localisation et de suivi des centres des fibres a été entièrement automatisé, permettant l'établissement d'une large plage d'analyse (quelques mm) en quelques heures. Une étude d'incertitude sur la localisation du centre de la fibre a montré que cette technique fournissait des mesures de DOF avec une excellente précision: $\Delta\theta < 1,5^\circ$ (pour n'importe quel valeur de θ) et $\Delta\phi < 3^\circ$ (pour $\theta > 10^\circ$). Pour une discussion plus détaillée sur la mesure d'erreur avec la MCBL, on se référera à [Eberhardt^b *et al.*, 01]. On fera donc l'hypothèse, dans la suite du chapitre, que la MCBL donne la valeur de référence de θ .

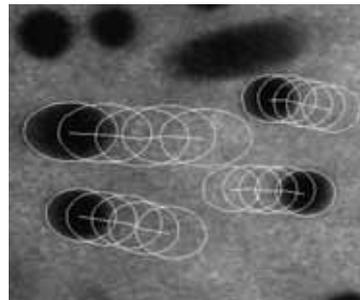


Figure 4.12: Illustration du procédé de suivi du centre de la fibre sur une distance de $\Delta z = 20\mu\text{m}$ par la technique de la MBL

4.1.3.2 Méthodologie

La MCBL ne donne pas seulement des images sub-surfaciques d'un échantillon; en mode réfléchi, elle permet aussi de donner des informations sur la surface. Celles-ci sont très proches de celles obtenues par microscopie optique. Les images obtenues en surface peuvent donc être analysées par la TSM ou la TMC. Les résultats ainsi obtenus pourront alors être confrontés à ceux obtenus par MCBL.

Le polyarylamide chargé à 30% de fibres de verre en poids a été analysé par les trois techniques. Une région de 1,6 mm x 1,8 mm et 5 sous-surfaces (couvrant une profondeur de $\Delta z = 20\mu\text{m}$) ont été analysées. L'orientation de chaque fibre individuellement a été calculée à l'aide des trois techniques. Des différences peuvent apparaître par le fait même que deux de ces techniques sont surfaciques (2D) et que la troisième est volumique (3D): une fibre peut être détectée en surface par à la fois la TSM et la TMC mais "oubliée" par la MBL si elle n'est présente que sur $10\mu\text{m}$ de profondeur et, inversement, les deux approches 2D peuvent échouer en distinguant deux fibres, parfaitement identifiées comme telles par l'approche 3D. Dans l'analyse présentée ici, seules les fibres prises en compte par les trois techniques sont retenues.

4.1.3.3 Résultats

Les résultats présentés ici ont été obtenus par C. Eberhardt et sont l'objet de deux publications complètes [Eberhardt^{a,b} *et al.*, 01].

La zone a été scannée en approximativement deux heures, et un peu plus de 3000 fibres ont été identifiées par les trois techniques. La position, l'orientation et les paramètres d'ajustement calculés propres à chaque technique sont enregistrées pour chaque fibre. Toutes les données sont filtrées.

La Figure 4.13 montre l'erreur² que l'on obtient dans la mesure de l'angle θ , $\Delta\theta_{TSM}$ par la TSM, qui est calculée pour chaque fibre suivant l'équation (4.16),

$$\Delta\theta_{TSM} = \theta_{TSM} - \theta \quad (4.16)$$

Les résultats sont enregistrés par secteurs, $0 < \theta < 10$, $10 < \theta < 20$, etc., avec la moyenne et la déviation standard de $\Delta\theta_{TSM}$ calculées pour chaque secteur. Quand θ s'approche de zéro, on remarque la présence d'une erreur systématique dans la TSM. Les barres d'erreur indiquent la déviation standard autour de la valeur moyenne, indiquant une erreur de mesure aléatoire associée avec la TSM. L'erreur décroît quand on applique un critère de filtrage (facteur de forme) plus strict, cependant le nombre de fibres a lui été divisé par deux pour aboutir à cette amélioration. Toutefois un tel critère peut s'avérer indésirable car les coupes de fibres très elliptiques occupent une surface plus importante dans le plan de coupe observé et, par conséquent, sont plus sujettes aux défauts. C'est ainsi qu'un facteur de forme trop strict va inévitablement fausser les angles mesurés.

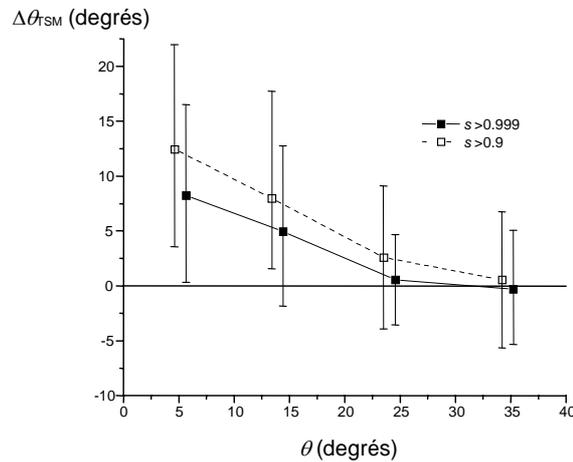


Figure 4.13: Calcul de l'erreur dans la détermination de l'orientation d'une fibre, θ_{TSM} par la technique des seconds moments pour deux facteurs de forme. La valeur de référence de θ a été déterminée par la MCBL.

La Figure 4.14 montre, de la même façon, l'erreur que l'on obtient dans la mesure de l'angle θ_{TMC} , $\Delta\theta_{TMC}$ par la TMC. Là encore, des erreurs de mesure et systématique sont observées. On applique de la même façon un facteur de forme strict réduisant aussi le nombre de fibres analysées par deux. Cette fois l'amélioration escomptée est beaucoup moins visible qu'avec la TSM, indiquant que le fittage obtenu par la TMC est moins sensible que cette dernière aux petits défauts de sections des fibres.

² Erreur due à la forme circulaire des fibres transformées en ellipses par le TSM

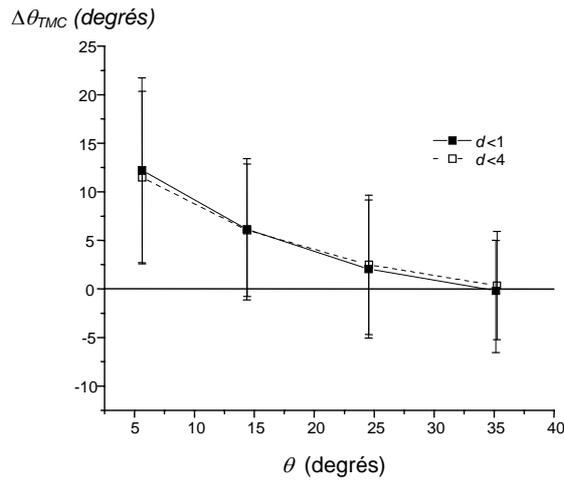


Figure 4.14: Calcul de l'erreur dans la détermination de l'orientation d'une fibre, θ_{TMC} par la technique des moindres carrés pour deux facteurs de forme. La valeur de référence de θ a été déterminée par la MCBL.

L'erreur dans l'angle ϕ_{TSM} , $\Delta\phi_{TSM}$ par la TSM est déterminée de la même manière que pour $\Delta\theta_{TSM}$; elle est calculée pour chaque fibre suivant l'équation (4.17),

$$\Delta\phi_{TSM} = \phi_{TSM} - \phi \tag{4.17}$$

La Figure 4.15 montre la moyenne et la variation de l'erreur dans la détermination de ϕ . La valeur moyenne, $\langle \Delta\phi_{TSM} \rangle$, montre des valeurs positives et négatives, représentatives d'une erreur systématique très faible. La déviation augmente de façon très importante lorsque θ tends vers zéro. Cependant, pour ces valeurs, il est important de noter que l'importance de l'angle ϕ décroît conjointement.

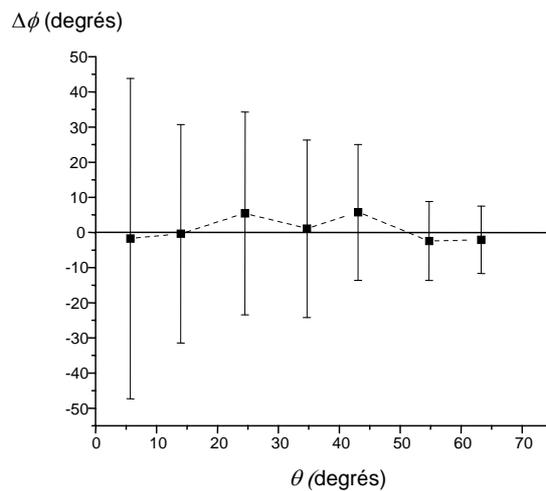


Figure 4.15: Calcul de l'erreur dans la détermination de l'orientation d'une fibre, ϕ_{TSM} par la technique des seconds moments. La valeur de référence de θ a été déterminée par la MCBL.

4.1.4 Correction des erreurs

Forts de ces quantifications précises, il est à présent possible de proposer des corrections

adaptées aux différents types d'erreurs répertoriés [Eberhardt^b *et al.*, 01].

4.1.4.1 Erreur de mesure

Pour obtenir l'erreur de mesure d'un groupe de fibres, la contribution de l'erreur de mesure de chaque fibre doit être prise en compte. L'erreur dans la détermination de la contribution de la fibre k au tenseur d'orientation est donnée par l'équation (4.18),

$$\left(\Delta a_{ij}^k\right)^2 = \left(\frac{\partial p_i^k p_j^k}{\partial \theta^k} \Delta \theta^k\right)^2 + \left(\frac{\partial p_i^k p_j^k}{\partial \phi^k} \Delta \phi^k\right)^2 \quad (4.18)$$

Cette équation s'appuie sur l'hypothèse que l'erreur en θ et l'erreur en ϕ ne sont pas corrélées. De l'analyse effectuée sur les données d'orientation de fibres obtenues à partir de la MCBL, ce facteur de corrélation est estimé d'ordre 10^{-2} , il sera donc négligé par la suite [Eberhardt^b *et al.*, 01]. Les erreurs dans la détermination de l'orientation d'une fibre, $\Delta \theta$ et $\Delta \phi$, ont été mesurées dans les paragraphes précédents. Elles peuvent être décrites par les fonctions suivantes (voir équation (4.19)), qui sont extraites des courbes expérimentales,

$$\begin{aligned} \Delta \theta &\leq f_m^\theta(\theta) \\ \Delta \phi &\leq f_m^\phi(\theta) \end{aligned} \quad (4.19)$$

Les équations (4.20), qui englobent approximativement les erreurs observées sur les figures Figure 4.13, Figure 4.14 et Figure 4.15, sont choisies pour décrire les erreurs en θ et ϕ (θ est exprimé en degré) :

$$\begin{aligned} f_m^\theta &= 19,6e^{\theta/27,6} \\ f_m^\phi &= 74,5e^{\theta/26,5} \end{aligned} \quad (4.20)$$

La fonction d'erreur du tenseur d'orientation d'un groupe de fibres est donnée par l'équation (4.21),

$$s_{a_{ij}}^2 = \frac{1}{n} \sum_{k=1}^n \left(\Delta(p_i^k p_j^k)\right)^2 = \frac{1}{n} \sum_{k=1}^n \left(\left(\frac{\partial p_i^k p_j^k}{\partial \theta^k} f_m^\theta(\theta^k)\right)^2 + \left(\frac{\partial p_i^k p_j^k}{\partial \phi^k} f_m^\phi(\phi^k)\right)^2 \right) \quad (4.21)$$

L'équation (4.21) n'est en réalité que la somme des composantes d'erreur pour chaque fibre prise individuellement: elle est donc simple à évaluer.

Afin de corriger les effets des angles biaisés, il est nécessaire d'utiliser un tenseur d'orientation pondéré (Cf. l'équation (4.11)). La fonction de pondération, F^k , est dépendante de l'orientation de la fibre, θ^k , ayant pour conséquence l'obtention d'une expression beaucoup plus complexe pour l'erreur standard du tenseur d'orientation pondéré. La formulation complète de cette expression suit la méthode décrite par [Mlekusch, 99], mais modifiée pour incorporer une

fonction de pondération différente [Eberhardt^b *et al.*, 01].

L'effet des erreurs de mesure sur le tenseur d'orientation a été étudié expérimentalement. La Figure 4.16 montre les composantes diagonales du tenseur d'orientation pour un échantillon de polyarylamide chargé à 30% présentant une structure cœur – peau, classique d'une pièce injectée. Les courbes sont issues de l'analyse d'environ 33000 fibres, après filtrage stricte.

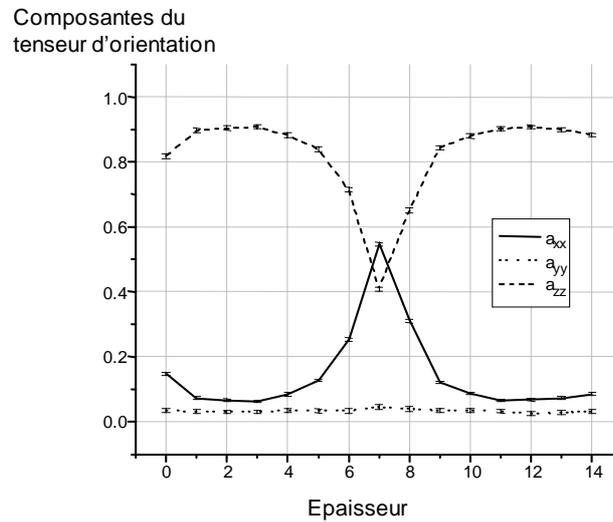


Figure 4.16: Composantes diagonales du tenseur d'orientation d'un échantillon extrait d'une pièce injectée. Les barres d'erreur traduisent l'erreur de mesure. X est la direction d'écoulement. Z est la direction dans l'épaisseur.

Les barres d'erreur traduisent l'erreur standard $s_{a_{ij}}$ du tenseur d'orientation. Bien que l'erreur de mesure dans la détermination de l'orientation d'une seule fibre soit importante, le fait de considérer un très grand nombre de fibres résulte en une erreur minime dans l'obtention du tenseur d'orientation moyen.

4.1.4.2 Erreur systématique

Il est important de noter que le tenseur d'orientation, représenté sur la Figure 4.16, a été calculé en ne tenant compte que de l'erreur de mesure aléatoire. Les Figure 4.13, Figure 4.14 et Figure 4.15 montrent elles que l'erreur systématique peut être très importante dans la mesure de θ , alors qu'elle est relativement faible dans la mesure de ϕ .

L'erreur standard dans la détermination du tenseur d'orientation doit donc être réécrite afin de tenir compte de l'erreur systématique. Sa nouvelle forme est donnée dans l'équation (4.22) :

$$s_{a_{ij}}^2 = \left(s_{a_{ij}}^2 \right)_m + \left(s_{a_{ij}}^2 \right)_s \quad (4.22)$$

Les indices m et s indiquent l'erreur de mesure et systématique, respectivement. L'erreur systématique peut être estimée à partir de la confrontation avec les données obtenues par la MCBL. La connaissance de l'erreur systématique que l'on fait lors d'une analyse 2D permettra de corriger l'orientation de chaque fibre individuellement et donc d'aboutir à un tenseur d'orientation plus juste.

La Figure 4.13 montre que l'erreur systématique n'est pas la même quelle que soit la fibre: elle dépend de la qualité de sectionnement de chaque fibre lors de la réalisation de la coupe dans l'échantillon. Typiquement la majorité des fibres vont avoir un facteur de forme compris entre

$0,99 < s < 0,999$, donc c'est uniquement dans cet intervalle, qu'on prendra en compte l'erreur systématique. La Figure 4.17 montre la relation entre θ_{TSM} et la "vraie" valeur de θ (i.e. mesurée par MCBL). La relation est approchée par la fonction exponentielle donnée par l'équation (4.23), où θ est exprimé en degré :

$$\theta_{TSM} = y + Ae^{\theta/t} \quad (4.23)$$

Avec, pour les constantes, les valeurs suivantes, $y=-21$, $A=36$ et $t=73$. L'équation (4.23), peut s'écrire sous la forme (4.24), permettant la correction de l'erreur systématique dans le calcul de θ_{TSM} .

$$\theta = t \ln \left(\frac{\theta_{SMT} - y}{A} \right) \quad (4.24)$$

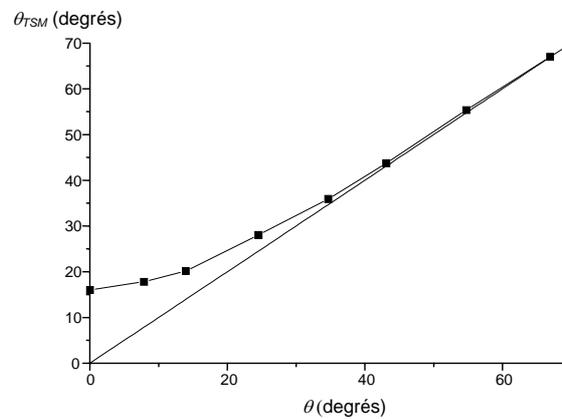


Figure 4.17: Erreur systématique dans la détermination de θ par la méthode des seconds moments.

La relation entre θ et θ_{TSM} a été établie à partir de l'analyse d'un type d'échantillon uniquement. On peut se demander si elle est transposable et applicable à d'autres matériaux, d'autres concentrations ou types de fibres. On peut déjà faire l'hypothèse que des échantillons où les fibres sont de même diamètre moyen et pour des mêmes résolutions d'analyse, devraient présenter des erreurs systématiques très proches. Afin de s'en assurer, un autre échantillon de PAA 30 a été testé en 2D et en 3D (MCBL). L'orientation alors mesurée à l'aide de la TSM a ensuite été corrigée à l'aide de l'équation (4.24): les résultats sont présentés sur la Figure 4.18. Il y a clairement une amélioration dans la précision de la mesure de l'orientation.

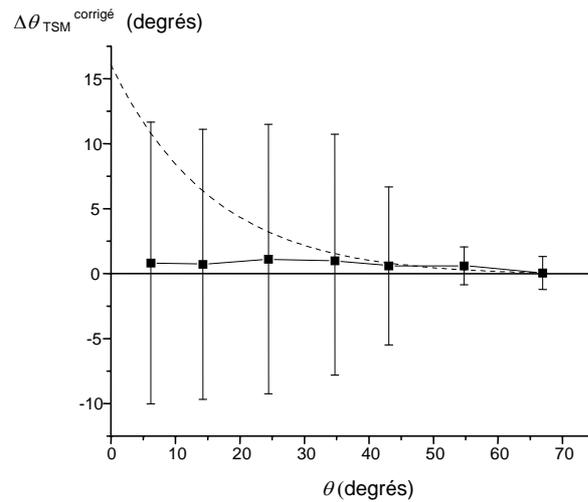


Figure 4.18: Estimation de l'erreur réalisée lors de l'analyse d'un échantillon différent en corrigeant l'erreur systématique à l'aide de l'équation (4.24). La ligne pointillée montre l'erreur moyenne de mesure avant correction.

La Figure 4.19 compare les composantes diagonales du tenseur d'orientation calculées à l'aide de la TSM corrigée et à l'aide de la MCBL.

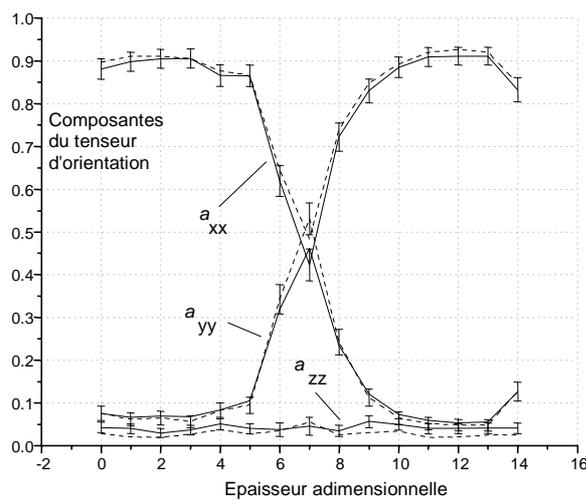


Figure 4.19: Composantes du tenseur d'orientation dans l'épaisseur: valeurs obtenues par MCBL (---) et valeurs corrigées (—)

Les barres d'erreurs ont été calculées à l'aide de l'équation (4.21), avec les formules suivantes (4.25) pour les erreurs de mesure et systématiques (θ en degré) :

$$\begin{aligned}
 f_m^\theta &= 8,2 - 0,08\theta \\
 f_s^\theta &= 1,5 \\
 f_m^\phi &= 74,5e^{\theta/26,5}
 \end{aligned}
 \tag{4.25}$$

L'erreur de mesure, f_m^θ , a été dérivée d'une régression linéaire sur la déviation standard de l'orientation corrigée, $\Delta\theta_{TSM}$, comme illustré sur la Figure 4.18. L'erreur systématique, f_s^θ , est une constante qui borne l'erreur moyenne dans l'orientation corrigée, $\langle\Delta\theta_{SMT}\rangle$. L'erreur en ϕ , est la même que celle donnée par l'équation (4.20).

4.1.4.3 Conclusion

Le développement récent d'une technique entièrement automatisée utilisant la microscopie confocale à balayage laser (MCBL) a permis de mesurer avec confiance l'orientation de fibres dans une pièce [Eberhardt^a *et al.*, 01]. Cette technique, qui s'avère toutefois plus longue et plus fastidieuse, est utilisée pour valider et corriger la technique d'analyse par microscopie optique en 2D [Eberhardt^b *et al.*, 01].

Deux techniques de dépouillement, la techniques des seconds moments (TSM) et celle des moindres carrés (TMC), ont été utilisées pour déterminer les paramètres des ellipses conduisant à l'orientation des fibres. Elles montrent toutes les deux des performances similaires. Elles nécessitent une préparation longue et minutieuse des surfaces d'observation. Il ressort que ces techniques d'analyse d'image 2D donnent des résultats d'orientation de fibres satisfaisants mais présentant une erreur systématique conséquente en θ . Cette erreur peut être réduite dans une certaine mesure en augmentant la résolution, en soignant tout particulièrement la phase de polissage et par un filtrage strict. Cependant on montre que pour les fibres perpendiculaires au plan de coupe ($\theta = 0^\circ$), elle ne peut être descendue en dessous de $\Delta\theta = 10^\circ$. Une méthode pour calibrer et corriger l'erreur systématique a été développée et de bons résultats sont atteints. Il semble que cette correction puisse être appliquée à un grand nombre d'échantillons si toutefois le diamètre et la qualité des fibres observées ne sont pas trop différentes.

La qualité des mesures (protocole opératoire optimisé, corrections établies à partir de l'approche 3D) ainsi que la rapidité du système développé (automatisation complète, calculs en parallèle) nous permettent de proposer une grande qualité de résultats de mesures d'orientation de fibres dans des pièces injectées et ce pour un grand nombre de conditions.

4.1.5 Résultats

4.1.5.1 Méthodologie

4.1.5.1.1 Le moule et son alimentation

Le moule utilisé est le moule plaque Moldflow présenté dans le chapitre 2 (voir Figure 4.20). Pour rappel, il s'agit d'une empreinte rectangulaire de 200 x 40 mm. La géométrie du système d'alimentation influence le déplacement du front d'écoulement et par conséquent l'orientation du polymère et des fibres notamment près du seuil. Le seuil utilisé est un seuil dit en "nappe" avec pour objectif d'obtenir un écoulement unidirectionnel et ce dès le début de l'empreinte.

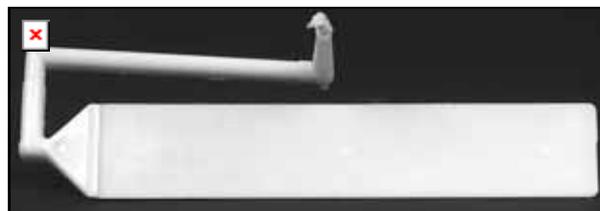


Figure 4.20: Photo de l'empreinte plaque et de son alimentation

La géométrie du moule est modulable de façon à tester plusieurs épaisseurs de plaques: 1,1; 1,7; 2; 3 et 5 mm. Les dimensions de la plaque et des canaux d'alimentation restent identiques. En revanche la géométrie du seuil varie puisqu'elle se compose d'un divergent dans le plan mais

(i) d'un convergent dans l'épaisseur pour les plaques de 1,1 et 1,7 mm et (ii) d'un divergent pour les plaques de 3 et 5 mm (Figure 4.21).

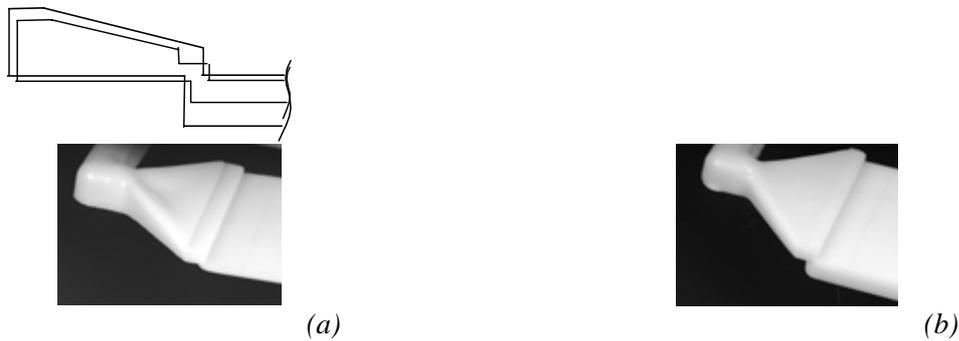


Figure 4.21: Détails des nappes d'alimentation de la plaque 1.7 mm (a) et 5 mm (b).

4.1.5.1.2 Matières

Les deux matières chargées étudiées sont deux grades de polyarylamide chargés à 30 et 50% (en poids) de fibres de verre courtes (longueur $\sim 150 \mu\text{m}$, diamètre $\sim 10 \mu\text{m}$) fournis par la société Solvay. Leur références respectives sont IXEF 1002 et 1022, respectivement. Ces matériaux sont des polymères techniques destinés aussi bien à l'industrie automobile (parties de filtres à huile, poignées de portes ...), électrique (connecteurs, supports de CD, téléphonie mobile ...) ou encore pour des pièces à usage domestique (têtes de rasoir, pièces de machines à coudre ...). Ils se distinguent plus particulièrement par: i) une très forte rigidité, ii) une très bonne résistance au fluage, iii) un excellent état de surface, iv) une reprise en eau faible et donc, au final, v) des conditions de mise en œuvre plus aisées. La température de moule de 130°C nécessite toutefois un équipement adapté. Les principales propriétés physiques, mécaniques et thermiques des polyarylamides 30 et 50% (notés dans la suite du texte PAA 30 et PAA 50, respectivement) sont réunies dans le Tableau 4.2.

Matériau		Polyarylamide 30%	Polyarylamide 50%
Notation		PAA 30	PAA 50
Propriétés physiques			
Densité	g/cm^3	1.43	1.64
Reprise en eau (24h, 23°C)	%	0.20	0.16
Propriétés mécaniques			
Module en tension	GPa	11.5	20
Module en flexion	GPa	11	18
Allongement à la rupture	%	2.0	1.9
Propriétés thermiques			
Coefficient d'expansion linéaire (à 23°C)	$10^{-5} \cdot \text{K}^{-1}$	1.8	1.5
Conductivité thermique	W/m/K	0.3	0.4

Tableau 4.2: Les principales propriétés des Polyarylamides 30 et 50%, respectivement, désignés par PAA 30 et PAA 50

4.1.5.1.3 Conditions d'injection

Les conditions d'injection étudiées sont réunies dans le Tableau 4.3. Les conditions dites "standard" sont notées en gras. Lorsque l'on fait varier l'épaisseur, le débit est conservé, donc les temps de remplissage ne sont pas identiques.

Paramètres				
Pression de maintien	MPa	45	15	85
Temps de maintien en pression	s	15	25	
Temps de refroidissement (hors temps de maintien)	s	15		
Débit d'injection	cm ³ /s	15	6	24
Température du moule	°C	130	80	
Température d'injection	°C	270		

Tableau 4.3: Conditions d'injections du PAA 30 et PAA 50 (les conditions dites "standard" sont en gras)

4.1.5.1.4 Zones d'analyse

Les différentes zones d'analyse choisies et leur distance par rapport à l'entrée de la plaque (après le seuil d'injection) sont indiquées sur la Figure 4.22. Les positions A, B et C sont au milieu de la plaque, la zone D est excentrée d'environ 15 mm. Les zones d'analyse font environ de 5 à 1,5 mm de large et pour épaisseur, celle de la pièce considérée (1,1, 1,7, 3 ou 5 mm). Toutes les coupes ont été effectuées dans le plan (y, z).

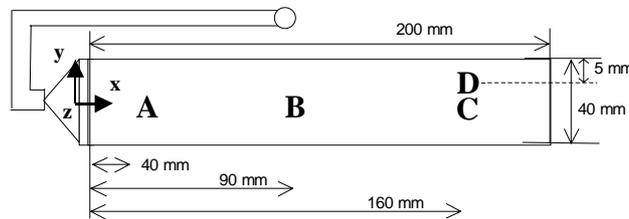


Figure 4.22: Positions dans la plaque des échantillons analysés et leurs distances par rapport à l'entrée de la plaque. Les coupes sont faites dans le plan (y, z)

Deux types de résultats obtenus à l'aide de l'analyse 2D, décrite dans le § 4.1.2 s'avèrent complémentaires.

(i) Dans un premier temps, l'analyse des données nous permet d'avoir une représentation graphique précise de la zone balayée. Chacune d'elle est divisée en un nombre déterminé de cadres rectangulaires, avec différents niveaux de gris (voir Figure 4.23 par exemple) suivant l'intensité de l'orientation dans la direction x , a_{xx} . Un cadre très clair indique une orientation privilégiée des fibres qu'il représente dans la direction x (i.e. la direction de l'écoulement). Cette représentation permet d'avoir une vue qualitative globale de la façon dont les fibres sont alignées dans cette région. A titre d'exemple, chacun des cadres de la coupe de la Figure 4.23 contient en moyenne une cinquantaine de fibres, soit un nombre total de soixante mille fibres. Les cadres complètement noirs, qui se trouvent en dehors de la zone de cœur, comme sur la Figure 4.25, Figure 4.26 et Figure 4.33, correspondent à des données non exploitables (mauvais contraste matrice/fibres, endommagement de la surface ou le balayage est en dehors de l'échantillon).

(ii) Ensuite, les résultats sont représentés par les composantes du tenseur d'orientation. La composante a_{zz} du tenseur d'orientation est, dans la majorité des cas, négligeable devant les composantes dans les deux autres directions ($a_{zz} \ll a_{xx}$ et a_{yy}). La quasi totalité des fibres est orientée dans le plan de la pièce, c'est à dire dans le plan (x, y). Ceci est dû à la géométrie de la pièce et au type d'écoulement. De plus, a_{ij} pour $i \neq j$ est très proche de 0. Puisque la somme des trois composantes est égale à un, la donnée d'une seule des deux autres composantes permet d'en déduire la dernière ($a_{yy} \cong 1 - a_{xx}$ si $a_{zz} \cong 0$). La distribution de a_{xx} dans l'épaisseur nous permet donc d'avoir une bonne représentation quantitative de la distribution d'orientation de fibres (DOF) dans cette même épaisseur.

Toutes les épaisseurs ont été adimensionnalisées de façon à pouvoir comparer librement les profils d'orientations entre eux. Dans la suite du document, on désignera la direction principale d'écoulement par DPE et la distribution d'orientation de fibre par DOF. L'ensemble des résultats présentés ici sont des résultats corrigés (correction de l'erreur systématique et de mesure).

4.1.5.2 Etude du cas standard

On désigne par "cas standard", une plaque d'épaisseur 1,7 mm, moulée dans des conditions d'injection dites standard, comme indiqué dans le Tableau 4.3 (valeurs en gras). Ces conditions sont très proches de celles qu'on utilise industriellement. Et on s'intéressera ici à la position C, vers le bout de la plaque (Figure 4.22).

4.1.5.2.1 Cas standard pour le PAA 50

Sur la Figure 4.23, sont représentées conjointement la DOF pour le PAA 50 et sa représentation graphique. Cette dernière permet de distinguer une zone de cœur discontinue (cadres sombres) très fine au milieu de la plaque, dans laquelle les fibres sont orientées transversalement à la direction d'écoulement (x). L'ensemble de la zone est toutefois principalement orientée dans le sens de l'écoulement (cadres clairs). La DOF montre des valeurs comprises entre 0,7 et 0,9, sans zone de cœur.



Figure 4.23: Illustration de la zone de cœur intermittente orientée transversalement et DOF moyenne (a_{xx}) pour le PAA 50

Le non accord entre les deux représentations en cœur peut s'expliquer par:

(i) D'abord, comme illustré sur la Figure 4.24, la DOF présentée est une moyenne effectuée sur la zone d'analyse totale³ (trait plein), c'est à dire que les parties où il n'y a plus de zone de cœur rentrent en compte pour le calcul de l'orientation dans cette zone.



Figure 4.24: Illustration de la difficulté à prendre en compte la zone de cœur intermittente, orientée transversalement: analyse globale (—) et analyse locale (---)

Si on fait une analyse plus locale (traits pointillés sur la même figure), alors on a une idée

³ La mesure globale est une moyenne effectuée à partir de toutes les colonnes analysées

différente de la DOF. On voit que dans cette région les fibres sont orientées légèrement transversalement à cœur ($a_{xx}=0,35$).

(ii) La deuxième source de non accord provient du fait que cette zone de cœur intermittente peut osciller aussi légèrement dans l'épaisseur. Même si cette oscillation est faible, elle a pour conséquence de surestimer la largeur de la zone de cœur lorsqu'on fait une mesure globale. Cet artefact est illustré sur la Figure 4.25, où on montre les mesures effectuées localement en trois positions différentes de la zone de cœur (traits fins) et une enveloppe de ces trois courbes (trait gras).

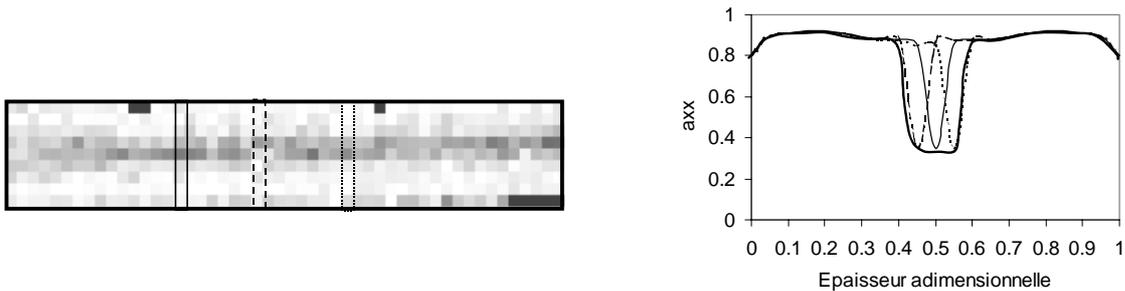


Figure 4.25: Illustration de la difficulté à estimer précisément la largeur de la zone de cœur dans le cas d'une zone de cœur intermittente: DOF moyenne pour trois analyses locales à différents endroits du cœur discontinu

L'interprétation des résultats à partir de la DOF moyenne seule n'est donc pas toujours suffisante. On comprend bien, ici, l'intérêt de lui associer une représentation graphique appropriée. Dans la suite de la discussion, c'est la DOF moyenne qui sera présentée sauf si elle n'offre pas une représentation correcte et/ou assez complète de l'orientation des fibres dans la zone analysée.

4.1.5.2.2 Cas standard pour le PAA 30

La représentation graphique et la DOF (a_{xx}) pour le PAA 30, dans un cas standard, sont indiquées sur la Figure 4.26. Là encore, la zone de cœur revêt un caractère intermittent mais, néanmoins, beaucoup moins marqué que pour le PAA 50. D'une part la zone de cœur est deux à trois fois plus large et, d'autre part, les zones où la zone de cœur ne semble plus être présente sont largement minoritaires. Globalement, la DOF moyenne (Figure 4.26) fait logiquement apparaître une zone de cœur plus nette, où les fibres sont, en moyenne, orientées de façon isotrope dans le plan de la pièce.

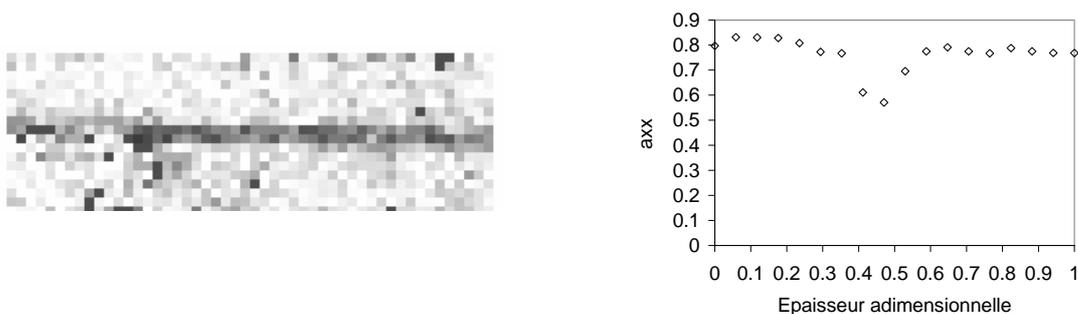


Figure 4.26: Représentation graphique et DOF moyenne pour le PAA 30 dans des conditions d'injection

standards

4.1.5.3 Influence des paramètres d'injection

Afin de faciliter la lecture des figures qui suivent, les cas standards seront représentés par les marques (Δ).

4.1.5.3.1 Effet de la pression de maintien

Pour les deux grades de PAA, l'influence de la pression de maintien sur la DOF dans l'épaisseur est représentée sur la Figure 4.27.

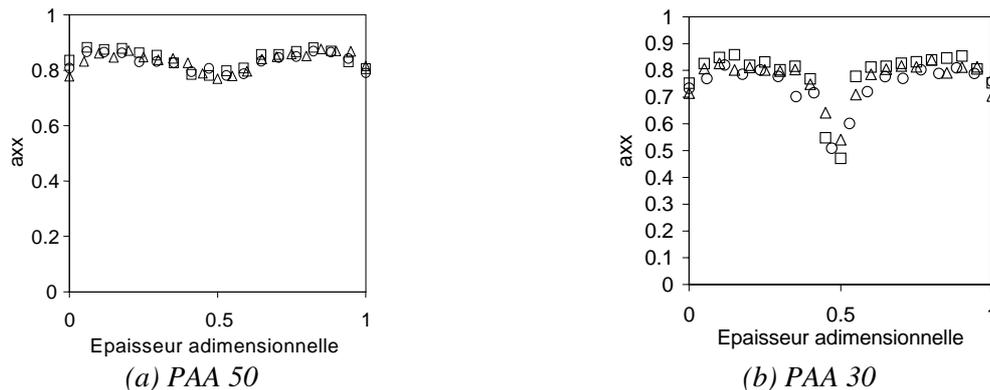


Figure 4.27: Effet de la pression de maintien sur le profil d'orientation pour une plaque de 1.7 mm; 15 (\square), 45 (Δ) et 85 (\circ) MPa pour le PAA 50 (a) et le PAA 30 (b)

Pour les deux grades de PAA, l'influence de la pression de maintien est minime. On ne peut pas dégager de réelle influence sur la DOF. Cela tendrait à prouver que le léger écoulement pendant cette phase n'a pas modifié de façon visible l'orientation dans la pièce.

4.1.5.3.2 Effet de la vitesse d'injection

Pour les deux grades de PAA, l'influence de la vitesse d'injection sur la DOF dans l'épaisseur est représentée sur la Figure 4.28.

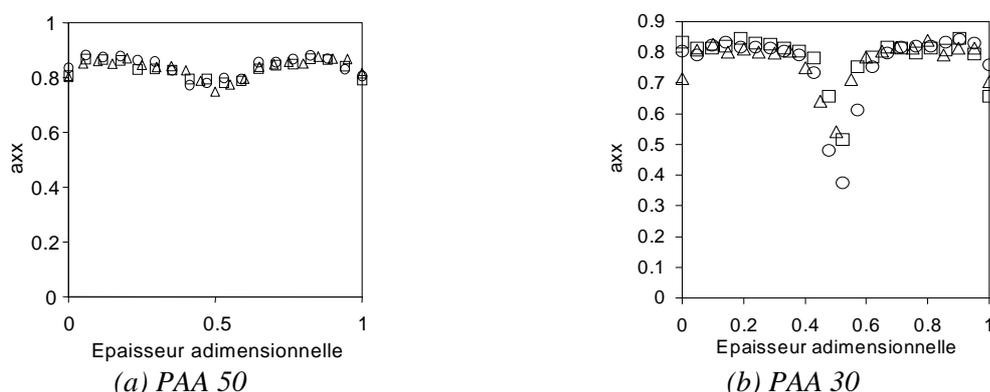


Figure 4.28: Effet de la vitesse d'injection sur la DOF; $V=6$ (\circ), $V=15$ (Δ) et $V=24$ (\square) $\text{cm}^3 \cdot \text{s}^{-1}$ pour le PAA 50 (a) et le PAA 30 (b)

Pour le PAA 50, l'influence de la vitesse d'injection est nulle. Pour le PAA 30, l'influence n'est sensible que pour une vitesse d'injection faible ($6 \text{ cm}^3 \cdot \text{s}^{-1}$); le fait de diminuer celle-ci a pour effet d'orienter les fibres du cœur de façon plus transverse à la DPE que pour les autres vitesses

(0,35 contre 0,51). La largeur du cœur reste inchangée. Ces résultats sont en accord avec les observations de Gupta *et al.* (93), avec l'avantage, ici, de quantifier cet effet. Il est difficile d'expliquer cela, car deux phénomènes sont en concurrence quand la vitesse d'injection diminue: d'une part le taux de cisaillement diminue, mais d'autre part l'épaisseur de la couche solidifiée pendant le remplissage augmente et donc le cisaillement dans les couches encore liquide. Il semble donc ici que le second phénomène prédomine.

4.1.5.3.3 Effet de la température de moule

Pour les deux grades de PAA, l'influence de la température du moule sur la DOF dans l'épaisseur est représentée sur la Figure 4.29.

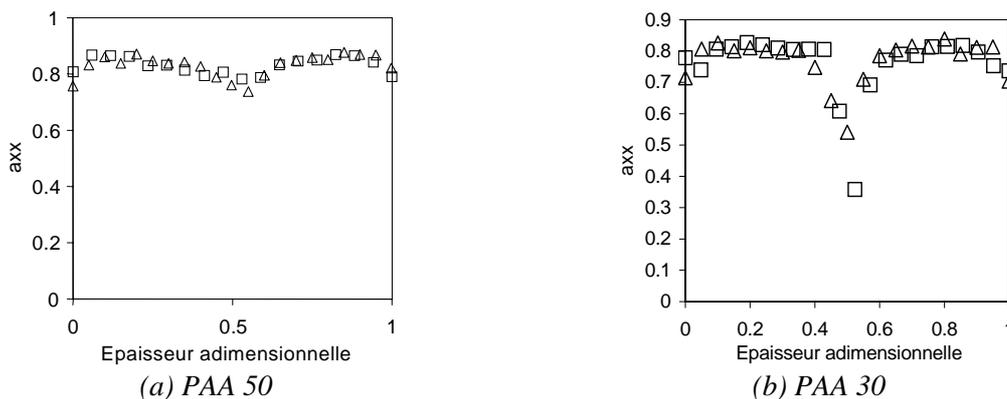


Figure 4.29: Effet de la température du moule sur la DOF pour une plaque de 1.7 mm; 80°C (□) et 130°C (Δ) pour le PAA 50 (a) et le PAA 30 (b)

Là encore, l'influence de la température du moule sur la DOF pour PAA 50 est nulle. En revanche pour le PAA 30, le fait de baisser la température du moule a pour effet d'orienter les fibres du cœur de façon plus transverse à la DPE. Dans ce cas aussi, la largeur du cœur reste inchangée. En baissant la température du moule, on peut penser que l'épaisseur des gaines solides augmente, et donc le taux de cisaillement dans ce qui reste de fluide. Les fibres devraient donc être mieux orientées parallèlement à la DPE. Cependant, à « faible » température de moule, le polyarylamide ne cristallise que fort peu, et il est possible paradoxalement qu'au contraire l'épaisseur solidifiée soit plus faible, expliquant les tendances mesurées.

4.1.5.4 Influence de la position dans la plaque

4.1.5.4.1 Dans la direction de l'écoulement

Pour les deux grades de PAA, l'influence de la position dans la direction de l'écoulement sur la DOF est représentée sur la Figure 4.30.

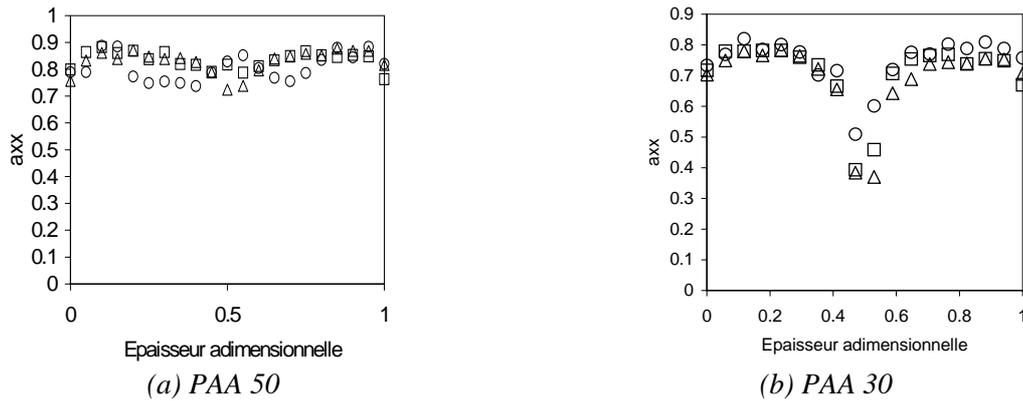


Figure 4.30: Variations de la DOF pour les positions A (o), B (□) et C (Δ) de la plaque pour le PAA 50 (a) et le PAA 30 (b)

Pour le PAA 50, la DOF reste globalement pratiquement inchangée; on note cependant une orientation dans la DPE un peu moins marquée à l'entrée de la plaque (i.e. position A), à cœur, pour l'ensemble des couches sauf dans l'épaisseur, où c'est l'effet inverse qui se produit avec un cœur mieux orienté dans la DPE. Entre les positions B et C, la DOF n'évolue plus.

Les effets sont à peu près similaires pour le PAA 30, avec en A un cœur plus orienté dans la DPE et peu d'évolution de la DOF après la position B.

4.1.5.4.2 Dans la direction perpendiculaire à l'écoulement

Pour le PAA 50, l'influence de la position dans la direction perpendiculaire à l'écoulement est représentée sur la Figure 4.31. On présente, en parallèle, leurs représentations en niveau de gris dans le plan (y,z) pour les deux positions analysées.

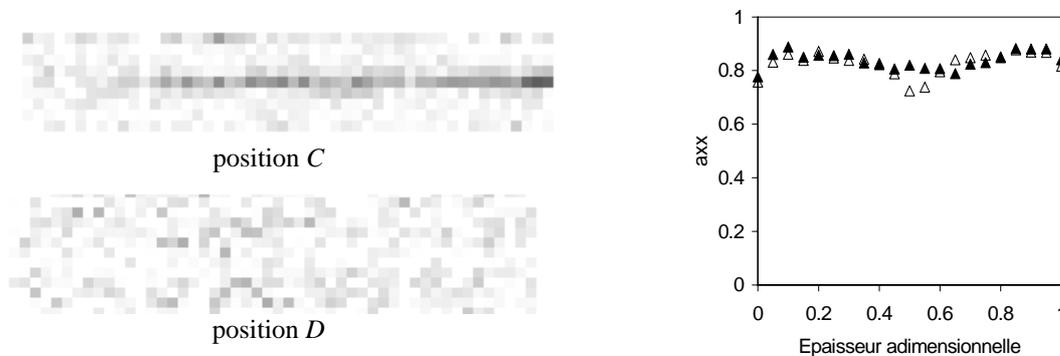


Figure 4.31: Variations de la DOF et représentations graphiques correspondantes pour les positions C (Δ) et D (▲) de la plaque pour le PAA 50

En passant de la position C à la position D, le cœur intermittent disparaît totalement: toutes les fibres sont orientées dans la DPE ($a_{xx}=0,8$). Près du bord la vitesse est pratiquement nulle et donc le cisaillement dans le plan est non négligeable. Ceci a pour effet d'aligner les fibres dans le sens de la DPE. D'autres influences viennent se rajouter comme l'effet « saut à la perche » (voir paragraphe 4.2.2.5.3) qui peut jouer sur le taux de concentration de fibres mais aussi sur l'alignement des fibres dans cette zone.

Pour le PAA 30, l'influence de la position dans la direction transverse à l'écoulement est représentée sur la Figure 4.32.

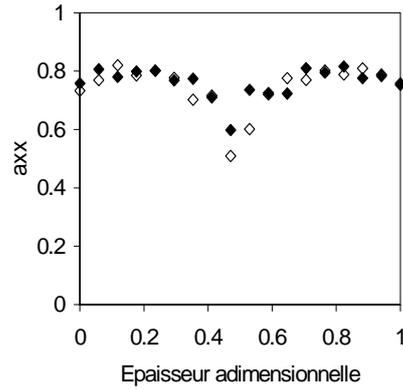


Figure 4.32: Variations de la DOF (a_{xx}) pour les positions C (◇) et D (◆) de la plaque pour le PAA 30

Mêmes causes mêmes effets dans le cas du PAA 30 à la différence que la quantité de fibres à ré-aligner dans la DPE est beaucoup moins importante que dans le cas du PAA 50.

4.1.5.5 Influence de l'épaisseur de la plaque

Sur la Figure 4.33, sont représentées conjointement les variations de la DOF pour les différentes épaisseurs de cavité analysées (1,1, 1,7, 3 et 5 mm) et leurs représentations en niveau de gris respectives dans le plan (y, z) pour le PAA 50. Le caractère intermittent de la zone de cœur disparaît pour des épaisseurs de plaque supérieures ou égales à 3 mm, la zone de cœur étant alors présente quelle que soit la position dans la plaque.

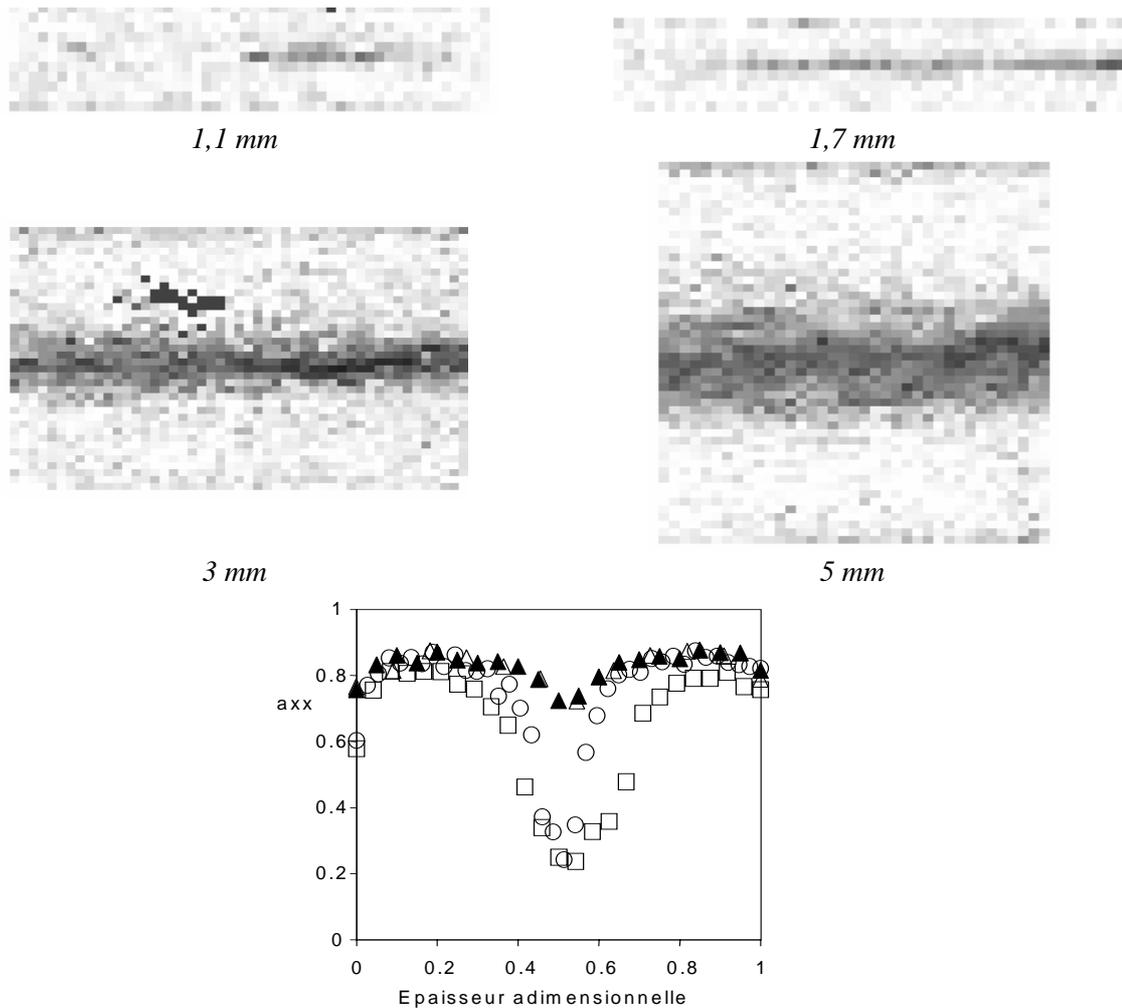


Figure 4.33: Variations, pour le PAA 50, de la composante a_{xx} et représentations graphiques dans le plan (y, z) pour les différentes épaisseurs de la cavité: 1,1 (\blacktriangle), 1,7 (\triangle), 3 (O) et 5 (\square) mm

L'épaisseur de la cavité apparaît clairement comme le paramètre clé quant à la DOF dans la pièce. Pour des épaisseurs de cavités inférieures à 3 mm, le PAA 50 ne présente pas de structure cœur – peau. A partir d'une épaisseur de 3 mm et au delà, la morphologie est complètement différente avec l'apparition d'une structure cœur – peau qui est continue, avec une zone de cœur fortement orientée de façon transverse à la DPE et qui s'élargit quand on augmente l'épaisseur de la cavité.

Sans tests supplémentaires sur les plaques d'épaisseurs intermédiaires, nous ne sommes pas en mesure de conclure quant à l'existence d'une "épaisseur critique" qui détermine un changement brutal des mécanismes d'orientation ou si, au contraire, la variation se fait progressivement.

4.1.5.6 Influence du taux de fibres

L'influence du taux de fibres sur la DOF dans l'épaisseur pour les deux grades de PAA est représentée sur la Figure 4.34.

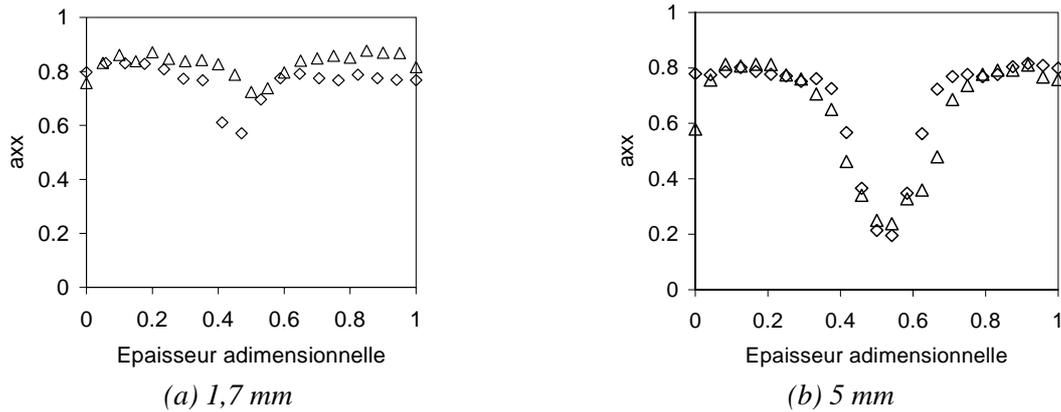


Figure 4.34: Coupe dans le plan (y, z) pour le PAA 50 (Δ) et le PAA 30 (\diamond), en position C, pour les plaques d'épaisseurs 1,7 mm (a) et 5 mm (b)

Pour une épaisseur importante, les deux grades présentent quasiment la même DOF. La différence entre les deux matériaux se fait réellement ressentir pour les épaisseurs faibles, où, dans le cas du matériau le moins chargé, on a apparition d'une zone de cœur d'orientation isotrope.

4.1.5.7 Etude de l'orientation dans le seuil d'injection

La Figure 4.35 montre l'orientation observée dans une coupe réalisée directement dans le seuil de la plaque, 10 mm en amont de l'entrée de la plaque, environ au centre de la zone divergente triangulaire.

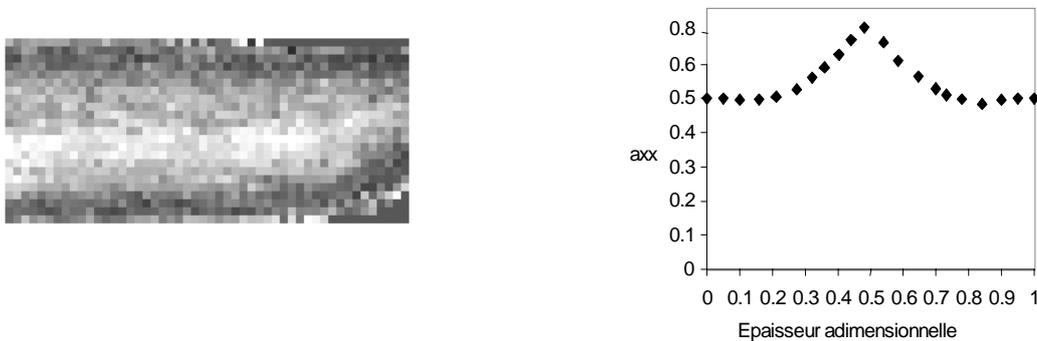


Figure 4.35: Orientation des fibres et sa représentation graphique (\blacklozenge) dans le seuil d'injection pour le PAA 50

On montre que l'orientation est inversée par rapport au reste de la plaque (le cœur est orienté dans la direction de l'écoulement). On montre ainsi que malgré la forte concentration en fibres, les interactions entre fibres n'empêchent pas les fibres d'effectuer leur rotation et de s'organiser perpendiculairement à la direction principale d'écoulement (DPE) lorsqu'on est en présence d'un écoulement élongationnel, comme c'est le cas dans la région du seuil qui présente un divergent. Le phénomène d'interaction entre les fibres, seul, ne permet pas d'expliquer le caractère discontinu du cœur.

4.1.5.8 Mesures de densité de fibres

Le logiciel nous permet de compter les fibres analysées⁴: il nous est donc possible de tracer

⁴ On tient évidemment compte, ici, du fait que la probabilité de couper une fibre perpendiculaire à la surface est plus importante que de couper une fibre faisant un angle θ (cf. (4.10)).

les variations de densité relatives de fibres⁵ dans l'épaisseur pour le PAA 50, d'une part, pour une plaque de 1,7 mm et de 5 mm d'épaisseurs (Figure 4.36-a) et, d'autre part, pour une plaque de 1,7 mm, la variation de distribution de densité entre deux positions dans la plaque (Figure 4.36-b).

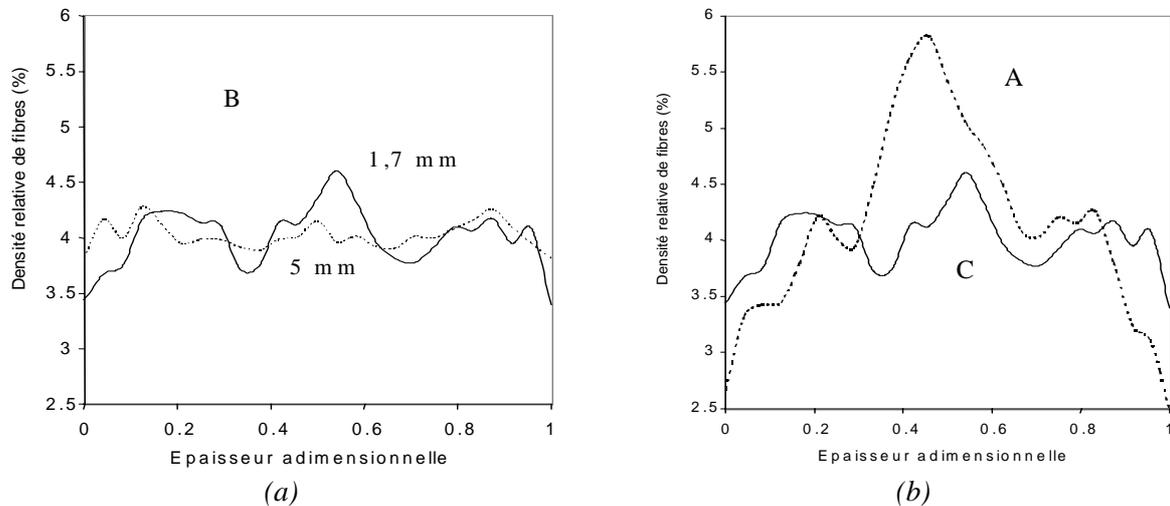


Figure 4.36: Variations de densités de fibres dans l'épaisseur pour le PAA 50: (a) pour une plaque 1,7 (—) et 5 (---) mm d'épaisseur en position B et (b) pour une plaque de 1,7 mm, en position A (---) et en position C (—)

La distribution de fibres est beaucoup plus homogène dans le cas d'une épaisseur importante, même si dans les deux cas on retrouve un profil dans l'épaisseur relativement similaire (Figure 4.36-a): la densité de fibres chute sensiblement en peau, on a ensuite un premier pic de densité dans les couches intermédiaires et enfin la quantité de fibres est plus importante en cœur. Pour la plaque de 1,7 mm, on a réellement une différence importante de densité entre l'extrême peau et les premières couches intermédiaires: on peut expliquer ce phénomène par les interactions avec la paroi (effet "saut à la perche") qui a pour effet d'éloigner les fibres (cf. § 4.2.2.5.3). Ces fibres viennent grossir le nombre de celles qui se trouvent en zone intermédiaire.

Sur la Figure 4.36-b, l'influence de la position dans la plaque est remarquable: près du seuil (en A) la densité augmente de la peau vers le cœur de façon quasi linéaire (il y a deux fois plus de fibres en cœur qu'en peau !). On peut attribuer ce phénomène à la migration latérale (dans l'épaisseur de la cavité) des fibres au front de matière. A cet effet peut venir s'ajouter le phénomène de migration vers les zones à faible cisaillement.

4.1.6 Synthèse

Pour des épaisseurs de cavités inférieures à 3 mm, le PAA 50 présente une structure cœur – peau qui mérite à peine ce nom puisque constituée d'une zone de cœur très fine et discontinue au milieu d'une majorité de fibres très fortement alignées dans la DPE. Cette zone de cœur est plus présente au début de la cavité, près du seuil, et au centre de celle-ci. Elle disparaît totalement au bout de la plaque et près des bords. A partir d'une épaisseur de 3 mm, le PAA 50 présente une structure cœur – peau continue, avec une zone de cœur qui s'élargit quand on augmente l'épaisseur de la cavité. Enfin, globalement, sa DOF n'est sensible à aucun paramètre d'injection.

⁵ On divise arbitrairement l'épaisseur en un certain nombre de couches et la densité relative est égale au nombre de fibres obtenu dans chaque couche divisé par le nombre de fibres total.

Pour des conditions d'injection similaires, le PAA 30 présente, lui, une structure cœur – peau dont le caractère discontinue est nettement moins marqué. Contrairement au PAA 50, cette zone de cœur est visible quel que soit l'endroit de la plaque analysé. Le caractère discontinu disparaît aussi complètement pour des épaisseurs supérieures à 3 mm. A partir de cette épaisseur la DOF dans le PAA 30 est pratiquement identique à celle mesurée dans le PAA 50 et, de la même façon, la zone de cœur s'élargit entre 3 et 5 mm. En revanche, quelles que soient les conditions d'injection, la zone de cœur est de largeur identique et les fibres y sont mieux orientées (transversalement à la DPE) quand on diminue la vitesse d'injection ou la température du moule.

Les paramètres clés sont donc l'épaisseur de la cavité et le taux de concentration en fibres. Il est difficile de parler d'épaisseur critique car nous n'avons pas étudié d'épaisseurs intermédiaires entre 1,7 et 3 mm. Il apparaît, donc, qu'en dehors des mécanismes conventionnels (cisaillement, élongation) qui ont lieu en injection, d'autres phénomènes (interaction entre fibres, fibres/parois, effets de bords, déplétions) peuvent intervenir dans les cas⁶ où la longueur caractéristique de la fibre (i.e. sa longueur si on raisonne en terme de rotation) n'est plus négligeable devant l'épaisseur de la cavité.

4.2 Modélisation de l'orientation des fibres

4.2.1 Introduction

Tout autant que la prédiction du remplissage, du compactage et du refroidissement, la prédiction de l'orientation des fibres est une étape déterminante dans le processus de calcul des propriétés mécaniques et thermiques donc des contraintes et déformations résiduelles dans la pièce. Elle permet d'étendre de façon importante les capacités des logiciels de CAD pour l'injection des matières plastiques renforcées et les rendre compétitifs. A partir du moment où l'on peut prédire la distribution d'orientation de fibres lors d'une analyse du remplissage, les propriétés mécaniques et thermophysiques du composite peuvent être estimées, avec une bonne précision, à partir du tenseur d'orientation [Gupta et Wang, 93].

La rhéologie des dispersions de fibres et les interactions entre fibres et écoulement ont été le sujet d'études poussées ces dernières années [Papathanasiou et Guell, 97]. L'objectif du premier paragraphe (4.2.2) n'est pas de faire une revue exhaustive mais de lister, brièvement, les outils dont on dispose aujourd'hui pour prédire l'orientation des fibres dans le cas de pièces injectées en thermoplastiques. On s'attardera, par contre, plus en détail, dans le § 4.2.3, sur les modèles utilisés dans Moldflow. Le lecteur plus intéressé se référera à [Phan-Tien et Zheng, 97].

4.2.2 Modélisation de l'orientation des fibres

4.2.2.1 Fibre unique : modèle de Jeffery

Les premières approches pour prédire l'orientation des fibres lors de l'injection d'un polymère dans une cavité sont basées sur la solution de l'équation de Jeffery⁷ obtenues à partir d'une détermination découplée des vitesses d'écoulement. On obtient des moyennes statistiques de l'orientation dans chaque point du domaine étudié en moyennant de façon appropriée les

⁶ ... de plus en plus fréquents dans l'industrie de l'injection plastique, où les épaisseurs de pièces sont en constante diminution.

⁷ qui décrit le mouvement d'une fibre, petite devant les dimensions de l'écoulement, dans un fluide newtonien.

orientations de chacune des fibres. Cette approche est détaillée dans [Frahan *et al.*, 92]. Bien que conceptuellement simple, cette approche nécessite finalement des temps de calculs importants [Bay et Tucker, 92b]. Mais le plus gros désavantage reste que l'effet de l'interaction entre les fibres sur leurs orientations ne peut être pris en compte par ce type de modèle. De nombreux travaux récents montrent que la physique d'interactions entre fibres est cruciale dans la compréhension de l'orientation et du mouvement des fibres [Papathanasiou et Guell, 97]. L'écart entre l'orientation prédite par la théorie de Jeffery et celle observée expérimentalement grandit avec la concentration en fibres.

4.2.2.2 Ensemble de fibres : modèle de Folgar-Tucker.

L'évolution de l'état d'orientation dans une suspension de fibres non diluée⁸ peut être modélisée comme un processus de diffusion basé sur les hypothèses suivantes: toutes les fibres en suspensions sont des cylindres rigides de longueur et de diamètres égaux, les centres des particules sont distribués de façon homogène dans un liquide Newtonien, les seules forces qui agissent sur les fibres sont dues au liquide et aux interactions entre fibres. Si le changement d'orientation d'une fibre à cause de ces interactions est considéré comme une variable aléatoire et si on la superpose avec l'effet hydrodynamique sur le champ d'écoulement, on obtient alors l'équation (4.26) pour la vitesse angulaire d'une fibre,

$$\dot{p} = -(\omega \cdot p) + \lambda(D : p - D : p p p) - D_r \frac{1}{\psi} \frac{\partial \psi}{\partial p} \quad (4.26)$$

Où ω est le tenseur de rotation, D_{ij} est le tenseur de vitesse de déformation, $\lambda = (a_r^2 - 1) / (a_r^2 + 1)$ où a_r est le facteur de forme de la fibre (rapport longueur sur diamètre) et D_r est un coefficient de diffusion qui modélise l'effet de l'interaction entre fibres sur leur vitesses angulaires. Cette équation est identique à celle qui décrit un mouvement Brownien. Ce sujet a été traité par de nombreux auteurs. Ce qui fait que de nombreuses solutions ont été proposées pour ce problème. Bien que les fibres aient été modélisées comme non-Browniennes, les interactions introduisent un effet comparable à celui d'une diffusion en rotation introduite par un mouvement Brownien.

Si on pose D_r nul, ce qui revient à négliger les interactions entre les fibres, on retombe sur l'équation de Jeffery pour la vitesse angulaire d'une fibre. On voit que l'expression pour la vitesse angulaire n'est pas seulement fonction de l'orientation de la fibre mais aussi fonction de l'état d'orientation local de la suspension. L'effet du terme de diffusion est qu'il rend aléatoire l'état d'orientation, là où l'écoulement aurait tendance à orienter les fibres. Plus la valeur de D_r augmente et plus l'état d'orientation est aléatoire. Le paramètre D_r contient à la fois l'effet de l'écoulement et de la suspension. Folgar (83) a montré que, pour beaucoup d'écoulement simples (cisaillement simple ou élongationnel), le phénomène d'interaction était proportionnel à la vitesse de déformation. C'est pourquoi, dans le modèle de Folgar-Tucker, l'effet de l'écoulement est introduit par la vitesse de déformation généralisée, $[\dot{\gamma}]^2 = 2 D_{ij} D_{ij}$,

⁸ Usuellement, on classe les suspensions de fibres en trois régimes de concentration volumique ϕ en fonction du facteur de forme de la fibre, a_r , défini comme le rapport de la longueur L sur le diamètre d de la fibre: dilué $\phi < 1/a_r^2$, semi-concentré $1/a_r^2 < \phi < 1/a_r$ et concentré $\phi > 1/a_r$.

$$D_r = C_I [\dot{\gamma}] \quad (4.27)$$

Où C_I est un nombre sans dimensions qui modélise l'effet des paramètres de la suspension sur l'intensité des interactions entre les fibres. On voit bien que quand l'écoulement cesse, l'interaction devient nulle ($[\dot{\gamma}] = 0$).

De tels modèles ont permis d'étendre le calcul d'orientation des fibres aux cas des solutions semi-concentrées et concentrées [Tucker et Advani, 94]. La seule grosse incertitude provient du choix de la valeur de C_I .

4.2.2.3 Utilisation du tenseur d'orientation

L'utilisation d'équations d'évolution pour les tenseurs d'orientation est apparue comme la méthode la plus efficace et a été adoptée par de nombreux auteurs [Papathanasiou et Guell, 97]. La principale raison pour utiliser les tenseurs d'orientation (au lieu de ψ) pour décrire l'orientation des fibres est le gain considérable en temps de calculs [Bay et Tucker, 92a].

Les composantes du tenseur d'orientation du second ordre, a_{ij} , sont définies par l'équation (4.28),

$$a_{ij} = \langle p_i p_j \rangle = \int \psi(p) p_i p_j dp = \int_{\theta=0}^{\pi} \int_{\phi=0}^{2\pi} p_i p_j \psi(\theta, \phi) \sin \theta d\theta d\phi \quad (4.28)$$

En utilisant l'équation (4.26), on en déduit l'équation d'évolution du tenseur d'orientation résultante donnée par l'équation (4.29) [Tucker et Advani, 94],

$$\frac{Da_{ij}}{Dt} + (\omega_{ij} a_{kj} - \omega_{kj} a_{ik}) = \lambda (D_{ik} a_{kj} + a_{ik} D_{kj} - 2D_{kl} a_{ijkl}) + 2C_I [\dot{\gamma}] (\delta_{ij} - \alpha a_{ij}) \quad (4.29)$$

Où δ_{ij} est le symbole de Kronecker et α , une constante, égale à 3 pour une orientation tridimensionnelle et à 2 pour une orientation dans le plan (satisfaisant la condition $\text{Tr}(\mathbf{pp})=1$). La partie gauche de l'équation (4.29) est la dérivée de Jauman de a_{ij} et prends en compte le fait que l'orientation des fibres est transportée par convection dans le fluide.

L'équation contient le tenseur d'orientation du quatrième ordre, a_{ijkl} . La dérivation d'un tenseur du quatrième ordre conduit à un tenseur du sixième ordre etc ... Il est donc nécessaire d'utiliser une approximation de fermeture qui sert à exprimer un tenseur d'un ordre supérieur, le tenseur du quatrième ordre dans notre cas, en fonction d'un tenseur d'un ordre inférieur, ici un tenseur du second ordre. De nombreuses approximations ont été développées depuis ces vingt dernières années. Parmi celles-ci, certaines sont très simples comme l'approximation quadratique employée par Doi (81), exacte pour des fibres parfaitement alignées et l'approximation linéaire, exacte pour des fibres réparties au hasard. Les plus utilisées sont l'approximation hybride qui combine les deux précédentes [Advani et Tucker, 87] et composites [Hinch et Leal, 76] ou, plus récemment, l'approximation orthotrope [Cintra et Tucker, 95]. Schématiquement, on peut dire que la validité du type d'approximation va dépendre du type d'écoulement et du degré d'alignement des fibres [Zheng *et al.*, 99]. A l'aide de l'une de ces approximations, il est donc possible d'intégrer l'équation (4.29) et de déterminer l'évolution de l'orientation dans un écoulement tridimensionnel avec ($C_I > 0$) ou sans ($C_I = 0$) prise en compte de l'interaction entre fibres.

4.2.2.4 Détermination de C_I

En première approximation, la valeur de C_I a d'abord été considérée comme une constante, indépendante de l'état d'orientation. Des confrontations entre les résultats expérimentaux et les modèles pour différents types de suspensions ont permis d'évaluer les valeurs de C_I . Parmi les études les plus significatives, on peut noter les différentes approches suivantes.

En introduisant leur modèle de diffusion rotationnelle (cf. équation (4.26)), Folgar et Tucker (84) ont émis l'idée que la valeur de C_I était susceptible d'augmenter avec le facteur de forme et/ou avec la concentration en fibres, parce que dans ce(s) cas l'intensité et le nombre d'interactions entre fibres augmentent. Ranganathan et Advani (91) ont démontré que ce prémisses n'était valable que dans le cas d'une solution semi-diluée ($\phi a_r < 1$, où ϕ est le taux de concentration en fibres). Au delà, ils trouvent que le coefficient d'interaction décroît de façon exponentielle avec le produit ϕa_r . Cela a été attribué aux effets d'inhibition stériques, qui, dans des solutions concentrées, forcent les fibres à s'aligner préférentiellement avec leurs voisines et donc conduisent finalement à des interactions moins importantes. En résumé, alors que dans des solutions semi-diluées, la présence d'interaction entre fibres les empêche de s'aligner complètement dans la direction de l'écoulement, dans des solutions concentrées, c'est l'inverse qui se produit, l'alignement est favorisé. Les deux auteurs ont proposé une approche pour prédire le coefficient d'interaction basée sur la distance moyenne entre deux fibres. Ils font l'hypothèse que le mouvement d'une fibre n'est affecté que par l'écoulement et les interactions qu'il induit avec les autres fibres. Qualitativement, ils estiment que l'intensité d'interaction entre les fibres est inversement proportionnelle à la distance moyenne qui sépare deux fibres, d_f . Ils basent leur approche aussi sur le fait que les contraintes entourant une fibre augmentent quand l'espace qui la sépare de ses voisines diminue, conduisant à une augmentation de l'interaction hydrodynamique. Ainsi la notion de distance entre fibres comprends à la fois la notion d'interaction hydrodynamique et la notion d'espace minimum à la rotation d'une fibre dans la suspension. A partir d'expériences réalisées sur différents types de suspensions et dans des conditions réunissant ces deux effets, ils obtiennent une relation linéaire inverse entre C_I et d_f ,

$$C_I = \frac{K}{d_f / d} \quad (4.30)$$

Où d est le diamètre moyen de la fibre et K est une constante de proportionnalité, estimée expérimentalement à 10^{-2} .

Matsuoka *et al.* (90) ont essayé de déterminer C_I expérimentalement, à partir de valeurs de coefficients d'expansion thermique dans des plaques injectées (puisque l'expansion thermique est directement reliée à l'orientation dans la pièce). Leurs résultats montrent que l'orientation des fibres est très peu dépendante de la valeurs choisie pour C_I et plus gouvernée par la cinétique d'écoulement. Par exemple, pour un polypropylène chargé à 10% en poids en fibres de verre, la corrélation entre expérience et calcul est de 0,884 pour un $C_I=0,01$ et est de 0,873 pour $C_I=0,1$.

Dans une étude détaillée de l'effet de l'interaction entre fibres sur les prédictions d'orientation de fibres dans une pièce injectée, Bay et Tucker (92b) montrent que lorsque C_I décroît, à la fois le cœur et la peau (couches intermédiaires + extrême peau) sont mieux alignés (transversalement et parallèlement à la DPE, respectivement). Ils montrent aussi que bien que la composante a_{xx} du tenseur d'orientation ((x, y) étant le plan d'écoulement et x la direction principale de l'écoulement) soit bien prédites, les composantes a_{zz} et a_{xz} ne le sont pas, dépendant fortement de la valeur choisie pour C_I . Etant donnée la qualité de la prédiction de l'orientation

dans le plan d'écoulement, les auteurs concluent que les erreurs proviennent probablement de l'approximation choisie. De son côté aussi, Bay (91), à partir de l'injection de plaques et de disques, pour différentes matrices thermoplastiques et concentrations en fibres, estime les différentes valeurs de C_I adéquates. A partir de toutes ces expériences, il obtient l'expression empirique suivante :

$$C_I = 0,0184 \exp(-0,7148\phi a_r) \quad (4.31)$$

ϕ est la fraction volumique de fibres et a_r est le facteur de forme.

Dans une solution concentrée, il trouve donc que C_I décroît quand on augmente la fraction volumique de fibres dans la matrice. Cette tendance est opposée à celle trouvée par les auteurs précédents [Folgar et Tucker, 84] ou [Ranganathan et Advani, 91]. Cependant leurs expériences étaient dans des suspensions semi-diluées alors que celles de Bay sont dans des suspensions concentrées ($\phi a_r > 1$). Cette tendance pour l'orientation, quand on augmente la concentration des fibres, à devenir soit plus aléatoire dans une solution semi-concentrée soit plus alignée dans le cas d'une solution concentrée peut s'expliquer, en partie, par l'augmentation des contraintes physiques au mouvement de la fibre quand on augmente la densité [Papathanasiou et Guell, 97].

Plus récemment encore, Fan *et al.* (98) ont proposé une méthode de simulation directe pour modéliser l'interaction entre fibres dans un écoulement en cisaillement simple. Les composantes des tenseurs du second et du quatrième ordre, obtenus à partir d'une procédure de régression appropriée, sont introduites dans une version anisotrope modifiée du modèle de Folgar-Tucker afin de déterminer le tenseur (du second ordre et symétrique) du coefficient d'interaction. Effectivement, un certain nombre d'études ont montré que la diffusion dans le plan et dans l'épaisseur étaient différentes.

4.2.2.5 Autres paramètres qui influencent la prédiction de l'orientation des fibres

4.2.2.5.1 Influence de l'interaction écoulement – fibres

Contrairement aux dispersions de particules, les dispersions de fibres sont anisotropes. Cela signifie que la cinématique d'écoulement d'une suspension de fibres est gouvernée non seulement par la fraction volumique de fibres mais aussi par l'orientation et le facteur de formes des fibres. Indépendamment de la méthode utilisée pour prédire l'orientation des fibres, deux approches ont donc été élaborées. On les appelle usuellement approche couplée et approche découplée. Pour cette dernière, on fait l'hypothèse que l'orientation des fibres ne perturbe pas le comportement rhéologique du polymère fondu. Les deux calculs, celui l'écoulement et celui de l'orientation des fibres se font de façon découplée et séquentielle.

La validité de cette approche a été étudiée par Tucker (91). Il conclut que les deux problèmes pouvaient être découplés si l'épaisseur de la cavité est assez petite (comparée à la taille des fibres) de telle façon que l'orientation des fibres est effectivement dans le plan. Dans ces conditions, on peut considérer que l'orientation des fibres n'a pas d'effet sur le profil de taux de cisaillement et donc sur le profil de vitesse dans l'épaisseur. Cela signifie qu'une analyse découplée serait plus appropriée aux polymères chargés de fibres longues que de fibres courtes et plus aux cavités fines qu'épaisses.

La très grande majorité des simulations publiées et/ou des codes commerciaux actuels ont adoptés une approche découplée. Quelques approches couplées appliquées à l'injection plastique ont été présentées par Chung et Kwun (95), Torres *et al.* (99), Kabanemi *et al.* (97).

4.2.2.5.2 *Influence de l'effet fontaine sur la prédiction de l'orientation des fibres*

L'effet fontaine n'est pas prévisible dans le modèle de Hele-Shaw pour le remplissage d'une cavité. Dans le but de prendre en compte cet effet sur l'orientation des fibres, des approximations locales ont été proposés [Dupret et Verleye, 99]. Ils utilisent les mêmes approches que celles utilisées pour les modèles thermiques dans ces régions. La matière est évacuée du centre vers les bords où elle est étirée et réorientée par l'effet fontaine. Bay et Tucker (92a) ont pris en compte, de façon approximative, l'impact de l'effet fontaine sur la carte des températures ainsi que sur l'orientation. Les différences observées entre les prédictions et observations sont attribuées à la mauvaise prise en compte de l'interaction entre fibres et de l'interaction fibre/bords. Cette approche leur permet de prédire la taille de la zone d'extrême peau qui touche les bords mais pas de prédire l'orientation à l'intérieur. Les effets d'interaction cités plus haut mais aussi la situation non-isotherme qu'introduit l'effet fontaine dans cette région en sont probablement la cause [Bay et Tucker, 92b]. La plupart des modèles commerciaux actuels ne tiennent pas compte de cet effet. Ils sont donc dans l'incapacité de prédire l'existence d'une telle couche de peau où l'orientation mais aussi la densité des fibres peut varier de façon importante (cf. § 4.1.1.2.4).

4.2.2.5.3 *Influence des interactions fibres – parois du moule*

Comparées aux interactions entre fibres, les interactions entre fibres et parois du moule ont été l'objet d'une attention beaucoup plus limitée. Les études menées à ce sujet donnent des résultats opposés. Bibbo *et al.* (85) estiment qu'à une distance entre le centre de la particule et la paroi du moule supérieure à 1,2 fois sa longueur, les propriétés rhéologiques de la suspension ne sont pas affectées par le bord.

Barta et Liron (88) ont étudié le mouvement d'une particule mince au voisinage proche d'une paroi (d'un ordre de grandeur de la longueur de la particule). Ils trouvent que l'influence du mur est plus prononcée lorsqu'on augmente le facteur de forme de la particule (l/D). Ils montrent aussi que quand la particule n'est ni orientée parallèlement ni perpendiculairement à la paroi, il y a une composante de la force d'action de la paroi qui n'est pas dans la direction du mouvement et qui devrait avoir pour conséquence une migration de la particule de la paroi vers le centre.

Stover et Cohen (90) ont observé le mouvement de fibres allongées dans le voisinage d'une paroi, entre deux plaques parallèles transparentes, dans un écoulement de Poiseuille. Ils montrent que quand le centre de la fibre est à plus d'une longueur (de fibre) de la paroi, la période de rotation de la fibre n'est pas affectée. Les fibres très proches de la paroi subissent un effet non-hydrodynamique irréversible qui fait penser au "saut à la perche". Cet effet fait bouger le centre de la fibre d'à peu près une demi longueur (de fibre) de la paroi (réduisant la densité de fibres dans cette région). Après avoir migré, le mouvement de la fibre est à nouveau périodique et réversible. Ils concluent donc que le mouvement d'une fibre reste, qualitativement, très peu affecté par le mur.

Ingber *et al.* (94) ont utilisé une méthode par éléments frontières 3D pour calculer le mouvement d'une fibre près d'un mur. Leur solution pour le mouvement angulaire d'une fibre seule est très proche de la solution analytique de Jeffery (moins de 5% d'erreur). Lorsque la fibre est proche de la paroi, ils trouvent que la vitesse angulaire augmente quand la fibre est orientée transversalement à l'écoulement et qu'elle décroît quand la fibre est mieux alignée. Ils montrent qu'une formulation 2D n'est pas suffisante pour ces situations. Le mouvement angulaire d'une fibre qui tourne près d'un mur prédit par une approche 2D est très différent de celui prédit par une formulation 3D.

Burget (94) a étudié en détails le mouvement d'une fibre dans un fluide Newtonien dans un écoulement en cisaillement simple près d'une paroi. Il montre que lorsque la distance entre la paroi et le centre de la fibre diminue, la rotation de cette dernière s'accélère. Ils expliquent cette accélération par le fait que, près de la paroi, la vitesse de cisaillement est plus importante que dans le reste de l'écoulement. Il montre ainsi que la vitesse de cisaillement augmente de façon exponentielle au fur et à mesure que la fibre se rapproche de la paroi. En résumé, ses conclusions sont les suivantes: lorsque la fibre n'est pas orientée dans le sens de l'écoulement, l'équation de Jeffery résolue avec une vitesse de cisaillement appropriée (c'est à dire plus grande que celle estimée normalement) décrit de façon satisfaisante le mouvement de la particule. Un fois que la fibre est bien alignée avec la paroi, elle a tendance à le rester sans effectuer de rotations supplémentaires. Cet effet de stabilisation reste cependant difficile à quantifier et, expérimentalement parlant, nécessiterait des longueurs/temps d'observations très importantes.

Quantitativement, il semble donc que le mouvement d'une fibre près d'un mur soit peu altéré par sa présence. Toutefois si effectivement les fibres, près de la paroi, s'orientent très rapidement et se stabilisent [Burget, 94], la rhéologie du fluide dans cette région peut être alors très différente et affecter l'orientation des fibres environnantes. Et les codes de calcul doivent alors en tenir compte dans la loi de comportement et les conditions aux limites utilisées. Le problème prend d'autant plus d'importance que la tendance actuelle dans l'industrie est à réduire les épaisseurs des pièces, à augmenter les taux de fibres et à l'utilisation de fibres longues (pour certaines applications).

4.2.2.5.4 *Influence du choix de l'orientation des fibres en entrée*

Très peu d'observations expérimentales du seuil d'injection ont été réalisées. L'orientation initiale des fibres est donc généralement inconnue, bien que ce soit une condition essentielle à l'intégration du modèle d'orientation des fibres (cf. équation (4.29)). L'influence du choix de l'orientation des fibres en entrée sur la qualité de prédiction de l'orientation dans le reste de la pièce n'a donc été testée qu'à l'aide des modèles numériques et d'analyses paramétriques. Plusieurs auteurs se sont intéressés au problème, parmi eux on notera les contributions de [Frahan *et al.*, 92], [Gupta et Wang, 93] ou encore [Chung et Kwon, 95]. Tous estiment que l'influence de l'orientation en entrée est très faible. Si influence il y a, ce sont les couches intermédiaires qui sont le plus concernées et elle décroît à mesure que l'on s'éloigne du seuil d'injection [Ranganathan et Advani, 93]. Notons, enfin, que l'influence du choix de l'orientation dépend aussi largement de la position du seuil par rapport à la cavité et, bien sûr de sa géométrie.

4.2.2.6 Conclusion

La prise en compte de l'interaction entre fibres, à travers un coefficient d'interaction, a permis une meilleure description de l'orientation des fibres dans une suspension semi-concentrée et concentrée. La détermination de ce coefficient demeure encore aujourd'hui problématique.

L'utilisation d'équations d'évolution pour les tenseurs d'orientation est apparue comme la méthode la plus efficace et a été adoptée par de nombreux auteurs. Cependant la qualité des résultats reste très liée au choix de l'approximation de fermeture.

Certains points méritent cependant d'être encore développés. Parmi ceux-ci, trois axes de recherche se distinguent plus nettement. Le premier concerne les matrices très chargées (certains polymères techniques sont aujourd'hui chargés à 60% en fibres courtes), où il serait peut être judicieux de prendre en compte l'interaction entre les fibres et l'écoulement ou des interactions de type contact. Le deuxième concerne les interactions entre fibres et bords de la cavité dans des

situations (de plus en plus fréquentes) où la longueur de la fibre n'est plus négligeable devant l'épaisseur de la cavité. Enfin le dernier point concerne la rhéologie de la matrice. Aujourd'hui l'utilisation des modèles d'orientation ou d'interaction implique un comportement Newtonien du polymère. Or la très grande majorité des matrices injectées sont non-Newtoniennes. En particulier l'interaction entre fibres est fortement influencée par les perturbations hydrodynamiques créées par les fibres environnantes. L'effet de la rhéologie de la suspension mériterait, à ce titre, une étude plus approfondie.

4.2.3 Prédiction de l'orientation dans Moldflow

4.2.3.1 Écoulement

On fait l'hypothèse que l'écoulement n'est pas affecté par la distribution d'orientation des fibres; le calcul de l'écoulement est découplé du calcul d'orientation [Zheng *et al.*, 99]. Les dépendances de la viscosité par rapport au taux de cisaillement et à la température sont modélisées par les mêmes lois que pour un matériau isotrope.

L'effet fontaine n'est pas pris en compte par les approximations de Hele-Shaw qui est une représentation 2D et donc ne tient pas compte des écoulements transverses dans le sens de l'épaisseur.

4.2.3.2 Modèle d'orientation

Le modèle d'orientation de Folgar-Tucker est utilisé dans sa version tensorielle, donnée par l'équation (4.29), pour le calcul de l'orientation dans les trois dimensions (avec $\alpha=3$). Bien que nécessitant des temps de calcul plus importants, on estime qu'un calcul tridimensionnel fournit des résultats plus précis qu'un calcul bidimensionnel [Zheng *et al.*, 99]. L'approximation de fermeture choisie est l'approximation de type hybride (cf. § 4.2.2.3). Et la valeur du coefficient d'interaction C_I est isotrope.

4.2.3.3 Conditions aux limites

Interaction entre fibres

Plusieurs choix sont possibles. Par défaut, la valeur de C_I est déterminée à partir de l'expression empirique de Bay (équation (4.31), page 148). On peut aussi manuellement choisir la valeur de C_I . Enfin, en fixant la valeur de C_I égale à 0, on néglige l'interaction entre fibres et on revient à un modèle de Jeffery. Les trois possibilités de calcul d'orientation des fibres dans la cavité sont résumées dans le Tableau 4.4.

Valeur de C_I	Modèle activé
$C_I = 0.0184 \exp(-0.7148\phi a_r)$	Folgar-Tucker + Bay
$0 < C_I < 1$	Folgar-Tucker
$C_I = 0$	Jeffery

Tableau 4.4: Différentes possibilités de calcul d'orientation de fibres

Les fibres font en moyenne 200 μm de long et 10 μm de diamètre, donc $a_r = 20$. $\phi = 0,161$ pour le PAA 30, et $\phi = 0,317$ pour le PAA 50. L'expression de Bay conduit donc respectivement à $C_I = 0,0018$ et $C_I = 0,0002$

Interaction fibre – paroi

Pour les éléments de bords ou les fibres ayant un facteur de forme important ($a_r > 45$)⁹, le modèle de Folgar-Tucker ne s'applique plus correctement (cf. § 4.2.2.5.3). Pour ces cas limites (i.e. éléments connectés aux bords) on emploie l'approximation dite "des fibres alignées", proposée par Lipscomb et Denn (88). Cette solution asymptotique est basée sur le fait que des fibres à facteurs de forme très grands ($a_r \gg 1$, $\lambda \rightarrow 1$) s'alignent de façon stable dans le sens du champ de vitesse.

Un deuxième traitement ad hoc (pour le calcul d'orientation des fibres) consiste à imposer, près des parois, une vitesse d'écoulement tangentielle à la paroi qui tend vers zéro.

Orientation des fibres en entrée

Les approximations de Hele-Shaw ne permettent pas de prédire correctement le passage entre le canal d'alimentation (éléments poutres) et le seuil d'entrée de la cavité (éléments coques) de façon correcte. L'orientation dans les éléments poutres n'est donc pas regardée. Le logiciel impose en entrée, c'est à dire dans les premiers éléments coques connectés au dernier élément poutre du canal d'alimentation (i.e. ayant au moins un nœud en commun), une orientation cœur – peau « standard ».

4.3 Comparaison de l'orientation calculée et mesurée

4.3.1 Prédiction de la phase de remplissage

Sur la Figure 4.37, on confronte la forme du front de matière prédite par le logiciel à deux sous-remplissages obtenus expérimentalement pour une plaque de PAA 50 de 1,7 mm d'épaisseur. Dans le cas d'une alimentation en nappe, comme ici, on s'attend à obtenir un front d'écoulement rectiligne une fois le seuil franchi. C'est bien ce que l'on obtient dans le cas d'un matériau non chargé et c'est ce qui est prédit ici par le calcul dans le cas du PAA 50 (Figure 4.37 (c)). Les sous-remplissages effectués révèlent un remplissage de la cavité plus complexe (a et b) le front avance légèrement plus vite le long des bords de la plaque.

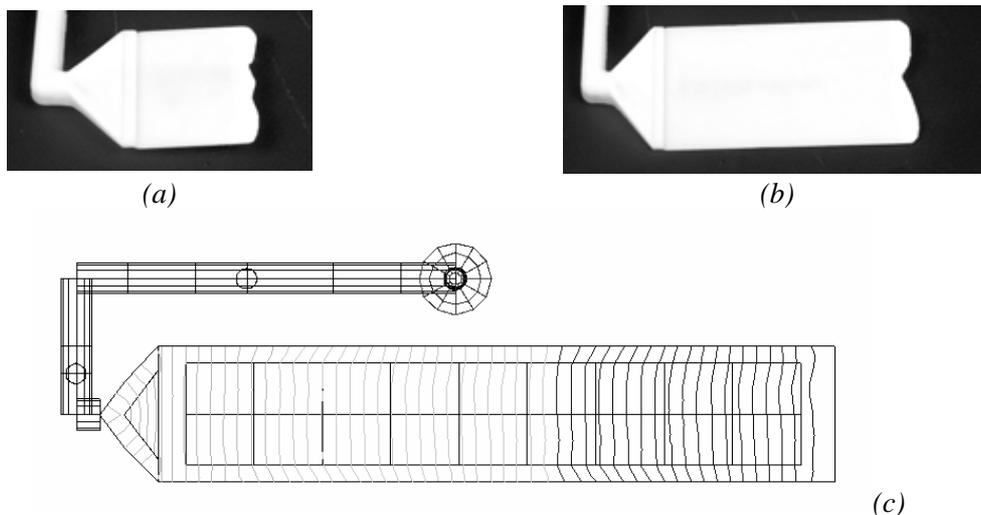


Figure 4.37: Confrontation entre deux sous-remplissages (a et b) et le profil de remplissage calculé (c) à

⁹ Un facteur de forme supérieur à 45 correspond à $(a_r^2 - 1) / (a_r^2 + 1) > 0,999$

différents instants pour le PAA 50

Ce type d'écoulement a déjà été observé pour des polyamides renforcés fibres courtes [Akay *et al.*, 93] et longues [Truckenmuller *et al.*, 91] pour des taux de chargement importants (>30% en poids). Près des bords, les fibres sont très majoritairement orientées dans le sens de l'écoulement et vont donc favoriser et accélérer l'écoulement dans ces zones. Les fibres orientées parallèlement offrent moins de résistance que celles du centre de la plaque, moins bien alignées. A cela, on peut ajouter l'idée que près du bord, dans la peau, la densité de fibres étant moins importante (cf. Figure 4.36), cela peut conduire à une réduction locale de la viscosité ayant pour effet de favoriser l'écoulement dans cette région. Ce type d'écoulement n'est pas prévisible par un modèle de type 2D couche mince (Hele-Shaw). De plus, dans Moldflow, le calcul du remplissage est découplé vis à vis de l'orientation : la forme ou la position du front de matière n'est pas affectée par le processus d'orientation des fibres dans la cavité [Zheng *et al.*, 99]. Par ailleurs, pour ce type de code, chaque couche de chaque élément contient la même quantité de fibres et on ne tient pas non plus compte de la migration des fibres.

4.3.2 Etude d'un cas standard

Les caractéristiques du cas dit "standard" sont données au § 4.1.5.2 en page 135. On rappelle que l'épaisseur de la plaque considérée est de 1,7 mm.

La prédiction de la DOF pour un cas standard pour le PAA 50 est donnée sur la Figure 4.38. Le C_I utilisé est le C_I calculé par l'équation de Bay.

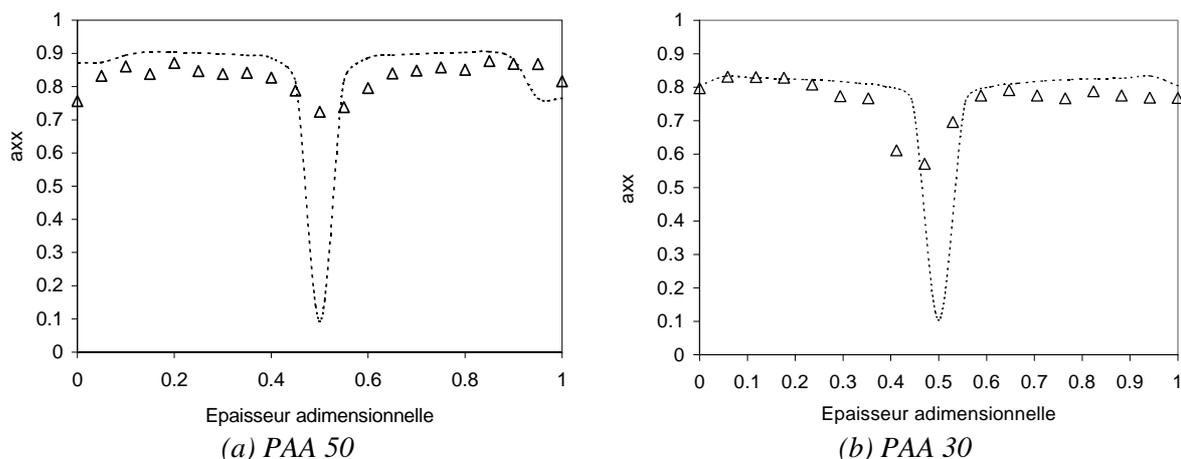


Figure 4.38: Comparaison de la DOF mesurée (Δ) et calculée (---) dans des conditions d'injections standard: pour le PAA 50 (a) et pour le PAA 30 (b), en position C

La prédiction est mauvaise, quel que soit le matériau, dans la mesure où le calcul prévoit une zone de cœur, même si elle est restreinte, très fortement orientée dans le sens transverse à la DPE ($a_{xx}=0,1$). Cette zone correspond à une région où le cisaillement calculé est nul. Dans les autres régions, l'orientation est légèrement surestimée par le calcul. Le calcul ne prédit pas non plus le caractère discontinu du cœur. Numériquement, cette couche de cœur est libre de tout cisaillement, s'il y a un écoulement élongationnel dans et/ou à la sortie du seuil, les conditions sont alors réunies (Cf. § 4.1.1.2.1) pour orienter les fibres du cœur transversalement à la DPE.

4.3.3 Sensibilité au coefficient d'interaction des fibres

Dans un premier temps, on tente d'ajuster le coefficient d'interaction dans la loi de Folgar-

Tucker pour le PAA 30. Les différents profils d'orientation calculés pour différentes valeurs du coefficient d'interaction C_I sont réunis sur la Figure 4.39. La première valeur de C_I qui servira de référence est celle obtenue par la relation empirique de Bay (Tableau 4.4).

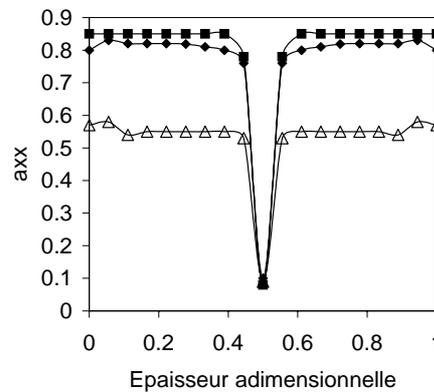


Figure 4.39: Sensibilité du modèle au coefficient d'interaction des fibres pour le PAA 30: pour C_I (\blacklozenge), $0,5C_I$ (\blacklozenge), $10C_I$ (\triangle)

Que l'on divise par deux (resp. multiplie par dix) la valeur de C_I permet d'exagérer (resp. de rendre aléatoire) l'alignement des fibres dans la peau et les couches intermédiaires, mais ne modifie ni la taille ni le niveau d'orientation dans la zone de cœur. Deux hypothèses sont, à ce niveau de la discussion, peuvent être avancées. Soit l'interaction entre les fibres n'est pas seule responsable des différences et/ou l'interaction des fibres est mal prise en compte pour ces épaisseurs fines dans le cas de taux de concentrations en fibres importants.

4.3.4 Sensibilité aux paramètres d'injection

Etude du PAA 50

En accord avec les mesures expérimentales, la sensibilité du calcul aux différents paramètres d'injections (cf. Tableau 4.3) est négligeable.

Etude du PAA 30

Le modèle n'est pas (ou très peu) sensible à certains paramètres comme la pression et le temps de maintien ou encore la température du moule. L'expérience avait montré une légère influence de cette dernière. Seule la vitesse d'injection, dans une certaine mesure, affecte légèrement la distribution d'orientation calculée. La Figure 4.40 montre la sensibilité du code à la vitesse d'injection.

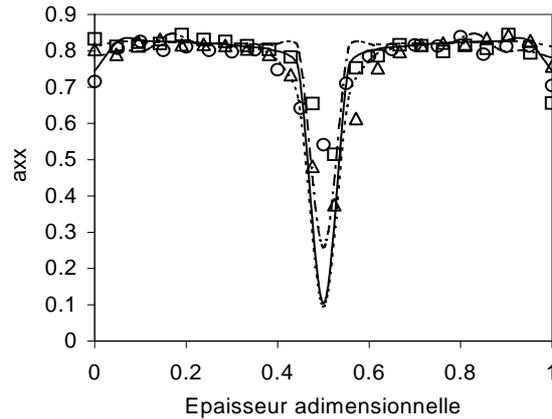


Figure 4.40: Sensibilité à la vitesse d'injection pour le PAA 30 pour une plaque de 1.7 mm dans la zone C; $V=6$, calculée (---) et mesurée (Δ), $V=15$, calculée (—) et mesurée (O) et $V=24 \text{ cm}^3 \cdot \text{s}^{-1}$, calculée (---) et mesurée (\square)

Expérimentalement, on avait vu qu'en augmentant la vitesse d'injection, la largeur de la zone de cœur restait la même mais, à cœur, a_{xx} passe de 0,35 à 0,55. Au niveau du calcul c'est l'inverse qui se produit; en augmentant la vitesse de 6 à 15 cm^3/s , a_{xx} passe de 0,25 à 0,1, indiquant une augmentation de l'orientation dans le sens de l'écoulement. La variation reste très faible cependant. Par ailleurs, la forme générale du profil, le niveau d'orientation dans les zones de peau ainsi que la largeur de la zone de cœur sont, en revanche, très bien prédits par le calcul.

4.3.5 Sensibilité à l'épaisseur de la plaque

Regardons maintenant la sensibilité du calcul à l'épaisseur de la plaque, qui est apparue comme le paramètre clé pour le PAA 50 (Figure 4.41) et le PAA 30 (Figure 4.43).

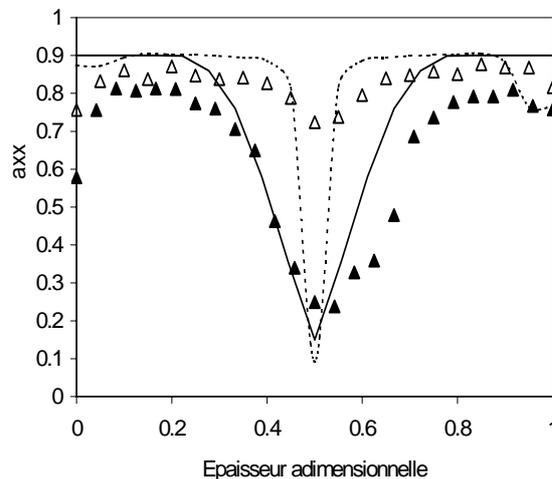


Figure 4.41: DOF en zone C pour le PAA 50 pour deux plaques d'épaisseurs; 1,7 mm, calculée (---) et mesurée (Δ) et 5 mm, calculée (—) et mesurée (σ)

La qualité de la prédiction, dans le cas d'une épaisseur plus importante (ici 5 mm) est bonne tant au niveau de la forme que de la distribution des valeurs du tenseur. L'orientation en peau est toutefois légèrement surestimée.

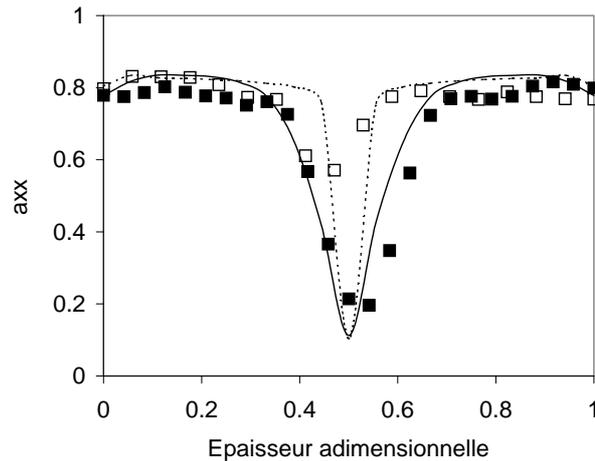


Figure 4.42: *DOF en zone C pour le PAA 30: Composante a_{xx} du tenseur d'orientation pour deux plaques d'épaisseurs; 1,7 mm, calculée (---) et mesurée (\square) et 5 mm, calculée (—) et mesurée (\blacksquare)*

Comme pour le PAA 50, la qualité de la prédiction, dans le cas d'une épaisseur plus importante (5 mm) est excellente tant au niveau de la forme que de la distribution des valeurs du tenseur.

4.3.6 Sensibilité à la position dans la plaque

On compare les positions A, B et C dans la plaque (Figure 4.22). Le PAA 50 n'est pas du tout sensible à la position dans la plaque que ce soit expérimentalement ou par le calcul. Pour le PAA 30, la sensibilité du calcul à la position dans la plaque est représentée sur la Figure 4.43.

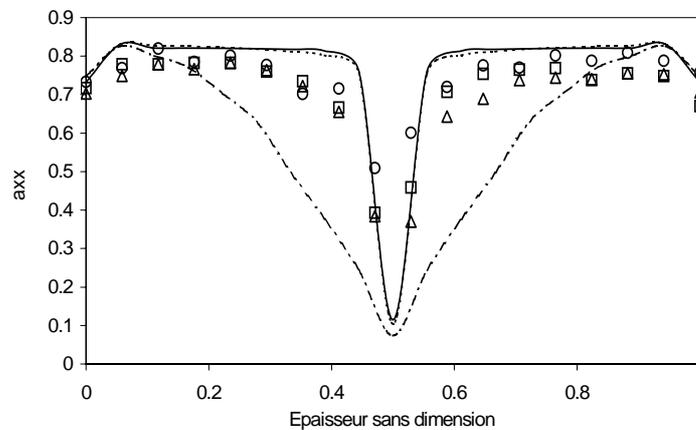


Figure 4.43: *Sensibilité à la position dans la plaque pour le PAA 30 pour une plaque de 1.7 mm dans des conditions standards d'injection; zone A, calculée (····) et mesurée (Δ), zone B, calculée (—) et mesurée (\square) et zone C, calculée (---) et mesurée (\circ)*

La prédiction de la DOF près du seuil (zone A) est très éloignée de la mesure expérimentale: l'orientation des fibres dans le cœur ainsi que sa largeur sont largement surestimés. La source d'erreur vient probablement du fait qu'on "décrit" la région du seuil (zone typiquement 3D) avec un maillage 2D, probablement en sous estimant le caractère convergent de sa géométrie. En revanche l'orientation dans les zones de peau sont assez bien estimées. A partir d'une certaine distance du seuil, la DOF calculée n'évolue plus.

4.3.7 Sensibilité au taux de concentration de fibres

La sensibilité du calcul pour le PAA 50 et 30 pour deux épaisseurs de plaque est représentée sur la Figure 4.44.

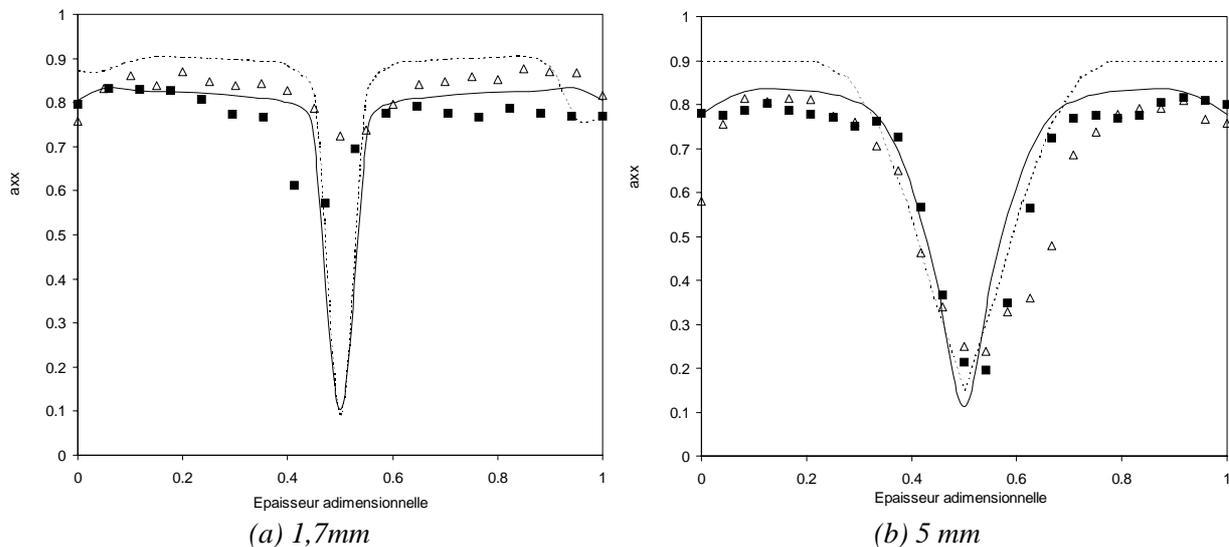


Figure 4.44: Confrontations expérience/calcul pour le PAA pour deux taux de fibres; composante a_{xx} pour le PAA 50, calculée (---) et mesurée (Δ) et le PAA 30, calculée (—) et mesurée (\blacksquare) pour une plaque de 1,7 mm (a) et 5 mm (b)

Pour la plaque de 1,7 mm, on l'a vu, la prédiction de l'orientation en cœur n'est pas bonne. En revanche la sensibilité du calcul, en peau, pour cette épaisseur, au taux de concentration de fibres est relativement satisfaisante; expérimentalement on montre que pour un matériau moins chargé, les fibres en peau sont moins bien orientées dans la DPE. On retrouve bien cette sensibilité par le calcul. Quand le taux de fibres augmente, le coefficient d'interaction diminue (cf. Figure 4.39), il y a moins de diffusion. Les sens de variation de C_I semble bon dans ce cas.

Pour la plaque de 5 mm d'épaisseur, pour le PAA 50, la largeur de la zone de cœur orientée transversalement est légèrement plus importante que ce que l'on observe: la prédiction est bonne à ce niveau là. En revanche, le calcul prédit que pour un matériau moins chargé, les fibres en peau sont moins bien orientées dans la DPE; or, expérimentalement, on trouve l'orientation, dans cette zone, insensible au taux de concentration. Dans ce cas le sens de variation de C_I n'est pas bon.

4.3.8 Synthèse et conclusion

Le premier résultat est que pour le cas standard d'injection (plaque fine, conditions d'injection standards), la prédiction de la distribution d'orientation de fibres (DOF) dans la pièce est satisfaisante en peau mais totalement incorrecte dans la zone de cœur: le calcul prédit une zone de cœur, certes restreinte, mais dans laquelle les fibres sont très orientées dans le sens transverse à la direction principale d'écoulement (DPE) alors qu'expérimentalement, on met en évidence, pour les deux matériaux, une zone de cœur intermittente très bien orientée dans la DPE. Le fait de modifier le coefficient d'interaction des fibres dans le modèle de Folgar-Tucker utilisé ne permet pas d'améliorer les prédictions: il permet tout juste de jouer sur les niveaux d'orientation dans les couches de peau qui étaient de toute façon correctement prédits.

La qualité est, en revanche tout à fait satisfaisante pour la plaque épaisse, tant au niveau de la forme de la distribution que des valeurs du tenseur, et ce pour les deux grades étudiés.

Expérimentalement, la DOF pour les deux grades est très peu sensible aux variations des conditions d'injections: le code est bien conforme à ce niveau là.

4.4 Mesure expérimentale des contraintes résiduelles

La technique des moments développée et validée dans le Chapitre 2 pour des matériaux non chargés peut être appliquée aux matériaux renforcés. Cette approche nous permet, donc, de déterminer les profils de contraintes résiduelles dans l'épaisseur pour l'ensemble de nos grades de PAA. Nous rappellerons dans un premier paragraphe la méthodologie expérimentale utilisée puis nous présenterons les résultats de contraintes que nous discuterons dans le détail.

4.4.1 Méthodologie expérimentale

4.4.1.1 Protocole expérimental

Le protocole expérimental suivi est le même que celui utilisé dans le cas d'un polymère non chargé (§ 2.4.1.5). Pour rappel, les conditions d'usinage utilisées sont réunies dans le Tableau 4.5. On effectue des passes de 50 μm pour les trois ou quatre premiers passages puis 100 μm pour les passes suivantes.

Paramètres		
Diamètre de fraise	<i>mm</i>	2
Vitesse de rotation	<i>trs.min⁻¹</i>	8500
Vitesse d'avance	<i>mm.s⁻¹</i>	100
Profondeur de passe	<i>μm</i>	50 puis 100

Tableau 4.5: Conditions d'usinage pour les PAA 30 et 50

4.4.1.2 Conditions d'injection

Cas d'un refroidissement symétrique

Les conditions d'injection étudiées sont réunies dans le Tableau 4.3, en page 134. Les conditions dites "standard" sont notées en gras.

Cas d'un refroidissement dissymétrique

Pour les différents polyarylamides étudiés, on applique des différences de température de 15°C à 20°C entre la partie fixe et la partie mobile (cf. Tableau 4.6). En dessous de 130°C, la cristallisation de la matrice n'est pas satisfaisante: elle constituera donc notre limite basse. Au dessus de 160°C (150°C pour les PAA 30 et 50), l'injection devient très difficile et des marques de brûlures sont visibles: elle constituera notre limite haute. La température en surface est contrôlée en cinq points à l'aide d'un thermocouple manuel après chaque moulage pour éviter les dérives. L'écart mesuré est de $\pm 1^\circ\text{C}$. Les autres conditions d'injection sont les mêmes que dans les cas standard (Tableau 4.3, page 134).

ΔT	$^\circ\text{C}$	PAA 50	PAA 30	PAA
15		135/152		135/150
20			135/155	140/160

Tableau 4.6: Conditions de refroidissement dissymétriques les PAA 30 et 50 et températures du moule correspondantes (partie fixe/partie mobile)

4.4.1.3 Zones d'analyse

Les positions et les dimensions des échantillons extraits de la plaque injectée pour l'analyse des contraintes résiduelles sont données sur la Figure 4.45. On choisit deux positions pour extraire des échantillons dans la pièce, notées *P1* et *P2*, dont les bords sont situés à 25 et 105 mm, respectivement, du début de la plaque. Les échantillons font 60 mm de long pour 8 de large. Leur épaisseur est celle de la plaque (au retrait près) c'est à dire d'environ 1,7 mm.

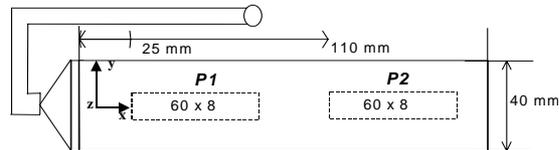


Figure 4.45: Positions et tailles des échantillons extraits de la plaque injectée pour l'analyse des contraintes résiduelles

4.4.2 Résultats de déformations résiduelles

4.4.2.1 Influence des conditions d'injections sur la déformée

Pour des conditions de refroidissement symétriques, aucune déformation de la plaque n'est observable, quels que soient les conditions d'injections et/ou le matériau testés.

4.4.2.2 Effet du refroidissement dissymétrique

Pour chaque condition de refroidissement, dix plaques sont moulées. On mesure la déformation maximale (flèche) pour chacune d'entre elles (5 jours après moulage). Même pour un ΔT important, la déformation maximale de la plaque reste très faible pour les PAA renforcés. L'introduction de fibres dans la matrice a pour effet de rigidifier la pièce de façon importante. Pour des conditions de refroidissement identiques, $\Delta T=20$ °C, le PAA non renforcé aura une déformée de 4,5 mm contre 0,63 mm, lorsqu'il est renforcé avec 50% de fibres de verre.

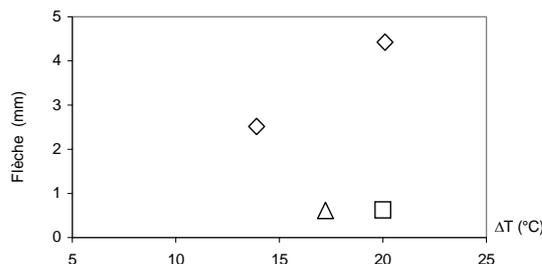


Figure 4.46: Flèche maximale mesurée pour la plaque pour différents ΔT pour les différents grades de polyarylamide: PAA 0 (◇), 30 (Δ) et 50 (□)

4.4.3 Résultats de contraintes résiduelles

Comme pour le polypropylène, les échantillons sont extraits dans la deuxième partie de la plaque (position *P2* sur la Figure 4.45). Sauf indications contraires, toutes les courbes présentées sont des profils de contraintes dans la demi-épaisseur, que l'on adimensionnalise de façon à pouvoir les comparer entre elles. Le centre de l'échantillon (i.e. de la plaque) se trouve à l'abscisse 0 et la surface à l'abscisse 1. On désignera par cœur la zone comprise entre 0 et 0,4, la zone intermédiaire, entre 0,4 et 0,8 et la peau, entre 0,8 et 1. On s'intéressera ici plus

particulièrement au PAA 50, qui a été étudié plus en détail. Pour chaque condition on effectue deux (trois si nécessaire) analyses de contraintes pour vérifier la reproductibilité des résultats. Par souci de clarté, on ne représentera qu'une seule courbe (moyenne) pour chaque condition. Afin de faciliter la lisibilité des résultats, sur l'ensemble des figures présentées, le profil de contraintes correspondant au cas *standard* est représenté par la marque (v). On désigne par "cas standard", une plaque moulée dans des conditions d'injection dites standard, comme indiqué dans le Tableau 4.3 (valeurs en gras).

4.4.3.1 Etude du PAA 50: cas standard

Le profil de contraintes résiduelles est donné sur la Figure 4.47.

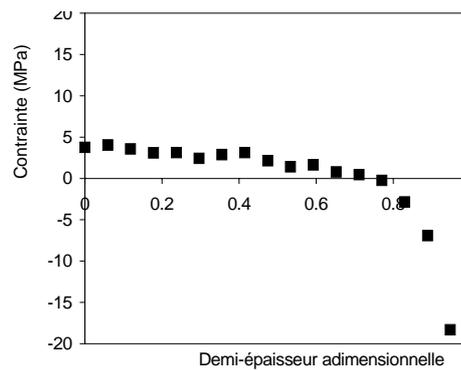


Figure 4.47: Profil de contraintes résiduelles dans la demi-épaisseur pour des conditions d'injection standard pour le PAA 50

Le PAA 50 montre un profil de type traction/compression, avec une zone de traction large et homogène (5 MPa) et une zone de peau étroite et en forte compression (-18 MPa).

4.4.3.2 Influence des conditions d'injection sur les profils de contraintes résiduelles (PAA 50)

4.4.3.2.1 Influence de la pression de maintien

Trois pressions de maintien ont été testées et les profils de contraintes correspondants sont réunis sur la Figure 4.48.

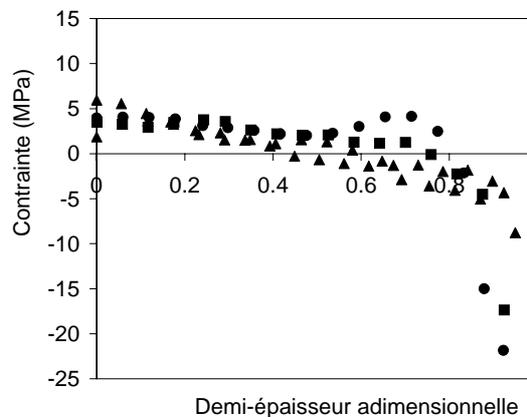


Figure 4.48: Influence du niveau de maintien: 15 MPa (●), 45 MPa (■) et 85 MPa (▲)

Globalement en augmentant la pression de compactage, on réduit le niveau de contrainte dans la pièce. En passant d'une pression faible (15 MPa) à une pression élevée (85 MPa), on

augmente le niveau de traction en cœur (+4 contre +5), la zone intermédiaire passe en compression (-1 contre +2 MPa) et on réduit fortement le niveau de compression en peau (-10 contre -20). L'influence de la pression reste plus en sensible en peau et dans les zones intermédiaires qu'en cœur. En effet, les couches du cœur se solidifient alors que, dans cette région, le niveau de pression est à nouveau faible voire nul (dans le cas où le matériau à figé en amont) et ce quelle que soit le niveau de pression imposé pendant la phase de compactage.

Pour une pression forte, contrairement au PP, on ne crée pas de traction dans la couche de peau: ce matériau est beaucoup moins sensible aux effets de la pression pour deux raisons. D'abord l'échantillon extrait est en P2, loin du seuil et, ensuite, le PAA 50 fige beaucoup plus rapidement que le PP du fait de la présence de fibres en verre, bien meilleur conducteur thermique.

4.4.3.2.2 Influence du temps de maintien

L'influence du temps de maintien, comme pour la pression de maintien, se fait surtout sentir dans les premières couches de peau (Figure 4.49).

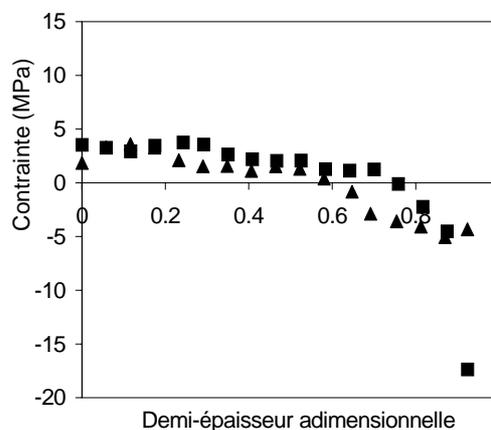


Figure 4.49: Influence du temps de maintien: 15 s (■) et 25 s (▲)

Les couches suivantes sont, logiquement, moins sensibles au compactage, car quand elles se solidifient, le niveau de pression est déjà faible ou plus transmis. En extrapolant, si on veut respecter l'équilibre des contraintes dans l'épaisseur ($\int \sigma = 0$), on doit trouver normalement de la traction dans les toutes premières couches de peau.

4.4.3.2.3 Influence de la température du moule

L'influence de la température du moule sur le profil de contraintes résiduelles est donnée sur la Figure 4.50.

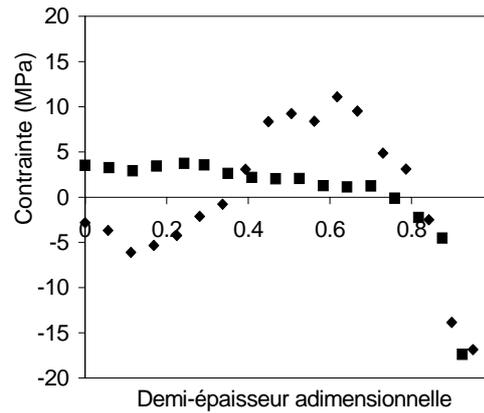


Figure 4.50: Influence de la température du moule: 130 °C (■) et 80 °C (▲)

Les profils sont très différents, à part en peau où le niveau de compression est identique. La qualité de la cristallisation est très mauvaise en dessous de 130°C. A 80°C le matériau est pratiquement amorphe et les propriétés mécaniques de la matrice vont être totalement différentes. On a vu que, pour le PAA 50, la DOF est très peu influencée par la température du moule (Figure 4.29): elle ne peut donc expliquer la nature de ces écarts.

4.4.3.2.4 Influence du taux de fibres

L'influence du taux de fibres sur le profil de contraintes résiduelles dans l'épaisseur est représentée sur la Figure 4.51.

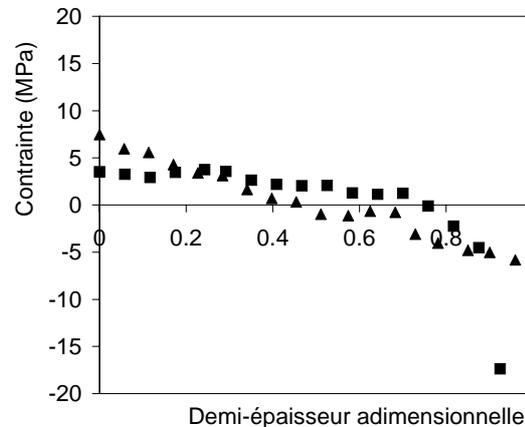


Figure 4.51: Influence du taux de fibres: PAA 30 (▲) et PAA 50 (■)

L'influence du taux de fibres est difficile à estimer. On a montré que les conditions d'échauffement pendant l'usinage (donc de perturbations) étaient très différentes (cf. § 2.3.4.2.1) d'un matériau à l'autre.

On peut cependant se risquer à une analyse globale, au moins qualitative des différents profils obtenus (Figure 4.51). Le PAA 50 et PAA 30 présentent deux profils assez différents. Le premier présente des zones de cœur et intermédiaires en traction assez faible et une zone de peau en forte compression. Le deuxième présente un profil quasi linéaire avec les zones de traction et de compression de même tailles et même intensité.

Les deux grades de PAA, à peu de choses près, ont été injectés dans les mêmes conditions. La construction des contraintes résiduelles dans ces deux matériaux est conditionnée principalement par deux facteurs. Le premier c'est bien entendu la distribution d'orientation des fibres (DOF) dans la pièce. Pour l'épaisseur de plaque de 1,7 mm, les PAA 30 et 50 présentent

des profils d'orientations sensiblement différents (cf. Figure 4.34). Globalement pour le PAA 50, les fibres sont très majoritairement orientées dans le sens de l'écoulement ($0,7 < a_{xx} < 0,9$) alors que pour le PAA 30, dans la zone de cœur, les fibres sont orientées de façon isotrope ($a_{xx} \approx 0,5$). Il y a donc pour ce dernier une réelle variation de la structure donc des propriétés mécaniques dans l'épaisseur. Le deuxième facteur touche plus spécifiquement les propriétés thermiques des deux grades. A cause de leur concentrations en fibres différentes, elles sont sensiblement différentes (Tableau 4.2). Comparativement au PAA 30, le PAA 50 a une conductivité thermique de plus de 30% supérieure et un coefficient d'expansion linéaire de 16% inférieur. Le retrait thermique a toutes les chances d'être plus important pour le PAA 50. A ceci vient s'ajouter le fait que la solidification plus rapide de ce dernier dans la cavité va limiter l'action de la pression qui s'oppose au retrait.

4.4.3.3 Profils de contraintes dans le cas d'un refroidissement dissymétrique

Méthodologie

Dans le cas d'un refroidissement dissymétrique, on ne peut plus faire l'hypothèse d'un profil de contraintes résiduelles symétrique par rapport au centre de la pièce (cf. § 2.4). On mesure donc les profils de contraintes dans chaque demi-épaisseur, ce qui nous oblige à prendre deux plaques moulées dans les mêmes conditions, mais pour lesquelles l'enlèvement de couches se fait d'un côté ou de l'autre.

Résultats de contraintes pour le PAA 50

Les profils de contraintes résiduelles mesurés en positions *P1* et *P2* sont représentés sur la Figure 4.52. Sur la figure, on "recolle" les deux demi-épaisseurs correspondant au côté chaud et au côté froid afin de reconstruire les profils dans toute l'épaisseur de la pièce.

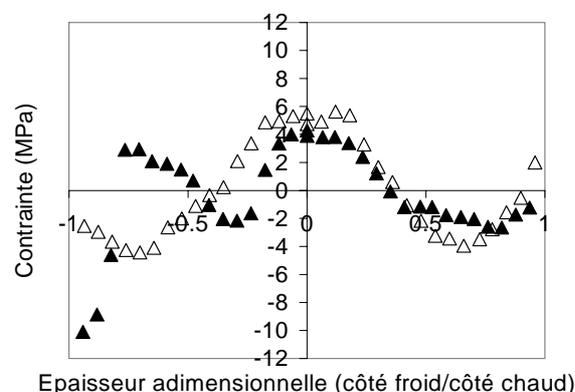


Figure 4.52: Profils de contraintes résiduelles dans l'épaisseur pour le PAA 50 pour deux positions dans la plaque: positions *P1* (Δ) et *P2* (\blacktriangle)

D'abord on constate la continuité quasi parfaite entre les deux profils, à cœur, gage de la bonne qualité des mesures. Ensuite, globalement, les différences entre les profils de contraintes sont beaucoup plus importants en *P1* qu'en *P2*.

En *P1*, près du seuil, le profil de contraintes résiduelles est assez symétrique. De plus le niveau des contraintes en peau est bien inférieur à celui observé dans des conditions de refroidissement symétriques (cf. Figure 4.47). Du côté chaud ($T_{moule}=150^{\circ}\text{C}$), il y a formation d'un profil de type "injection" dans le sens où on crée, sous l'action de la pression, un état de tension en peau (cf. § 2.4.3.1.2). Côté froid, les couches se solidifient plus vite, le niveau de pression ressentit n'est pas assez important pour mettre les couches de peau en traction mais le

niveau de compression est bien réduit.

La position P2, loin du seuil, est beaucoup moins sensible aux effets du compactage: les profils de contraintes sont donc sensiblement différents. Particulièrement du côté froid, où on crée un état de compression important en peau. Côté chaud, les différences sont minimales entre P1 et P2; on retrouve un profil de type traction/compression/traction.

Notons qu'à cœur, quels que soient la position ou le côté regardés, les niveaux de traction sont, à peu de choses près, égaux et identiques à ceux obtenus dans des cas de refroidissement symétriques; dans cette région, quelles que soient les conditions d'injection, les couches se solidifient toutes à des niveaux de pressions redevenus faibles. Notons, enfin, que comme pour le PP (cf. figure 2.28) le cœur en traction est décalé vers le côté chaud du moule.

4.5 Calcul des contraintes résiduelles dans le cas d'un matériau chargé de fibres

4.5.1 Caractéristiques utilisées pour la simulation du PAA 30 et du PAA 50

L'ensemble de la caractérisation matière a été réalisée par le Centre des Matériaux de Moldflow à Melbourne, excepté les différentes caractérisations viscoélastiques qui ont été réalisées au CEMEF.

4.5.1.1 Les caractéristiques mécaniques

		PAA 30	PAA 50
Propriétés de la matrice			
Module d'Young parallèle E	MPa	3100	3100
Coefficient de Poisson ν		0,4	0,4
Propriétés des fibres			
Longueur L	mm	0,2	0,2
Diamètre d	mm	0,01	0,01
Fraction volumique	%	0,161	0,317
Fraction massique	%	30	50
E	MPa	72000	72000
ν			
Propriétés du composite unidirectionnel			
E^{\parallel}	MPa	8800	16007
E^{\perp}	MPa	4750	7298
ν		0,353	0,33

Tableau 4.7: Propriétés mécaniques des PAA 30 et PAA 50 unidirectionnels

4.5.1.2 Les caractéristiques thermiques

		PAA 30	PAA 50
Conductivité thermique	$W/m/^{\circ}C$	0,24	0,3
Chaleur spécifique	$J/kg/^{\circ}C$	2038	1766
Température d'éjection	$^{\circ}C$	200	195
Température de non-écoulement	$^{\circ}C$	229	222

Tableau 4.8: Données thermiques utilisées pour la simulation du PAA 30 et PAA 50

4.5.1.3 Les données pVT

Les mesures ont été réalisés sur un appareil GNOMIX Research. La mesure est effectuée par paliers isothermes en chauffant l'échantillon. Les données brutes sont représentées pas le modèle de Moldflow basé sur l'équation de l'IKV (3.10 à 3.12) dont les constantes sont données dans le Tableau 4.9,

	a ₁	a ₂	a ₃	a ₄	a ₅	a ₆	a ₇
PAA 30	5,424e+6	1,608e+1	9,262e+7	7,975e+9	2,651e-7	2,006e-2	1,076e-9
PAA 50	7,765e+6	1,527e+1	1,492e+8	1,300e+10	3,734e-7	1,506e-2	2,380e-9

	b ₁	b ₂	b ₃	b ₄	b ₅	b ₆
PAA 30	-8,10e+6	8,703e+1	1,767e+8	-1,258e+10	-4,502e+9	1,860e+7
PAA 50	2,145e+7	8,260e+1	2,834e+8	3,717e+10	-6,921e+9	2,962e+7

Tableau 4.9: Valeurs des constantes a_i et b_i pour les trois équations du modèle IKV utilisé dans Moldflow pour modéliser les données pVT, pour le PAA 30 et 50 (unités S.I.)

4.5.1.4 Les données rhéologiques

Dépendance de la viscosité avec le taux de cisaillement

Les données brutes mesurées sur un rhéomètre capillaire installé sur une presse à injecter sont modélisées par une équation du second ordre (3.5) dont les constantes sont données dans le Tableau 4.10,

	a ₁	a ₂	a ₃	a ₄	a ₅	a ₆
PAA 30	1,982e+1	-9,971e-1	-6,321e-2	-3,445e-2	4,0554e-3	3,7297e-5
PAA 50	2,485e+1	-1,268350	-8,712e-2	-3,788e-2	4,8833e-3	7,0493e-5

Tableau 4.10: Constantes a_i du modèle polynomial de viscosité, pour le PAA 30 et 50 (unités S.I.)

Données viscoélastiques linéaires

Les essais de DMTA sont réalisés au Cemef sur les deux grades de PAA. Les PAA 30 et 50 ont tous les deux un comportement thermo – rhéologiquement simple, comme illustré, par exemple, par le diagramme Cole-Cole du PAA 50 (Figure 4.53): aux incertitudes de mesure près, à chaque valeurs de G' correspond bien une seule valeur de G''.

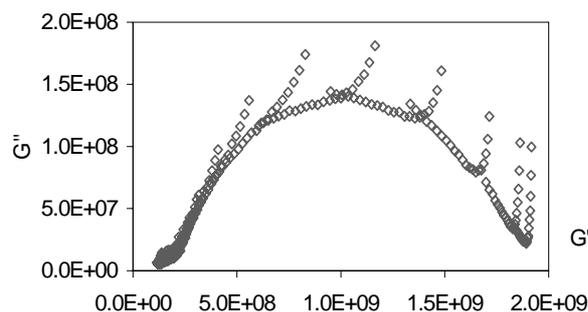


Figure 4.53: Diagrammes Cole-Cole pour le PAA 50

La variation de a_T avec la température est donnée par une loi d'Arrhenius, dont la température de référence et l'énergie d'activation sont données¹⁰ dans le Tableau 4.11.

¹⁰ La température est convertie automatiquement en degrés Kelvin dans le code.

	Ea kJ/mol	T_r °C
PAA 30/50	32896	29,3

Tableau 4.11: Constantes pour la loi d'Arrhenius, pour le PAA 30 et PAA 50

On fait l'hypothèse que le comportement viscoélastique d'un matériau chargé en fibres est celui de sa matrice. Nous avons utilisé dix couples de Maxwell. Les valeurs de g_k sont normées. Le spectre de relaxation, obtenu à partir de l'analyse DMTA, pour le PAA 50 est donné dans le Tableau 4.12,

k	g_k	λ_k s
1	8,78 e-2	1e+2
2	1,52 e-1	1e+5
3	1,63 e-1	1e+7
4	1,59 e-1	1e+9
5	6,40 e-2	1e+10
6	3,84 e-2	1e+11
7	3,66 e-2	1e+12
8	9,88 e-2	1e+13
9	6,22 e-2	2,3837e+18
10	1,38 e-1	5,8987e+25

Tableau 4.12: Spectre de relaxation pour le PAA 50. Les valeurs de g_k sont normées

4.5.2 Calcul à partir de l'orientation calculée dans la pièce

4.5.2.1 Déroulement du calcul

Le déroulement du calcul est identique à celui explicité dans le Chapitre 3, pour le cas d'un matériau isotrope. Les phases de remplissage et de compactage sont suivies de la phase de refroidissement. En revanche, pendant la phase de remplissage, le calcul d'orientation des fibres (cf. § 4.2.3) est activé. La distribution d'orientation de fibres (DOF) dans la cavité est indispensable pour calculer les propriétés mécaniques et thermiques du composite. C'est l'objet du prochain paragraphe. Le calcul des contraintes résiduelles se déroule de la même façon que pour un matériau non chargé, le modèle linéaire thermo – viscoélastique utilisé étant écrit dans une version anisotrope (Cf. § 3.1).

4.5.2.2 Calcul des propriétés mécaniques et thermiques du composite

Les propriétés mécaniques et thermiques d'un matériau chargé ne sont évidemment plus isotropes. Elles dépendent de la matrice et des fibres, donc de leur orientation. Comme détaillé dans le paragraphe 3.2 (Chapitre 3), on estime, dans un premier temps, les propriétés du composite unidirectionnel, en supposant que toutes les fibres sont alignées dans le même sens (modèles micromécaniques). Dans un deuxième temps, une procédure de pondération est mise en place pour tenir compte de l'orientation effective dans la cavité.

4.5.3 Utilisation de l'orientation mesurée pour le calcul des contraintes

4.5.3.1 Motivations

Notre principal objectif n'est pas de tester les différents modèles d'orientation de fibres proposés à ce jour, mais de tester la précision et la sensibilité du code (i.e. des différentes lois

que l'on peut activer) au niveau du calcul des contraintes résiduelles. Les différentes confrontations réalisées dans le paragraphe 4.3 ont montré que le modèle d'Advani-Tucker, quelle que soit la prise en compte de l'interaction entre fibres, n'était pas satisfaisant pour ces taux de chargement et pour cette épaisseur de cavité (1,7 mm). Une erreur sur la prédiction de l'orientation a des conséquences majeures sur la prédiction des propriétés thermiques et mécaniques du composite.

Notre motivation a donc été de mettre à profit la qualité et la quantité de données de distribution d'orientation de fibres réunies (§ 4.1.5) pour le PAA 50 et 30. Le principe est alors de désactiver le calcul d'orientation de fibres pendant le remplissage (modèle d'Advani-Tucker) et de rentrer manuellement les DOF réels, correspondants aux différentes situations de moulages qui sont concernées. De cette façon c'est bien la qualité du calcul des contraintes et déformées que l'on teste, et non la qualité des prédictions des propriétés thermiques et mécaniques à travers le calcul de l'orientation des fibres.

4.5.3.2 Méthodologie

Le code a donc été modifié¹¹ pour permettre l'introduction "manuelle" des DOF mesurées dans les éléments de la cavité que l'on souhaite modifier. Pour des raisons de confidentialité on ne donnera ici que les indications nécessaires à la compréhension des résultats. Les principales caractéristiques de cette modification sont les suivantes :

- le calcul des propriétés thermiques et mécaniques dans les éléments modifiés utilise la DOF introduite manuellement,

- les éléments connectés¹² aux éléments modifiés se verront attribuer la même DOF,

- dans les autres éléments, le calcul se déroule normalement (calcul de l'orientation à l'aide du modèle de d'Advani-Tucker-Bay),

- les phases de remplissage, compactage et refroidissement ne sont pas directement affectées par ces modifications,

- on ne peut attribuer qu'une seule et même DOF pour tous les éléments modifiés.

Cette dernière caractéristique est la plus handicapante, dans le sens où on ne peut attribuer une carte de DOF dans la pièce; cela implique, d'une part, qu'à chaque fois que l'on change de région d'analyse, il faut rentrer les nouvelles DOF correspondantes et, d'autre part, quand on calcule la déformée générale de la pièce, on est obligé de mettre une DOF moyenne évaluée à partir des différentes DOF mesurées dans la pièce, donc de ne pas tenir compte des hétérogénéités de distributions.

4.6 Prédiction des déformations et contraintes résiduelles

4.6.1 Prédiction de l'évolution de la pression dans le moule

La prédiction de la pression dans la cavité pour le PAA 50 est donnée sur la Figure 4.54. La pression imposée dans la buse dans le calcul est exactement celle enregistrée dans le capteur de buse: on regarde l'évolution de la pression dans la cavité mesurée dans les capteurs 1 et 2 et dans les nœuds correspondants. On est dans le cas de conditions d'injections standards.

¹¹ Les modifications ont été réalisées par R. Zheng, Centre de R&D de Moldflow, Australie. Les modifications ne sont pas disponibles dans les versions commerciales actuelles.

¹² éléments possédant au moins un nœud en commun.

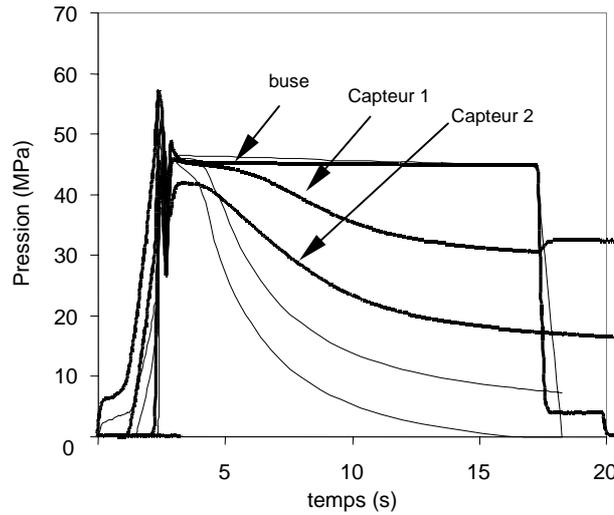


Figure 4.54: Comparaison des pressions enregistrées (trait gras) et calculées (trait fin) dans la cavité pour le PAA 50

Le pic de pression à la commutation fait que l'on a de la pression rémanente dans la cavité. En effet, le haut niveau de pression à la commutation a pour conséquence d'ouvrir le moule qui se déforme et peut accueillir plus de matière que normalement. On l'a vu la déformation du moule n'est pas prise en compte dans le calcul, qui ne peut donc pas tenir compte de la pression résiduelle dans la cavité. Les pressions calculées chutent donc avant. C'est à dire qu'au bout de la plaque on prédit une pression de 5 MPa à $t=8s$, alors qu'en réalité dans la pièce, on a 25 MPa.

4.6.2 Prédiction des déformations et contraintes résiduelles

4.6.2.1 Sensibilité aux paramètres d'injection

Comme dans le cas expérimental, parmi les différentes conditions d'injection testées et en absence de dissymétrie de refroidissement thermique, la plaque ne se déforme pratiquement pas en sortie de moule (flèche < 0,05 mm).

4.6.2.2 Cas d'un refroidissement dissymétrique

La confrontation des déflexions mesurées et calculées pour une différence de température ($\Delta T=20^\circ C$) pour différentes lois de comportement et différentes distributions d'orientation de fibres (DOF) est résumée dans le Tableau 4.13 pour le PAA 50. C'est le modèle Folgar-Tucker (avec loi de Bay pour C_I), noté FTB, qui est utilisé dans le cas de la DOF calculée (cas par défaut).

Loi de comportement	Viscoélastique		Elastique	mesure
DOF	manuelle	manuelle	calcul (FTB)	
Déflexion maximale <i>mm</i>	0,67	0,53	1,21	

Tableau 4.13: Confrontation des défections mesurées et calculées pour différentes lois de comportement et différentes distributions d'orientation de fibres (DOF)

Pour tous les calculs, les déformées calculées sont similaires et de même forme qu'expérimentalement avec un maximum au centre de la plaque. La déformée prédite par le calcul (FTB), sans correction de l'orientation, est largement surestimée (1,21 contre 0,63 mm mesurés). En revanche l'intérêt d'utiliser les DOF réelles mesurées dans les conditions

correspondantes est ici clairement démontré: un calcul viscoélastique associé à la DOF réelle donne une déformation (au centre) de 0,67 contre 0,63 mm mesurés. Le (petit) écart pouvant être attribué à l'approximation faite lorsqu'on utilise une DOF moyenne évaluée à partir des différentes DOF mesurées dans la pièce. Dans le cas du PAA 50, cependant, on a montré que la DOF était très peu sensible à la position dans la cavité (cf. Figure 4.29).

4.6.3 Comparaison des contraintes résiduelles calculées et mesurées

4.6.3.1 Cas standards

Pour les deux grades de PAA, on confronte sur la Figure 4.55 les profils de contraintes déterminés expérimentalement et ceux calculés en utilisant une loi de comportement thermo – viscoélastique associée à un modèle d'orientation de Folgar-Tucker-Bay et à l'orientation réelle (i.e. mesurée expérimentalement). Pour chacun des calculs, on représente les profils correspondants à trois nœuds couvrant la région de l'échantillon respectif.

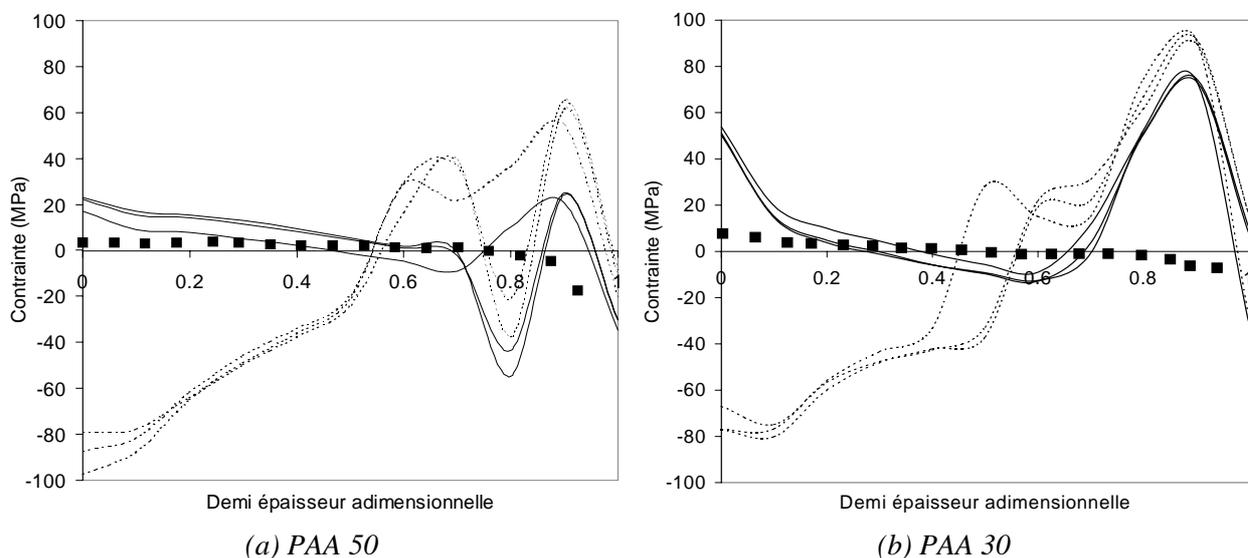


Figure 4.55: Confrontation des contraintes déterminées expérimentalement en P2 (■) et calculées en utilisant une loi de comportement thermo – viscoélastique: associée à un modèle d'orientation de Folgar-Tucker-Bay (---) et à une orientation réelle (—): pour le PAA 50 (a) et le PAA 30 (b)

On peut tirer plusieurs conclusions importantes de ces confrontations. D'abord on voit à quel point les contraintes sont sensibles aux distributions d'orientations de fibres utilisées. Ensuite, l'utilisation de la DOF réelle mesurée dans la pièce permet d'avoir une prédiction des contraintes bien meilleure. Enfin, les valeurs des contraintes restent dans l'ensemble surestimées (et même très largement dans le cas du PAA 30). Revenons en détail sur chacun de ces points.

Le calcul prédit une zone de cœur dans laquelle les fibres sont très fortement orientées dans la direction transverse à l'écoulement alors que dans les autres couches, les fibres sont très majoritairement et très largement orientées parallèlement à la DPE. Les niveaux de contraintes qui résultent d'une telle distribution ne sont pas surprenants. Si on considère la plaque dans son ensemble, le retrait total de celle-ci dans sa largeur est au moins deux fois plus important que dans sa longueur, si la majorité des fibres sont orientées dans cette direction. Les couches centrales vont donc être mises en compression par les couches avoisinantes qui, elles, veulent effectuer leur retrait dans la direction transverse à la DPE (puisqu'elles sont orientées dans la DPE). Faisons une estimation rapide: si on considère un retrait parallèle d'environ 0,01 et si on

pouvait dissocier la couche centrale des autres couches, celle-ci effectuerait un retrait perpendiculaire de 0,005 (valeur estimée à partir du retrait total), cela veut dire qu'une déformation équivalente d'environ -0.005 est appliquée sur la couche centrale par les couches avoisinantes. Le module d'Young est, de surcroît, dans cette direction (i.e. la longueur de la fibre) maximal (~ 17000 MPa); la contrainte de compression équivalente est donc d'environ 80-90 MPa.

Pour le PAA 50, le fait d'introduire dans le calcul la DOF réelle permet, d'une part, d'obtenir une forme de profil juste (traction/compression, aux oscillations près) et, d'autre part, des valeurs de contraintes beaucoup plus réalistes. Les écarts peuvent s'expliquer par la mauvaise prise en compte de la pression rémanente dans la cavité à cause de la déformation du moule (cf. Figure 4.54).

Dans le cas du PAA 30, l'amélioration apportée par la prise en compte de la DOF mesurée est moins remarquable, même si dans les couches intermédiaires les valeurs sont bonnes. Les autres valeurs sont assez largement surestimées. La mauvaise prise en compte de la pression rémanente peut être une explication, l'approximation de la DOF dans cette région peut en être une autre. En effet, la DOF dans cette région est souvent approchée du fait du caractère discontinu du cœur orienté transversalement. Dans les couches centrales l'orientation dans le sens transverse est, en réalité, plus marquée que ne l'indique la valeur du tenseur qui est moyennée sur toute la largeur de l'échantillon, donc sous estimée (cf. § 4.1.5.2). Une orientation plus marquée (dans le sens transverse) aurait pour conséquence de réduire ce niveau de tension en cœur.

Il faut, enfin, tenir compte de la variation de la concentration en fibres mesurée qui peut être très importante de la peau vers le cœur, suivant la position dans la plaque (cf. Figure 4.36): on dénombre, dans le cas du PAA 50, par exemple, une fois et demi plus de fibres dans les zones de cœur que dans les zones de peau. La distribution de module dans l'épaisseur va donc aussi être affectée par ce phénomène. Cette migration des fibres (qui de plus dépend de la longueur d'écoulement) n'est pas autorisée dans le code qui considère un nombre constant de fibres par couches¹³; il en résulte automatiquement des calculs incorrects des propriétés thermiques et mécaniques, donc des niveaux de contraintes, dans l'épaisseur.

4.6.3.2 Sensibilité aux paramètres d'injection

4.6.3.2.1 *Sensibilité à la pression de compactage*

La sensibilité du calcul des contraintes résiduelles à la pression de compactage pour le PAA 50 est représentée sur la Figure 4.56.

¹³ En réalité, le code considère un nombre de fibres constant par unité de volume; mais ici on considère des couches de même largeur, donc cela revient au même.

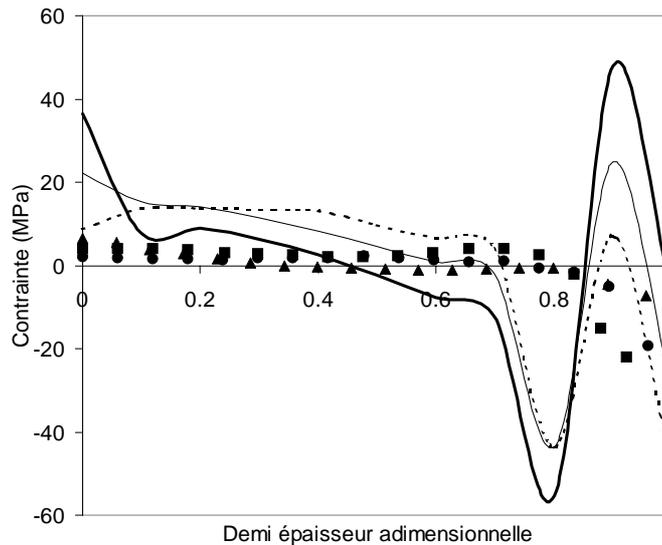


Figure 4.56: Sensibilité à la pression de maintien: contraintes mesurées: 15 MPa (●), 45 MPa (■) et 85 MPa (▲) et contraintes calculées (VE+ DOF manuelle): 15 MPa (---), 45 MPa (—) et 85 MPa (—)

Expérimentalement, le fait d'augmenter la pression de maintien a pour effet de réduire le niveau global de contraintes dans l'épaisseur. Même si l'ensemble des valeurs reste surestimé, la sensibilité du calcul est bonne. Les grandes oscillations du profil vers la paroi peuvent être dues au fort gradient thermique qui règne dans cette région, et à une instabilité numérique pour prévoir les zones effectivement solidifiées et démarrer le calcul de contraintes résiduelles.

4.6.3.2.2 Sensibilité au temps de maintien

La sensibilité du calcul des contraintes résiduelles à la pression de compactage pour le PAA 50 est représentée sur la Figure 4.57.

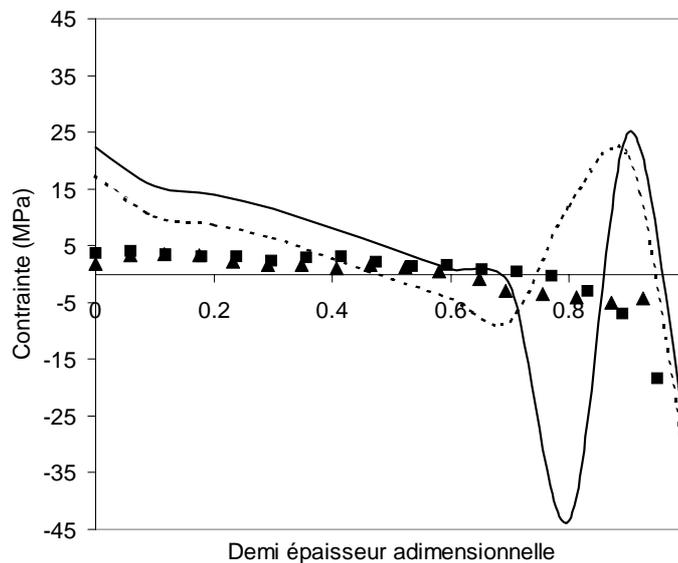


Figure 4.57: : Sensibilité au temps de maintien: contraintes mesurées: 15 s (■) et 25 s (▲) et calculées: 15 s (—) et 25 s (---)

Expérimentalement, le fait d'augmenter le temps de maintien a pour effet de réduire le niveau global de contraintes dans l'épaisseur: à ce niveau là, même si l'ensemble des valeurs reste surestimé, la sensibilité du calcul est bonne, sauf en peau, où le niveau de compression est inchangé.

4.6.3.3 Cas d'un refroidissement dissymétrique

Les confrontations des profils de contraintes résiduelles mesurés et calculés, pour une différence de température ($\Delta T=20^\circ\text{C}$), sont données sur la Figure 4.58 pour les positions *P1* et *P2*. On teste les différentes lois de comportement et les différentes distributions d'orientation de fibres (DOF).

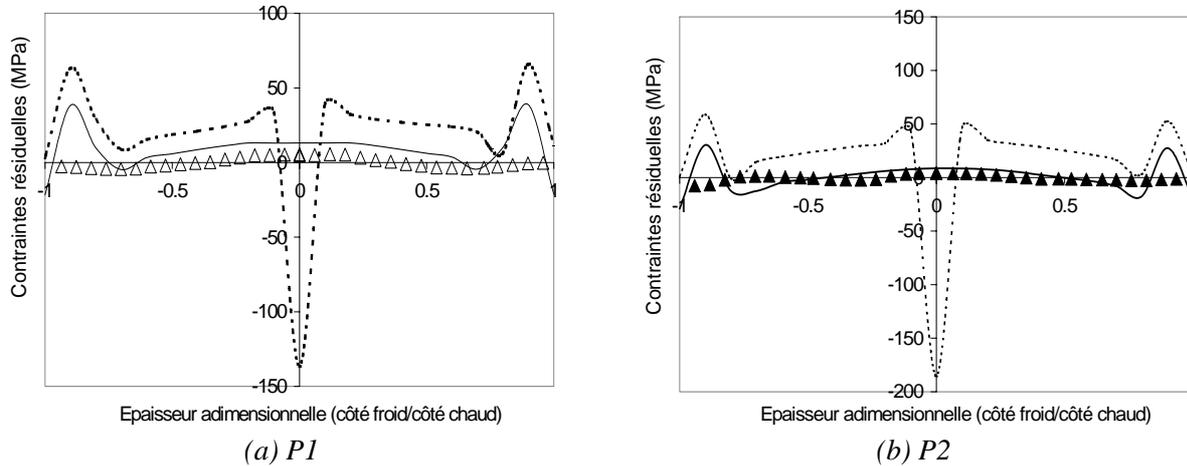


Figure 4.58: Confrontation des profils de contraintes résiduelles, en position *P1* et *P2*, pour le PAA 50, mesurés (Δ) et calculés en utilisant une loi de comportement thermo – viscoélastique: associée à un modèle d'orientation de Folgar-Tuker-Bay (---) et à une orientation réelle (—)

Pour les deux positions *P1* et *P2*, l'utilisation de la DOF mesurée permet une bien meilleure appréhension des profils de contraintes résiduelles dans la pièce.

Sur la Figure 4.59, on regroupe les deux profils pour les deux positions, afin de voir la sensibilité du code à la position dans la pièce.

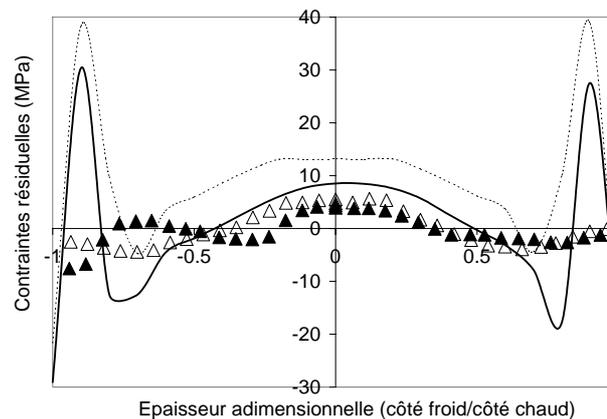


Figure 4.59: Confrontation des profils de contraintes résiduelles utilisant une loi de comportement thermo – viscoélastique associée à une orientation réelle: en position *P1*, mesuré (Δ) et calculé (---) et en position *P2*, mesurés (\blacktriangle) et calculé (—)

D'un point de vue expérimental, la région *P2* et plus globalement le côté froid de la pièce est moins sensible à l'action de la pression lors de la phase de compactage, on a donc un niveau de compression plus important en peau: le calcul est en accord à ce niveau. On retrouve aussi, par le calcul, le léger décalage (surtout en *P2*) de la zone de cœur de traction vers le côté chaud. En revanche le calcul prédit un niveau de compression surestimé dans les couches intermédiaires du

côté chaud, qu'on n'observe pas dans nos mesures expérimentales.

4.7 Conclusions du Chapitre 4

On présente, dans un premier temps, une technique d'analyse 2D pour déterminer la distribution d'orientation de fibres dans nos pièces injectées en PAA mise au point à l'Université de Leeds. Cette technique, entièrement automatisée, est validée à l'aide d'une technique 3D: elle permet de mettre en exergue un certain nombre d'erreurs, pour lesquelles des corrections sont proposées.

Les résultats d'orientation montrent clairement que les paramètres clés sont l'épaisseur de la cavité et le taux de concentration en fibres: pour des épaisseurs de cavités inférieures à 3 mm, les PAA 30 et 50 présentent une structure cœur – peau originale puisque constituée d'une zone de cœur très fine et discontinue au milieu d'une majorité de fibres très fortement alignées dans la direction d'écoulement. A partir d'une épaisseur de 3 mm, une structure cœur – peau plus classique est alors observable.

La prédiction de l'orientation par un modèle de Folgar-Tucker ne s'est pas révélée être satisfaisante pour des épaisseurs de cavités faibles. En revanche, pour les plaques plus épaisses, les prédictions deviennent excellentes pour les deux matériaux. La modification de l'interaction entre fibres par l'intermédiaire du coefficient d'interaction ne permet pas d'ajuster les profils d'orientation.

La technique des moments présentée et validée dans les chapitres précédents est utilisée avec succès pour deux polymères chargés en fibres de verre. Les niveaux de contraintes obtenus sont sensiblement plus élevés que ceux rencontrés dans des matériaux non renforcés. Les influences des conditions d'injections ainsi que des conditions de refroidissement dissymétriques sur les profils de contraintes résiduelles sont discutées dans le détail.

Le code est modifié de façon à pouvoir introduire les orientations de fibres mesurées manuellement dans le calcul des contraintes et déformations résiduelles. Ces modifications permettent d'obtenir des résultats bien meilleurs que ceux obtenus à partir du calcul de l'orientation. En dissociant ainsi le calcul des propriétés du matériau de celui des contraintes, on montre que la bonne prédiction de l'orientation dans la pièce est indispensable à la bonne prédiction des contraintes qui s'y développent. Plusieurs mécanismes liés à la migration des fibres et/ou aux effets de bords devraient à l'avenir être pris en compte dans des pièces dont les épaisseurs sont du même ordre de grandeur que la longueur caractéristique des fibres. La connaissance de la densité de fibres, au même titre que celle de l'orientation, est primordiale pour calculer les propriétés thermiques et mécaniques du composite, c'est à dire pour être capable de prédire avec précision les contraintes et déformations résiduelles dans la pièce moulée.

CHAPITRE 4 DETERMINATION DES CONTRAINTES RESIDUELLES DANS LE CAS D'UN MATERIAU CHARGE DE FIBRES 111

4.1	MESURE EXPERIMENTALE DE L'ORIENTATION DES FIBRES DANS LA PIECE	111
4.1.1	<i>Introduction</i>	111
4.1.1.1	Représentation de l'orientation des fibres.....	111
4.1.1.1.1	La fonction de distribution d'orientation de fibres.....	111
4.1.1.1.2	Les tenseurs d'orientation.....	112
4.1.1.1.3	Notations.....	113
4.1.1.2	Etat des connaissances sur l'orientation des fibres en injection.....	114
4.1.1.2.1	Les phénomènes d'orientation de fibres dans un écoulement.....	114
	Le cisaillement simple.....	115
	L'écoulement élongationnel.....	115
4.1.1.2.2	La structure cœur – peau.....	115
4.1.1.2.3	Principaux paramètres ayant de l'influence sur l'orientation des fibres.....	116
4.1.1.2.4	Autres influences.....	117
4.1.2	<i>Mesure de l'orientation des fibres dans des pièces injectées</i>	118
4.1.2.1	Principe.....	118
4.1.2.2	Méthodes d'analyse des paramètres de l'ellipse d'intersection.....	120
4.1.2.2.1	Technique des seconds moments (TSM).....	120
4.1.2.2.2	Technique des moindres carrés (TMC).....	121
4.1.2.3	Méthodologie expérimentale.....	122
4.1.2.3.1	Préparation des échantillons.....	122
4.1.2.3.2	Montage expérimental.....	123
4.1.2.3.3	Protocole de mesure.....	123
4.1.3	<i>Estimation des erreurs dues à l'analyse 2D</i>	124
4.1.3.1	Présentation de l'analyse 3D.....	124
4.1.3.2	Méthodologie.....	125
4.1.3.3	Résultats.....	125
4.1.4	<i>Correction des erreurs</i>	127
4.1.4.1	Erreur de mesure.....	128
4.1.4.2	Erreur systématique.....	129
4.1.4.3	Conclusion.....	132
4.1.5	<i>Résultats</i>	132
4.1.5.1	Méthodologie.....	132
4.1.5.1.1	Le moule et son alimentation.....	132
4.1.5.1.2	Matières.....	133
4.1.5.1.3	Conditions d'injection.....	133
4.1.5.1.4	Zones d'analyse.....	134
4.1.5.2	Etude du cas standard.....	135
4.1.5.2.1	Cas standard pour le PAA 50.....	135
4.1.5.2.2	Cas standard pour le PAA 30.....	136
4.1.5.3	Influence des paramètres d'injection.....	137
4.1.5.3.1	Effet de la pression de maintien.....	137
4.1.5.3.2	Effet de la vitesse d'injection.....	137
4.1.5.3.3	Effet de la température de moule.....	138
4.1.5.4	Influence de la position dans la plaque.....	138
4.1.5.4.1	Dans la direction de l'écoulement.....	138
4.1.5.4.2	Dans la direction perpendiculaire à l'écoulement.....	139
4.1.5.5	Influence de l'épaisseur de la plaque.....	140
4.1.5.6	Influence du taux de fibres.....	141
4.1.5.7	Etude de l'orientation dans le seuil d'injection.....	142
4.1.5.8	Mesures de densité de fibres.....	142
4.1.6	<i>Synthèse</i>	143
4.2	MODELISATION DE L'ORIENTATION DES FIBRES.....	144
4.2.1	<i>Introduction</i>	144
4.2.2	<i>Modélisation de l'orientation des fibres</i>	144
4.2.2.1	Fibre unique : modèle de Jeffery.....	144
4.2.2.2	Ensemble de fibres : modèle de Folgar-Tucker.....	145
4.2.2.3	Utilisation du tenseur d'orientation.....	146
4.2.2.4	Détermination de C_f	147
4.2.2.5	Autres paramètres qui influencent la prédiction de l'orientation des fibres.....	148
4.2.2.5.1	Influence de l'interaction écoulement – fibres.....	148
4.2.2.5.2	Influence de l'effet fontaine sur la prédiction de l'orientation des fibres.....	149

4.2.2.5.3	Influence des interactions fibres – parois du moule	149
4.2.2.5.4	Influence du choix de l'orientation des fibres en entrée	150
4.2.2.6	Conclusion	150
4.2.3	<i>Prédiction de l'orientation dans Moldflow</i>	151
4.2.3.1	Écoulement	151
4.2.3.2	Modèle d'orientation	151
4.2.3.3	Conditions aux limites	151
Interaction entre fibres	151	
Interaction fibre – paroi	152	
Orientation des fibres en entrée	152	
4.3	COMPARAISON DE L'ORIENTATION CALCULEE ET MESUREE	152
4.3.1	<i>Prédiction de la phase de remplissage</i>	152
4.3.2	<i>Etude d'un cas standard</i>	153
4.3.3	<i>Sensibilité au coefficient d'interaction des fibres</i>	153
4.3.4	<i>Sensibilité aux paramètres d'injection</i>	154
Etude du PAA 50	154	
Etude du PAA 30	154	
4.3.5	<i>Sensibilité à l'épaisseur de la plaque</i>	155
4.3.6	<i>Sensibilité à la position dans la plaque</i>	156
4.3.7	<i>Sensibilité au taux de concentration de fibres</i>	157
4.3.8	<i>Synthèse et conclusion</i>	157
4.4	MESURE EXPERIMENTALE DES CONTRAINTES RESIDUELLES	158
4.4.1	<i>Méthodologie expérimentale</i>	158
4.4.1.1	Protocole expérimental	158
4.4.1.2	Conditions d'injection	158
Cas d'un refroidissement symétrique	158	
Cas d'un refroidissement dissymétrique	158	
4.4.1.3	Zones d'analyse	159
4.4.2	<i>Résultats de déformations résiduelles</i>	159
4.4.2.1	Influence des conditions d'injections sur la déformée	159
4.4.2.2	Effet du refroidissement dissymétrique	159
4.4.3	<i>Résultats de contraintes résiduelles</i>	159
4.4.3.1	Etude du PAA 50: cas standard	160
4.4.3.2	Influence des conditions d'injection sur les profils de contraintes résiduelles (PAA 50)	160
4.4.3.2.1	Influence de la pression de maintien	160
4.4.3.2.2	Influence du temps de maintien	161
4.4.3.2.3	Influence de la température du moule	161
4.4.3.2.4	Influence du taux de fibres	162
4.4.3.3	Profils de contraintes dans le cas d'un refroidissement dissymétrique	163
Méthodologie	163	
Résultats de contraintes pour le PAA 50	163	
4.5	CALCUL DES CONTRAINTES RESIDUELLES DANS LE CAS D'UN MATERIAU CHARGE DE FIBRES	164
4.5.1	<i>Caractéristiques utilisées pour la simulation du PAA 30 et du PAA 50</i>	164
4.5.1.1	Les caractéristiques mécaniques	164
4.5.1.2	Les caractéristiques thermiques	164
4.5.1.3	Les données pVT	165
4.5.1.4	Les données rhéologiques	165
Dépendance de la viscosité avec le taux de cisaillement	165	
Données viscoélastiques linéaires	165	
4.5.2	<i>Calcul à partir de l'orientation calculée dans la pièce</i>	166
4.5.2.1	Déroulement du calcul	166
4.5.2.2	Calcul des propriétés mécaniques et thermiques du composite	166
4.5.3	<i>Utilisation de l'orientation mesurée pour le calcul des contraintes</i>	166
4.5.3.1	Motivations	166
4.5.3.2	Méthodologie	167
4.6	PREDICTION DES DEFORMATIONS ET CONTRAINTES RESIDUELLES	167
4.6.1	<i>Prédiction de l'évolution de la pression dans le moule</i>	167
4.6.2	<i>Prédiction des déformations et contraintes résiduelles</i>	168
4.6.2.1	Sensibilité aux paramètres d'injection	168
4.6.2.2	Cas d'un refroidissement dissymétrique	168
4.6.3	<i>Comparaison des contraintes résiduelles calculées et mesurées</i>	169
4.6.3.1	Cas standards	169
4.6.3.2	Sensibilité aux paramètres d'injection	170
4.6.3.2.1	Sensibilité à la pression de compactage	170
4.6.3.2.2	Sensibilité au temps de maintien	171

4.6.3.3	Cas d'un refroidissement dissymétrique.....	172
4.7	CONCLUSIONS DU CHAPITRE 4.....	173

Conclusions

La simulation de la phase de compactage, ou plus généralement des écoulements compressibles, tend, comme celle du remplissage, à devenir un outil d'aide à la conception fiable et largement utilisé par les concepteurs de moule et les transformateurs de matières pour localiser et dimensionner les seuils d'injection, optimiser la position des canaux de refroidissement ou encore prévoir les lignes de ressoudure.

Il n'en est pas de même de la simulation des déformations et contraintes résiduelles. La physique particulièrement complexe des phénomènes impliqués reste encore difficile à incorporer. Les logiciels se sophistiquent, mais évidemment la précision de leurs résultats dépend étroitement de la qualité des modèles et des données physiques qui ne sont pas toutes aisées à mesurer.

Notre étude a porté sur la compréhension de ces phénomènes à travers la mesure (i) et la modélisation (ii) des contraintes et déformations dans des pièces injectées en thermoplastiques. Les principales conclusions de chacune de ces études sont réunies dans les deux paragraphes suivants.

(i) Mesure des contraintes résiduelles dans une pièce injectée

- Développement d'une nouvelle approche pour mesurer les contraintes résiduelles dans un matériau hétérogène

- Nous avons proposé une évolution originale de la technique de mesure des contraintes résiduelles par enlèvement de couches, la méthode des moments, qui ne nécessite pas de supposer le matériau homogène dans l'épaisseur. L'approche est donc applicable à tous types de matériaux, qu'ils soient chargés ou non. Elle est basée sur la mesure directe des moments de flexion qui sont créés suite à l'enlèvement successif des couches, la relation entre contrainte et moment étant indépendante des propriétés mécaniques du matériau.
- La méthode des moments a montré une très bonne reproductibilité. Elle a été validée pour un thermoplastique semi-cristallin (polypropylène) et un amorphe (ABS) en la confrontant à l'analyse de Treuting & Read, qui, basée sur la mesure de la courbure de l'échantillon, nécessite, elle, de supposer le matériau homogène dans l'épaisseur. Pour le polypropylène, même si globalement la forme du profil de contraintes est identique, la seconde approche a tendance à surestimer les niveaux de contraintes par rapport à la première. On attribue cette différence au fait de considérer le module d'Young constant dans l'épaisseur. Dans le cas d'un polymère amorphe, qui est beaucoup plus homogène dans l'épaisseur, les deux approches donnent des résultats très similaires.

- Une analyse inverse à partir de la méthode des moments a été développée afin d'estimer la variation du module d'Young dans l'épaisseur à partir des essais de flexion successifs. On montre que le module peut varier du simple au double entre la peau et le cœur pour le polypropylène.

- *Discussion détaillée sur la technique de mesure des contraintes*

- Pour la première fois, à notre connaissance, une discussion détaillée sur l'opération d'enlèvement de couche par fraisage et les perturbations qu'elle génère sur les résultats de contraintes a été proposée.
- L'enlèvement successif des couches est le principal désavantage de l'approche proposée. Nous avons montré que, pour l'ensemble des matériaux étudiés (polypropylène, polyarylamide, polyarylamide 50 %), la variation des conditions d'usinage pouvait provoquer des changements importants sur le profil de contraintes résiduelles (forme et niveaux) sans pour autant donner d'indications sur sa distribution réelle dans l'épaisseur.
- Nous avons mesuré l'élévation de température associée à l'usinage de la pièce. Ces mesures de températures se sont avérées particulièrement difficiles à effectuer et sont probablement sous estimées par rapport aux valeurs réelles. Pour certaines conditions d'usinage, on a enregistré d'importantes élévations de température au niveau de l'interface fraise/polymère, proches des températures de fusion des polymères testés (polypropylène, polyarylamide, polyarylamide 50). On a montré que ce dégagement de chaleur variait sensiblement d'un matériau à l'autre et était très localisé, dans le plan et dans l'épaisseur de l'échantillon usiné.
- Les conséquences de cette élévation de température restent mal connues. D'une part, on peut supposer qu'une élévation importante de la température locale aura pour effet d'accélérer la relaxation des contraintes. Mais, d'autre part, on se retrouve dans la situation d'un nouveau refroidissement dissymétrique, générateur d'un nouvel état de contraintes.
- On a montré cependant que pour certaines conditions d'usinage la variation de tel ou tel paramètre n'influait plus trop les résultats de contraintes. Il est apparu, en particulier, que, pour un diamètre de fraise petit et pour une vitesse d'avance rapide, la vitesse de rotation de la fraise mais surtout la profondeur de passe ne perturbaient plus les valeurs et la forme des profils de contraintes. De plus, l'échauffement était relativement limité. A défaut d'avoir isolé un protocole d'usinage type pour l'ensemble des matériaux, nous sommes parvenus à trouver un protocole d'usinage "stable", dans la mesure où il a permis d'obtenir des résultats reproductibles, précis et peu sensibles à certaines conditions d'usinage difficiles à contrôler ou que l'on souhaite modifier au cours de l'analyse, comme la profondeur de passe.
- Une technique de mesure utilisant l'usinage comme procédé d'enlèvement des couches reste donc pertinente pour comparer différents paramètres entre eux, comme l'effet de la position dans la pièce ou l'influence des conditions d'injection, mais ne l'est plus pour comparer différents matériaux entre eux. Dans tous les cas, rien ne nous permet de conclure quant à la véracité des valeurs mesurées.

- Principaux résultats de contraintes et déformations résiduelles

- Deux moules ont été testés (un moule *plaque* et *coins*), et plusieurs conditions d'injections regardées. Dans chacune des cavités, plusieurs positions ont été analysées. L'influence de la pression et de la température du moule, combinées à la position dans la pièce sont apparues comme les paramètres prépondérants dans la construction des contraintes résiduelles. Dans la majorité des cas, on a mesuré un profil de contraintes, avec de la traction à cœur et de la compression en peau. Dans le cas du polypropylène, les contraintes dépassent rarement 8 MPa en valeur absolue.
- En particulier, le rôle de la pression figée sur la distribution des contraintes résiduelles a été un axe de recherche important. On montre ainsi que si la pièce est suffisamment alimentée en pression, même une variation faible du profil de maintien imposé en entrée (comme la présence d'un pic de pression à la commutation) peut changer la physionomie du profil de contraintes. La présence éventuelle de traction dans les couches de peau est, elle, associée un profil de pression (solidifié) hétérogène dans l'épaisseur. C'est à dire que les couches de peau solidifient à pression faible (pendant le remplissage) alors que les couches suivantes solidifient, elles, à forte pression (pendant le compactage). On montre, ainsi, qu'il est possible d'inverser la forme du profil (i.e. compression à cœur et tension en peau) lorsque l'on utilise une pression de compactage élevée et maintenue suffisamment longtemps.
- La méthode des moments présentée et validée dans les chapitres précédents a été utilisée avec succès pour deux polymères chargés en fibres de verre (polyarylamide 30 et 50). Les niveaux de contraintes obtenus sont sensiblement plus élevés que ceux rencontrés dans des matériaux non renforcés (on peut atteindre des contraintes de 20 MPa de compression en peau). Pour ces matériaux, le temps de figeage de la pièce est plus rapide (par rapport au polypropylène) à cause des fibres de verre. Les couches successives se solidifient donc à des pressions proches et les conditions ne sont pas réunies pour générer de la traction en peau.
- Quels que soient les matériaux et les conditions d'injection testées, en l'absence de dissymétrie de refroidissement thermique, la plaque se déforme très peu en sortie de moule. La déformée maximale, localisée au centre de la pièce, a toujours été inférieure à 0,2 mm. Pour une différence de température entre les deux parois du moule d'environ 40°C, la déformation maximale a été mesurée à 5 mm pour le polypropylène, mais est restée inférieure au millimètre pour le polyarylamide 50.
- Que ce soit dans le cas du PP ou celui du polyarylamide, l'établissement d'une relation de cause à effet entre la déformée finale de la pièce et les profils de contraintes mesurées est difficile puisque ces derniers sont, par définition, à nouveau équilibrés. Cependant, dans une géométrie simple comme celle de la plaque, ces profils ne sont pas très différents de ceux avant éjection et leurs études même qualitatives sont intéressantes de ce point de vue. Il est d'autant plus difficile de conclure que, dans le cas d'un matériau chargé, l'anisotropie créée par l'orientation des fibres peut engendrer des déformations non représentées par l'état de contraintes mesuré localement.
- On se gardera toutefois de généraliser l'ensemble des résultats présentés dans cette étude, tant, en situation industrielle, les configurations peuvent être différentes. D'abord, le seuil d'injection dans une pièce industrielle est souvent de très faible épaisseur (de façon à être détaché facilement du reste de l'alimentation) et donc fige généralement en premier. Pour nos moulées, le compactage a été particulièrement efficace du fait du volume important du seuil

utilisé, et c'est l'extrémité de la pièce qui a figé, dans le cas de notre plaque, avant le seuil d'injection. Ensuite, la géométrie de la cavité, elle-même, est sensiblement plus complexe (coins, nervures, réductions d'épaisseurs ...) que dans une plaque simple, et les pertes de charges peuvent être, par conséquent, beaucoup plus importantes. Enfin, la pression à la commutation n'est pas contrôlée (ou contrôlable), comme cela a été le cas ici, faute de temps et/ou de moyens.

(ii) Modélisation des contraintes résiduelles dans une pièce injectée

- Modélisation des contraintes résiduelles dans un matériau non renforcé

- On a regardé, dans un premier temps, quelles incidences avaient, sur le calcul des contraintes, de faibles variations de certains paramètres, comme la température de non-écoulement ou la température du moule. La dispersion des résultats d'un élément à un autre a, aussi, été regardée avec attention. Les variations que l'on a considérées correspondent à celles observées lors des mesures expérimentales. Il ressort que les couches de peau, en particulier, y sont très sensibles. La forme même du profil dans l'épaisseur peut en être affectée. Cette sensibilité devrait être intégrée dans l'analyse des résultats, ce qui n'est, en réalité, pratiquement jamais le cas, faute de temps.
- Nous avons présenté de nombreuses confrontations aux mesures expérimentales dans le cas du moule *plaque* mais aussi dans celui du moule *coins*, pour plusieurs conditions d'injection et positions dans la pièce. Compte tenu des incertitudes de mesure (notamment en peau) et malgré certaines valeurs qui ont été surestimées (pour autant que les valeurs expérimentales ne soient pas, elles, sous estimées !), on peut conclure que le calcul viscoélastique donne des résultats satisfaisants et présente une bonne sensibilité aux paramètres les plus influents, tels que la pression et/ou la température du moule. Le calcul élastique a aussi été testé et a tendance à surestimer de façon importante les niveaux de contraintes.
- Dans le cas d'une pression (de maintien ou de commutation) importante, l'existence d'une pression résiduelle dans la cavité due à la déformation du moule n'est, en revanche, pas prédite par le calcul. Le niveau de pression est par conséquent sous estimé et les contraintes résiduelles sont, dans ces cas, surestimées par le calcul.
- Enfin les incertitudes liées à la mesure des contraintes résiduelles, notamment dans les zones de peau, obligent à une certaine prudence quant aux explications données sur l'importance et/ou la nature des écarts observés.

- Modélisation des contraintes résiduelles dans les pièces chargées

- La modélisation des pièces renforcées nécessite une approche particulière. La bonne prédiction des contraintes passe d'abord par une bonne prédiction des propriétés thermo-mécaniques, donc de l'orientation des fibres, dans la pièce. Notre principal objectif n'était pas de tester les différents modèles d'orientation de fibres existants, mais de tester la précision et la sensibilité du code au niveau du calcul des contraintes résiduelles.
- Différentes confrontations avec de nombreuses mesures validées ont montré que le modèle d'Advani-Tucker, quelle que soit la valeur du coefficient d'interaction utilisée, n'était plus pertinent dans le cas de taux de fibres élevés ($\geq 30\%$) et d'épaisseurs de cavité fines ($\leq 1,7$ mm). Dans ces conditions, la prédiction de la distribution d'orientation de fibres (DOF) dans

la pièce est satisfaisante en peau mais incorrecte dans la zone de cœur. Le calcul prédit une zone de cœur dans laquelle les fibres sont très orientées dans le sens transverse à la direction principale d'écoulement (DPE) alors qu'expérimentalement, on a mis en évidence, pour les deux grades de polyarylamide, une zone de cœur, certes orientée transversalement à DPE, mais extrêmement fine et, surtout, intermittente (le reste des fibres étant très orienté dans la DPE). En revanche, pour les plaques plus épaisses, les prédictions étaient bonnes pour les deux matériaux (polyarylamide 30 et 50).

- Notre démarche a donc été de mettre à profit la qualité et la quantité de données de distribution d'orientation de fibres réunies pour ces deux matériaux. Le principe a été, alors, de désactiver le calcul d'orientation de fibres pendant le remplissage (modèle d'Advani-Tucker) et de rentrer manuellement les DOF réelles, correspondant aux différentes situations de moulages. De cette façon c'est bien la qualité du calcul des contraintes et déformées que l'on a testé, et non la qualité des prédictions des propriétés thermiques et mécaniques à travers le calcul de l'orientation des fibres. Le fait de prendre en compte l'orientation réelle des fibres dans la pièce a permis d'obtenir des résultats bien plus pertinents que ceux obtenus à la suite du calcul d'orientation, démontrant ainsi ses faiblesses.
- Pour le polyarylamide 50, le fait d'introduire dans le calcul la DOF réelle a permis, d'une part, d'obtenir une forme de profil juste (traction/compression) et, d'autre part, des valeurs de contraintes beaucoup plus réalistes. Les écarts restants peuvent s'expliquer par la mauvaise prise en compte de la pression rémanente dans la cavité à cause de la déformation du moule. Dans le cas du polyarylamide 30, l'amélioration apportée par la prise en compte de la DOF mesurée s'est avérée moins remarquable, même si dans les couches intermédiaires les valeurs sont bonnes. Les autres valeurs sont, dans l'ensemble, assez largement surestimées.
- A partir des mesures d'orientation, il nous a été possible d'estimer la concentration en fibres dans l'épaisseur. Il est apparu que cette concentration pouvait varier de façon importante non seulement de la peau vers le cœur, mais, aussi, avec la longueur de l'écoulement. Les propriétés thermiques et mécaniques dans l'épaisseur vont donc aussi être affectées par cette double hétérogénéité, dans l'épaisseur et dans le plan. Cette migration des fibres n'est pas autorisée dans le code qui considère une répartition régulière des fibres dans l'ensemble de la cavité. Cette approximation va participer, aussi, de façon importante à la mauvaise évaluation du niveau de contraintes dans l'épaisseur.

Perspectives

- Détermination expérimentale des contraintes résiduelles dans une pièce injectée

Mesurer avec précision les contraintes résiduelles dans la pièce être considéré comme une priorité, si l'on veut, à terme, être en mesure d'évaluer la précision des codes de calcul. Il serait, pour cela, intéressant de connaître l'influence de certains paramètres d'usinage que nous n'avons pas pu tester, comme la géométrie de la fraise. Une étude plus précise et plus systématique des niveaux de chaleur impliqués devraient nous apporter des clés supplémentaires pour comprendre la nature des perturbations engendrées. Il serait intéressant, à cet égard, d'usiner sous eau (ou autre liquide de refroidissement) afin d'évacuer la chaleur dégagée.

Parallèlement, la technique de polissage mériterait d'être développée plus à fond, dans la mesure où elle apparaît comme l'une des seules alternatives à l'usinage par fraisage. Notre faible expérience ne nous permet pas de conclure sur l'usinage par ablation laser mais cette technique semble bien convenir au polycarbonate. Il pourrait être intéressant de s'en servir pour valider une autre technique, du moins pour ce matériau.

Enfin, d'autres techniques pourront être envisagées, comme la diffraction des rayons X.

- Modélisation des contraintes résiduelles dans une pièce injectée

- On a vu l'importance de l'évaluation des champs de pression dans la phase liquide. Elles dépendent de différents facteurs :
 - Les courbes pVT : pour les polymères semi – cristallins, une voie est de coupler ces courbes au taux de cristallinité, ce qui suppose une loi cinétique réaliste.
 - La température de non-écoulement conditionne la fin de l'admission de matière dans la cavité, ou de son transport à l'intérieur. Là encore, un couplage avec le taux de cristallinité est une solution prometteuse.
 - La loi de viscosité dépend de la température et du taux de cisaillement, mais aussi de la pression.
 - La prise en compte de la déformation du moule, même de façon simplifiée, devrait permettre d'évaluer la pression résiduelle dans la cavité.
- La thermique conditionne l'ensemble des phases. Elle est couplée avec l'éventuelle cristallisation. Les modèles peuvent être affinés pour mieux prendre en compte les spécificités du matériau (par exemple dans le cas des polymères renforcés) et du procédé (résistance thermique de contact à l'interface polymère- moule).
- Pour le calcul des contraintes et déformations résiduelles, il faudra améliorer les lois de comportement viscoélastique, en particulier au niveau du principe de superposition temps – température particulièrement complexe pour les polymères semi-cristallins, mais aussi par la prise en compte de l'hétérogénéité structurelle, liée à l'orientation moléculaire et/ou à la cristallisation. Par ailleurs, il est probable que les approches de type couche mince sont limitées, même avec des géométries qui semblent s'y prêter (problème des coins).
- Dans le cas des matériaux renforcés, les progrès doivent porter sur une meilleure modélisation de l'orientation des fibres mais aussi de certains mécanismes liés à leur migration et aux effets de bords, qui peuvent devenir prépondérants dans le cas de cavités d'épaisseurs fine et de taux de fibres importants.

Annexe A **Détail du calcul de Treuting & Read et de l'approche des moments**

A.1 Détermination de l'équation générale

Echantillon au départ,

$$F_x = \int_{-z_0}^{z_0} \sigma_x(z) dz = 0 \quad (a)$$

$$M_x = \int_{-z_0}^{z_0} \sigma_x(z) z dz = 0 \quad (b)$$

Pelage d'une couche,

$$F_x(z_1) = \int_{-z_0}^{z_1} \sigma_x(z) dz \quad (1)$$

$$M_x(z_1) = \int_{-z_0}^{z_1} \sigma_x(z) \left(z + \frac{z_0 - z_1}{2} \right) dz \quad (2)$$

La ligne médiane de la section se trouve déplacée de $-\frac{z_0 - z_1}{2}$ suivant z ,

L'équation (2) donne,

$$\begin{aligned}
\frac{dMx(z_1)}{dz_1} &= \frac{d}{dz_1} \left\{ \int_{-z_0}^{z_1} \sigma_x(z) \left(z + \frac{z_0 - z_1}{2} \right) dz \right\} \\
&= \frac{d}{dz_1} \left\{ \int_{-z_0}^{z_1} \sigma_x(z) z dz \right\} + \frac{d}{dz_1} \left\{ \int_{-z_0}^{z_1} \sigma_x(z) \left(\frac{z_0 - z_1}{2} \right) dz \right\} \\
&= \sigma_x(z_1) z_1 - \frac{1}{2} \int_{-z_0}^{z_1} \sigma_x(z) dz + \sigma_x(z_1) \left(\frac{z_0 - z_1}{2} \right)
\end{aligned}$$

c'est à dire,

$$\frac{dMx(z_1)}{dz_1} = \sigma_x(z_1) \left(\frac{z_0 + z_1}{2} \right) - \frac{1}{2} \int_{-z_0}^{z_1} \sigma_x(z) dz \quad (3)$$

et avec l'équation (1), on obtient,

$$\sigma_x(z_1) = \left(\frac{1}{z_0 + z_1} \right) \left(F_x(z_1) + 2 \frac{dMx(z_1)}{dz_1} \right) \quad (4)$$

On a également,

$$\frac{dFx(z_1)}{dz_1} = \frac{d}{dz_1} \left\{ \int_{-z_0}^{z_1} \sigma_x(z) dz \right\} = \sigma_x(z_1) \quad (5)$$

En substituant les équations (1) et (5) dans (4), on obtient,

$$\frac{dMx(z_1)}{dz_1} = \frac{dFx(z_1)}{dz_1} \frac{z_0 + z_1}{2} - \frac{1}{2} F_x(z_1) \quad (6)$$

soit,

$$\frac{2}{z_0 + z_1} \frac{dMx(z_1)}{dz_1} = \frac{dFx(z_1)}{dz_1} - \frac{F_x(z_1)}{z_0 + z_1} \quad (7)$$

ou encore,

$$\frac{2}{(z_0 + z_1)^2} \frac{dMx(z_1)}{dz_1} = \frac{dFx(z_1)}{dz_1} \frac{1}{z_0 + z_1} - \frac{F_x(z_1)}{(z_0 + z_1)^2}$$

On obtient finalement,

$$\frac{2}{(z_0 + z_1)^2} \frac{dMx(z_1)}{dz_1} = \frac{d}{dz_1} \left(\frac{Fx(z_1)}{z_0 + z_1} \right) \quad (8)$$

$$\int_{z_1}^{z_0} \frac{2}{(z_0 + z)^2} \frac{dMx(z)}{dz} dz = \int_{z_1}^{z_0} \frac{d}{dz_1} \left(\frac{Fx(z)}{z_0 + z} \right) dz \quad (9)$$

La condition (a) impose,

$$-\int_{z_1}^{z_0} \frac{2}{(z_0 + z)^2} \frac{dMx(z)}{dz} dz = \frac{Fx(z)}{z_0 + z_1} \quad (10)$$

De plus, avec la condition (b) et en intégrant par parties, on a,

$$\frac{2Mx(z_1)}{(z_0 + z_1)^2} - 4 \int_{z_1}^{z_0} \frac{Mx(z)}{(z_0 + z)^3} dz = \frac{Fx(z_1)}{z_0 + z_1} \quad (11)$$

Finalement, on trouve,

$$Fx(z_1) = \frac{2Mx(z_1)}{z_0 + z_1} - 4(z_0 + z_1) \int_{z_1}^{z_0} \frac{Mx(z)}{(z_0 + z)^3} dz \quad (12)$$

et en reportant dans (4), on a,

$$\sigma_x(z_1) = \frac{2}{z_0 + z_1} \frac{dMx(z_1)}{dz_1} + \frac{2}{(z_0 + z_1)^2} Mx(z_1) - 4 \int_{z_1}^{z_0} \frac{Mx(z)}{(z_0 + z)^3} dz \quad (13)$$

Pour une plaque en flexion pure et un matériau homogène isotrope, on a (cf. § A.3),

$$M_x(z_1) = -\frac{E(z_0 + z_1)^3}{12(1-\nu^2)} (\varphi_x(z_1) + \nu\varphi_y(z_1)) \quad (14)$$

Si on dérive l'équation (14),

$$\frac{dM_x(z_1)}{dz_1} = -\frac{E(z_0 + z_1)^3}{12(1-\nu^2)} \left\{ \begin{array}{l} 3(z_0 + z_1)^2 (\varphi_x(z_1) + \nu\varphi_y(z_1)) \\ + (z_0 + z_1)^3 \left(\frac{d\varphi_x(z_1)}{dz_1} + \nu \frac{d\varphi_y(z_1)}{dz_1} \right) \end{array} \right\} \quad (15)$$

On remplace l'équation (15) dans (13),

$$\begin{aligned} \sigma_x(z_1) = & -\frac{E(z_0 + z_1)^2}{6(1-\nu^2)} \left(\frac{d\varphi_x(z_1)}{dz_1} + \nu \frac{d\varphi_y(z_1)}{dz_1} \right) \\ & - 4 \frac{E(z_0 + z_1)}{6(1-\nu^2)} (\varphi_x(z_1) + \nu\varphi_y(z_1)) \\ & + 2 \frac{E}{6(1-\nu^2)} \int_{z_1}^{z_0} (\varphi_x(z_1) + \nu\varphi_y(z_1)) dz \end{aligned} \quad (16)$$

Finalement, la forme générale de l'équation (pour un matériau homogène isotrope) est,

$$\sigma_x(z_1) = -\frac{E}{6(1-\nu^2)} \left\{ \begin{array}{l} (z_0 + z_1)^2 \left(\frac{d\varphi_x(z_1)}{dz_1} + \nu \cdot \frac{d\varphi_y(z_1)}{dz_1} \right) \\ + 4(z_0 + z_1)(\varphi_x(z_1) + \nu \cdot \varphi_y(z_1)) \\ - 2 \int_{z_1}^{z_0} (\varphi_x(z_1) + \nu \cdot \varphi_y(z_1)) dz \end{array} \right\} \quad (17)$$

A.2 Cas particuliers

A.2.1 La déformation dans une direction peut être négligée

Par exemple suivant y ; alors $\sigma_y = \nu \cdot \sigma_x$ et $\varphi_y = 0$, l'équation (17) devient,

$$\sigma_x(z_1) = -\frac{E}{6(1-\nu^2)} \left\{ \begin{array}{l} (z_0 + z_1)^2 \frac{d\varphi_x(z_1)}{dz_1} \\ + 4(z_0 + z_1)\varphi_x(z_1) - 2 \int_{z_1}^{z_0} \varphi_x(z_1) dz \end{array} \right\}$$

A.2.2 La courbure est la même dans les 2 directions

Une seule composante est nécessaire pour les mesures : $\sigma_y = \sigma_x$ et $\varphi_y = \varphi_x$ et l'équation (17) devient,

$$\sigma_x(z_1) = -\frac{E}{6(1-\nu)} \left\{ \begin{array}{l} (z_0 + z_1)^2 \frac{d\varphi_x(z_1)}{dz_1} \\ + 4(z_0 + z_1)\varphi_x(z_1) - 2 \int_{z_1}^{z_0} \varphi_x(z_1) dz \end{array} \right\}$$

A.3 Flexion pure d'une plaque plane, dans le domaine élastique pour un matériau isotrope [Timoshenko, 40]

Loi de comportement d'une plaque,

$$\begin{Bmatrix} N \\ M \end{Bmatrix} = \begin{bmatrix} A & B \\ B & D \end{bmatrix} \begin{Bmatrix} \varepsilon^0 \\ \varphi \end{Bmatrix}$$

avec,

$$\{N\} = \begin{Bmatrix} N_x \\ N_y \\ N_z \end{Bmatrix} \text{ et } \{M\} = \begin{Bmatrix} M_x \\ M_y \\ M_z \end{Bmatrix}$$

$$A_{ij} = \sum_{p=1}^n Q_{ij}^p \cdot (h_p - h_{p-1}), \quad B_{ij} = \frac{1}{2} \sum_{p=1}^n Q_{ij}^p \cdot (h_p^2 - h_{p-1}^2) \text{ et } D_{ij} = \frac{1}{3} \sum_{p=1}^n Q_{ij}^p \cdot (h_p^3 - h_{p-1}^3)$$

Où Q_{ij} est la matrice de rigidité. On peut donc écrire,

$$\{\varepsilon^0\} = \begin{Bmatrix} \varepsilon_x^0 \\ \varepsilon_y^0 \\ \varepsilon_z^0 \end{Bmatrix} : \text{élongations et } \{\varphi\} = \begin{Bmatrix} -\varphi_x \\ -\varphi_y \\ -\varphi_z \end{Bmatrix} : \text{courbures}$$

avec l'hypothèse de Love-Kirchoff : $\varepsilon_i = \varepsilon_i^0 - \varphi_i \cdot z$.

Pour une plaque homogène isotrope d'épaisseur h , on a,

$$\begin{bmatrix} A & B \\ B & D \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} \frac{E.h}{1-\nu^2} & \frac{\nu.E.h}{1-\nu^2} & 0 & 0 & 0 & 0 \\ \frac{\nu.E.h}{1-\nu^2} & \frac{E.h}{1-\nu^2} & 0 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & \frac{E.h}{2(1+\nu)} & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & \frac{E.h^3}{12(1-\nu^2)} & \frac{\nu.E.h^3}{12(1-\nu^2)} & 0 \\ 0 & 0 & 0 & \frac{\nu.E.h^3}{12(1-\nu^2)} & \frac{E.h^3}{12(1-\nu^2)} & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & \frac{E.h^3}{24(1+\nu)} \end{bmatrix}$$

d'où,

$$\begin{Bmatrix} M_x \\ M_y \\ M_z \end{Bmatrix} = [B]\{\varepsilon^0\} + [D]\{\varphi\} = [D]\begin{Bmatrix} -\varphi_x \\ -\varphi_y \\ -\varphi_z \end{Bmatrix}$$

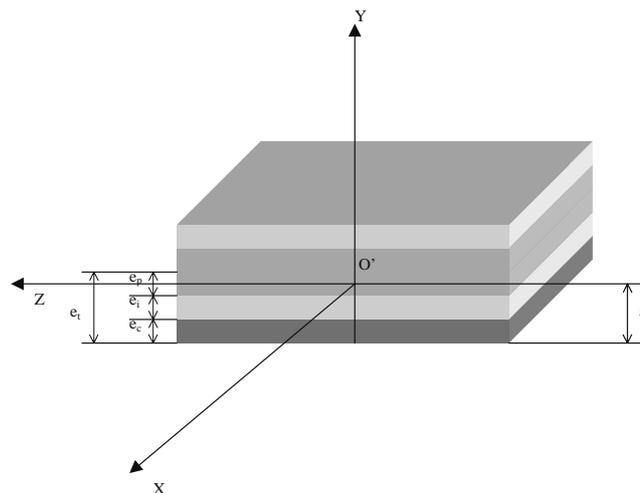
Dans notre cas, on cherche $M_x(z_1)$ avec $h = z_1 - (-z_0) = z_0 + z_1$, on obtient finalement,

$$M_x(z_1) = -\frac{E(z_0 + z_1)^3}{12(1-\nu^2)} \varphi_x(z_1) - \frac{\nu.E(z_0 + z_1)^3}{12(1-\nu^2)} \varphi_y(z_1)$$

Annexe B Détermination de la distribution de modules par analyse inverse

B.1 Calcul des modules d'un tricouche symétrique

(i) Enlèvement de la Couche de peau



On a un nouveau centre élastique O' à la distance suivante,

$$a = \frac{b \left(\int_0^{e_p} E_p \cdot y \cdot dy + \int_{e_p}^{e_p+e_i} E_i \cdot y \cdot dy + \int_{e_i-e_c}^{e_i} E_c \cdot y \cdot dy + \int_{e_i}^{e_i+e_c} E_c \cdot y \cdot dy + \int_{e_i+e_c}^{e_i+e_c+e_i} E_i \cdot y \cdot dy \right)}{b(e_p \cdot E_p + 2 \cdot e_i \cdot E_i + 2 \cdot e_c \cdot E_c)}$$

Soit,

$$\Rightarrow a = \frac{1}{2} \frac{e_p^2 \cdot E_p + 4 \cdot e_i \cdot e_i \cdot E_i + 4 \cdot e_c \cdot e_i \cdot E_c}{e_p \cdot E_p + 2 \cdot e_i \cdot E_i + 2 \cdot e_c \cdot E_c}$$

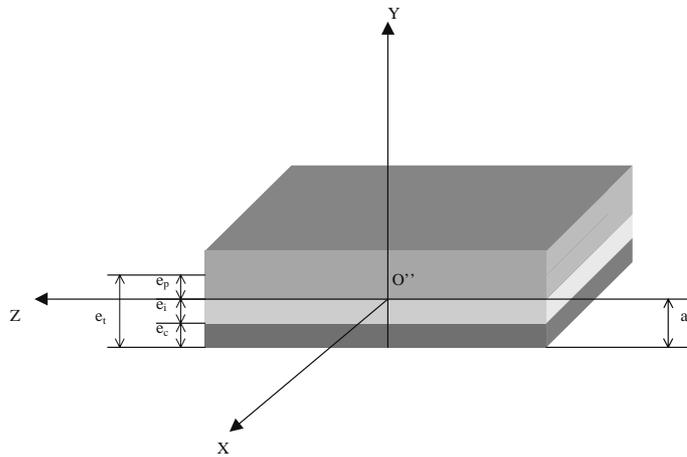
La rigidité équivalente vaut,

$$\langle EI \rangle_1 = \frac{b}{3} \left\{ \begin{array}{l} E_p \cdot \int_{-a}^{-a+e_p} y^2 \cdot dy + E_i \cdot \left(\int_{-a+e_i-e_c}^{-a+e_i} y^2 \cdot dy + \int_{-a+e_i+e_c}^{-a+e_i+e_i} y^2 \cdot dy \right) \\ + E_c \cdot \left(\int_{-a+e_i-e_c}^{-a+e_i} y^2 \cdot dy + \int_{-a+e_i}^{-a+e_i+e_c} y^2 \cdot dy \right) \end{array} \right\} \quad (D)$$

$$\langle EI \rangle_1 = \frac{b}{3} \left\{ \begin{array}{l} E_p \cdot (3 \cdot a^2 \cdot e_p - 3 \cdot a \cdot e_p^2 + e_p^3) \\ + E_i \cdot (6 \cdot e_i \cdot e_i^2 - 12 \cdot e_i \cdot a \cdot e_i + 6 \cdot a^2 \cdot e_i + 6 \cdot e_c^2 \cdot e_i + 6 \cdot e_c \cdot e_i^2 + e_i^3) \\ + E_c \cdot (6 \cdot e_c \cdot e_i^2 - 12 \cdot e_c \cdot a \cdot e_i + 6 \cdot a^2 \cdot e_c + e_c^3) \end{array} \right\} \quad (E)$$

$$\langle EI \rangle_1 = \frac{b}{3} \left\{ \begin{array}{l} E_p \cdot (3 \cdot a^2 \cdot e_p - 3 \cdot a \cdot e_p^2 + e_p^3) \\ + E_i \cdot (6 \cdot e_i \cdot e_i^2 - 12 \cdot e_i \cdot a \cdot e_i + 6 \cdot a^2 \cdot e_i + 6 \cdot e_c^2 \cdot e_i + 6 \cdot e_c \cdot e_i^2 + e_i^3) \\ + E_c \cdot (6 \cdot e_c \cdot e_i^2 - 12 \cdot e_c \cdot a \cdot e_i + 6 \cdot a^2 \cdot e_c + e_c^3) \end{array} \right\} \quad (F)$$

(ii) Enlèvement de la couche intermédiaire



On a un nouveau centre élastique O'' à la distance suivante,

$$a' = \frac{b \left(\int_0^{e_p} E_p \cdot y \cdot dy + \int_{e_p}^{e_p+e_i} E_i \cdot y \cdot dy + \int_{e_i-e_c}^{e_i} E_c \cdot y \cdot dy + \int_{e_i}^{e_i+e_c} E_c \cdot y \cdot dy \right)}{b(e_p \cdot E_p + e_i \cdot E_i + 2 \cdot e_c \cdot E_c)}$$

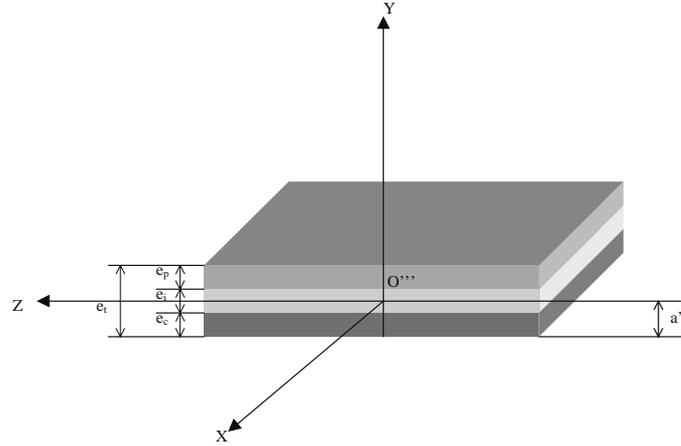
La rigidité équivalente vaut,

$$a' = \frac{1}{2} \frac{e_p^2 \cdot E_p + (2 \cdot e_i \cdot e_p + e_p^2) E_i + 4 \cdot e_c \cdot e_i \cdot E_c}{e_p \cdot E_p + 2 \cdot e_i \cdot E_i + 2 \cdot e_c \cdot E_c}$$

$$\langle EI \rangle_2 = \frac{b}{3} \left\{ \begin{array}{l} E_p \cdot \int_{-a'}^{-a'+e_p} y^2 \cdot dy + E_i \cdot \left(\int_{-a'+e_p}^{-a'+e_p+e_i} y^2 \cdot dy \right) + E_c \cdot \left(\int_{-a'+e_i}^{-a'+e_i+e_c} y^2 \cdot dy + \int_{-a'+e_i}^{-a'+e_i} y^2 \cdot dy \right) \end{array} \right\}$$

$$\langle EI \rangle_2 = \frac{b}{3} \left\{ \begin{array}{l} E_p \cdot (3.a'^2 \cdot e_p - 3.a' \cdot e_p^2 + e_p^3) \\ + E_i \cdot (3.a'^2 \cdot e_i - 3.a' \cdot e_i^2 - 6.e_i \cdot a' \cdot e_p + 3.e_p^2 \cdot e_i + 3.e_p \cdot e_i^2 + e_i^3) \\ + E_c \cdot (6.e_c \cdot e_i^2 - 12.e_c \cdot a' \cdot e_i + 6.a'^2 \cdot e_c + e_c^3) \end{array} \right\} \quad \begin{array}{l} \text{(G)} \\ \text{(H)} \\ \text{(I)} \end{array}$$

(iii) Enlèvement de la couche de cœur



On a un nouveau centre élastique O''' à la distance suivante,

$$a'' = \frac{b \left(\int_0^{e_p} E_p \cdot y \cdot dy + \int_{e_p}^{e_p+e_i} E_i \cdot y \cdot dy + \int_{e_p+e_i}^{e_p+e_i+e_c} E_c \cdot y \cdot dy \right)}{b(e_p \cdot E_p + e_i \cdot E_i + 2 \cdot e_c \cdot E_c)}$$

$$a'' = \frac{1}{2} \frac{e_p^2 \cdot E_p + (2 \cdot e_i \cdot e_p + e_p^2) \cdot E_i + (2 \cdot e_i \cdot e_c - e_c^2) \cdot E_c}{e_p \cdot E_p + 2 \cdot e_i \cdot E_i + 2 \cdot e_c \cdot E_c}$$

La rigidité équivalente vaut,

$$\langle EI \rangle_3 = \frac{b}{3} \left\{ \begin{array}{l} E_p \cdot \int_{-a''}^{-a''+e_p} y^2 \cdot dy + E_i \cdot \int_{-a''+e_p}^{-a''+e_p+e_i} y^2 \cdot dy + E_c \cdot \int_{-a''+e_p+e_i}^{-a''+e_p+e_i+e_c} y^2 \cdot dy \end{array} \right\}$$

$$\langle EI \rangle_2 = \frac{b}{3} \left\{ \begin{array}{l} E_p \cdot (3.a''^2 \cdot e_p - 3.a'' \cdot e_p^2 + e_p^3) \\ + E_i \cdot (3.a''^2 \cdot e_i - 3.a'' \cdot e_i^2 - 6.e_i \cdot a'' \cdot e_p + 3.e_p^2 \cdot e_i + 3.e_p \cdot e_i^2 + e_i^3) \\ + E_c \cdot (3.e_c \cdot e_i^2 - 6.e_c \cdot a'' \cdot e_i - 3.e_i \cdot e_c^2 + 3.a''^2 \cdot e_c + 3.a'' \cdot e_c^2 + e_c^3) \end{array} \right\} \quad \begin{array}{l} \text{(A)} \\ \text{(B)} \\ \text{(C)} \end{array}$$

On a donc au système suivant,

$$\begin{cases} \langle EI \rangle_3 = \frac{b}{3}(E_p.A + E_i.B + E_c.C) \\ \langle EI \rangle_1 = \frac{b}{3}(E_p.D + E_i.E + E_c.F) \\ \langle EI \rangle_2 = \frac{b}{3}(E_p.G + E_i.H + E_c.I) \end{cases}$$

Soit sous forme matricielle,

$$\begin{cases} \langle EI \rangle_3 \\ \langle EI \rangle_1 \\ \langle EI \rangle_2 \end{cases} = \frac{b}{3} \begin{bmatrix} A & B & C \\ D & E & F \\ G & H & I \end{bmatrix} \begin{cases} E_p \\ E_i \\ E_c \end{cases}$$

D'où,

$$\begin{cases} E_p \\ E_i \\ E_c \end{cases} = \frac{3}{b} \begin{bmatrix} A & B & C \\ D & E & F \\ G & H & I \end{bmatrix}^{-1} \begin{cases} \langle EI \rangle_3 \\ \langle EI \rangle_1 \\ \langle EI \rangle_2 \end{cases}$$

On arrive finalement au système matriciel suivant,

$$\begin{cases} E_p \\ E_i \\ E_c \end{cases} = \frac{3}{b} \begin{bmatrix} \frac{E.I - F.G}{\Delta} & \frac{-(B.I - C.H)}{\Delta} & \frac{B.F - C.E}{\Delta} \\ \frac{-(D.I - F.G)}{\Delta} & \frac{A.I - C.G}{\Delta} & \frac{-(A.F - C.D)}{\Delta} \\ \frac{D.H - E.G}{\Delta} & \frac{-(A.H - B.G)}{\Delta} & \frac{A.E - B.D}{\Delta} \end{bmatrix} \begin{cases} \langle EI \rangle_3 \\ \langle EI \rangle_1 \\ \langle EI \rangle_2 \end{cases}$$

avec $\Delta = A(E.I - F.H) - B(D.I - F.G) + C(D.H - E.G)$

B.2 Résolution du système pour la détermination des modules (Visual Basic)

Sub solve()

'Sélection de la feuille de calcul et des cellules nécessaires au calcul'

Sheets("calcul").Activate

Range("B16").Select

Range("B17").Select

Range("B18").Select

Range("E16").Select

Range("E17").Select

Range("E18").Select

Range("B13").Select

'Mise à 0 de a, a', a'''

Range("B16").Value = 0#

```

Range("B17").Value = 0#
Range("B18").Value = 0#
'boucle pour trouver la valeur exacte de a, a', a'''
  For i = 1 To 10000
    'Tests sur a :'
    'si a>0 alors a=a_calculé sinon incrémentation de a de 0.1'
    If Range("B16").Value > 0# Then
      Range("B16").Value = Range("E16").Value
    Else
      Range("B16").Value = Range("E16").Value + 0.1
    End If
    'si a>et alors décrémentation de a de 0.1'
    If Range("B16").Value > Range("B13") Then
      Range("B16").Value = Range("E16").Value - 0.1
    End If
    'Tests sur a' et a" semblables à ceux sur a
    If Range("B17").Value > 0# Then
      Range("B17").Value = Range("E17").Value
    Else
      Range("B17").Value = Range("E17").Value + 0.1
    End If
    If Range("B17").Value > Range("B13") Then
      Range("B17").Value = Range("E17").Value - 0.1
    End If
    If Range("B18").Value > 0# Then
      Range("B18").Value = Range("E18").Value
    Else
      Range("B18").Value = Range("E18").Value + 0.1
    End If
    If Range("B18").Value > Range("B13") Then
      Range("B18").Value = Range("E18").Value - 0.1
    End If
    'recalcul de la feuille'
    Calculate
  Next
End Sub

```


Références Bibliographiques

- Abdelkader A.F (1993),. *Residual stresses in injection molded polymer*, Master Thesis in Materials Science, University of Alexandria, 98
- Advani A.G. et Tucker III C.L. (1987), The use of tensors to describe and predict fibre orientation in short fibre composites, *Journal of Rheology*, **31**(8), 751-784
- Akay M. et Barkley D. (1993), Flow aberrations and weld lines in glass fibre reinforced thermoplastic injection moulding, *Plastic Rubber Compos. Processing Applic.*, **20**, 137-149
- Akay M. et Ozden S. (1996), Assessment of thermal stresses in injection moulded polycarbonate, *Plastics, Rubber and Composites Proc. and Appl.*, **25**, 145-151
- Ammar A., Leo V. et Regnier G. (2001), Corner deformation induced by shrinkage anisotropy of injected thermoplastics: Experimental study and numerical approach, PPS-17, Montréal
- Baaijens F.P.T. (1991), Calculation of residual stresses in injection moulded products, *Rheol. Acta*, **30**, 284-299
- Bailey R. et Rzepka B. (1991), Fibre orientation mechanisms for injection moulding of long fibre composites, *Internat. Polym. Process.*, **6**(1), 35-41
- Barett C.S. et Fredericki P. (1976), *Polym. Eng. Sci.*, **16**, 602-607
- Barta E. et Liron N. (1988), Slender body interactions for low Reynolds's numbers. Part 1 & 2. Body-wall interactions. *SIAM J. Appl. Math.*, **48**,
- Batoz J.L et Lardeur P.A. (1989), A discrete shell triangular nine d.o.f. element for the analysis of thick to very thin plates, *Int. J. Num. Meth. Eng.*, **28**, 533-560
- Bay R.S et Tucker III C.L. (1992a), Fibre orientation in simple injection mouldings. Part 1: Theory and numerical methods, *Polym. Compos.*, **13**, 317-321
- Bay R.S et Tucker III C.L. (1992b), Fibre orientation in simple injection mouldings. Part 2: Experimental results, *Polym. Compos.*, **13**, 332-341
- Bay R.S. (1991), Fibre Orientation in Injection Moulding Composites: A comparison of Theory and Experiment, PhD thesis, University of Illinois at Urbana-Champaign

- Bergan P.G. et Felippa C.A. (1985), A triangular membrane element with rotational degrees of freedom, *Comp. Meth. Appl. Mech. Eng.*, **50**, 25-60
- Bergan P.G. et Nygard M.K. (1984), Finite elements with increased freedom in choosing shape functions, *Int. J. Num. Meth. Eng.*, **20**, 643-664
- Bibbo M.A., Dinh S.M. et Armstrong R.C. (1985), Shear flow properties of semi-concentred fibre suspensions, *J. Rheol.*, **29**(6), 905
- Boitout F. (1993), Calcul des contraintes résiduelles dans les pièces injectées en thermoplastiques en utilisant une description surfacique de la géométrie, Thèse de Doctorat, ENSMP
- Boitout F., Agassant J.F. et Vincent M. (1995), Elastic calculation of residual stresses in injection moulding: Influence of mold deformation and pressure in the liquid, *Int. Polym. Process.*, **10**, 237-242
- Bouti A. et Fisa B. (1978), Injection moulding of glass flake reinforced polypropylene: flake orientation and stiffness, *Polym. Compos.*, **10**(5), 352-359
- Boyd R.H. (1985), Relaxation processes in cristallins polymers: experimental behaviour, a review, *Polym. Eng. Sci.*, **26**, 323-347
- Bree H.W., Heijboer J. et Struik L.C.E. (1974), *J. Polym. Sci.*, **12**, 1857-1864
- Britgh P.F., Crowson R.J. et Folkes M.J. (1978), A study of the effect of injection speed on fibre orientation in simple mouldings of short glass fibre-filled polypropylene, *J. Mater. Sci.*, **13**, 2497-2506
- Brucato V.M.B., Piccarolo S. et Titomanlio G. (1989), Cooling stresses in polystyrene injection moulded samples. *Materials Engineering*, **1**, 597-604
- Burget K.M. (1994), An investigation of fibre-wall interactions in simple shear flow, Master's Thesis, University of Delaware
- Bushko W.C. et Stokes V.K. (1995), *Polym. Eng. Sci.*, **35**, 351
- Bushko W.C. et Stokes V.K. (1996), Solidification of thermoviscoelastic melts. Part 1, Part 2, Part 3 and Part 4, *Polym. Eng. Sci.*, **35**
- Camacho C.W., Tucker III C.L., Yalvac S. et McGee R.L. (1990), Stiffness and thermal expansion predictions for hybrid short fibre composites, *Polym. Compos.*, **11**, 229-239
- Caspers L. (1995), VIp, An Integral Approach to the simulation of Injection Moulding, Ph.D Thesis, Eindhoven University of Technology
- Chang R.Y. et Tsaur B.D. (1995), *Polym. Eng. Sci.*, **35**, 1222
- Chung S.T. et Kwon T.H. (1995), Numerical Simulation of fiber orientation in injection moulding of short fibre reinforced thermoplastics, *Polym. Eng. Sci.*, **35**(7), 604-618
- Cintra J.S. et Tucker III C.L. (1995), Orthotropic closure approximations for flow induced

- fibre orientation, *J. Rheol.*, **39**
- Clarke A., Davidson N., Archenhold G. (1993), Measurements of fibre direction in reinforced polymer composites, *Journal of Microscopy*, **171**(1), 69-79
- Couniot A., Dheur L. et Dupret F. (1991), Numerical simulation of injection moulding: Nonisothermal filling of complex thin parts, including abrupt changes of thickness or bifurcations of midsurface, in Proc. IMA Conf. On Mathematical Modelling for Materials Processing, Bristol, Eds. M. Cross, J.F.T. Pittman and R.D. Wood, Clarendon Press, Oxford
- Coxon L.D. et White J.R. (1980), *Polym. Eng. Sci.*, **20**, 230-236
- Crochet M.J. et Dupret F. (1994), Injection Moulding in *Flow and Rheology in Polymer Composites Manufacturing*, ed. Advani, S.G. Elsevier, Amsterdam, 415-463
- Darlington M.W. et Smith A.C. (1987), Some features of the injection moulding of short fibre reinforced thermoplastics in centre sprue-gated cavities, *Polym. Compos.*, **8**(1), 16-21
- Daul C., Graebbling P., Hirsch E. (1998), From the Hough Transform to a new Approach for the Detection and Approximation of Elliptical Arcs, *Computer Vision and Image Understanding*, **72**(3), 215-236
- Davidson N.C., Clarke A.R. et Archenhold G. (1997), Large-area, high-resolution image analysis of composite materials, *Journal of Microscopy*, **185**(2), 233-242
- De La Villéon J. (1995), Modélisation des contraintes et déformations résiduelles dans les thermoplastiques injectés, Rapport de Projet Mastère, ENSMP
- Delaunay D., Le Bot P., Fulchiron R., Luyé J.F. et Regnier G. (2000), Nature of contact between polymer and mold in injection molding, Part : Influence of a non-perfect thermal contact, *Polym. Eng. Sci.*, **40**, 1682-1691
- Denizart O. (1990), Contraintes résiduelles dans les pièces injectées en thermoplastique: approche expérimentale et modélisation, Thèse de Doctorat, ENSMP
- Denizart O., Vincent M. et Agassant J.F. (1995), *J. Mat. Sci.*, **30**, 552-560
- Dessarthe A. et Carayol M. (1997), Usinage des matières plastiques, des matériaux composites et des élastomères, Publications du CETIM
- Doi M. (1981), Molecular dynamics and rheological properties of concentrated solutions of rodlike polymers in isotropic and liquid crystalline phases, *J. Polym. Sci.*, **19**, 229-243
- Douven L.F.A. (1991), Towards the computation of properties of injection moulded products: flow and thermally induced stresses in amorphous thermoplastics, Thèse de Doctorat, Eindhoven Technical University, Eindhoven, Pays-Bas
- Dupret F. et Verleye V. (1999), Modelling the flow of fiber suspensions in narrow gaps, in D.A. Siginer, D. De Kee et R.P. Chhabra (eds), *Advances in the flow and rheology of non-Newtonian fluids*, Part B, Elsevier, Amsterdam, 1347-1398
- Dutta N.K. et Edward G.H. (1997), Generic relaxation spectra of solid polymers. 1.

- Development of spectral distribution model and its application to stress relaxation of polypropylene, *J. Appl. Polym. Sci.*, **66**, 1101-1115
- Eberhardt C. et Clarke A. R. (2001), Fibre orientation measurements in short glass fibre composites; I, Automated, high angular resolution measurement by confocal microscopy, *Comp. Sci. Tech.*, **61**, 1389-1400
- Eberhardt C., Clarke A. R., Vincent M., Giroud T. et Flouret S. (2001), Fibre orientation measurements in short glass fibre composites; II, A quantitative error estimate of the 2D Image Analysis Technique, *Comp. Sci. Tech.*, **61**, 1961-1974
- Fan X.J., Phan-Thian N. et Zheng R. (1998), A direct simulation of fibre suspensions, *J. Non-Newtonian Fluid Mech.*, **74**, 113-136
- Farhoudi Y. et Kamal M.R. (1997), ANTEC Proceedings, 521
- Farhoudi Y. et Kamal M.R. (1999), *Intern. J. Forming Proc.*, **2**, 277-3063
- Fenn R.H., Jones A.M. et Wells G.M. (1987), Rapport HARWELL, Materials Der. Division, Harwell Laboratory Oxfordshire
- Ferry J.D. (1980), Viscoelastic properties of polymers. John Wiley & Sons, New York, third edition
- Fleischman E. (1989), Optical and mechanical measurements to characterize injection molded polypropylene plates, *Intern. Polym. Proc.*, **4**
- Folgar F. et Tucker III C.L. (1984), Orientation behaviour of fibres in concentrated suspensions, *J. Reinf. Plastics Compos.*, **3**, 98-119
- Folgar F.P. (1983), Fibre orientation distribution in concentrated suspensions: A predictive model. PhD thesis, University Of Illinois at Urbana-Champaign, USA
- Frahan H.H., Verleye V., Dupret F. et Crochet M.J. (1992), Numerical prediction of fibre orientation in injection moulding, *Polym. Eng. Sci.*, **32**(4), 254-266
- Friedl C.F. et McCaffrey N.J. (1991), Crystallisation Prediction in Injection Molding, ANTEC 330-332
- Fujiyama M. et Wakino T. (1992), Molecular orientation in injection-molded polypropylene copolymers with ethylene, *Intern. Polym. Proc.*, **7**, 97-105
- Gay D. (1989), Matériaux composites, Traité des nouvelles technologies, Ed. Hermès, 2^{ème} édition
- Giet A. et Geminard L. (1968), Résistance des matériaux, Ed. Dunod, 5^{ème} édition
- Gillepsie J. W., Vanderschuren J.A. et Pipes R.B. (1985), Process induced fibre orientation: numerical simulation with experimental verification, *Polym. Compos.*, **6**(2), 82-86
- Guo X. et Isayev A.I. (1999), Residual stresses and birefringence in injection molding of semi-crystalline polymer, Part I & II, *Intern. Polym. Processing*, **14**, 377-398

- Gupta M. et Wang K.K. (1993), Fibre orientation and mechanical properties of short-fibre-reinforced injection-moulded composites : simulated and experimental results, *Polym. Compos.*, **14**(5), 367-382
- Halpin J.C. et Kardos J.L. (1976), The Halpin-Tsai equations: a review, *Polym. Eng. Sci.*, **16**, 344-352
- Hastenbergh C.H.V., Wildervanck P.C. et Leenen A.J.H. (1992), The measurement of thermal stress distributions along the flow path in injection-molded flat plates, *Polym. Eng. Sci.*, **32**, 506-515
- Haudin J.M. (1989), Structures et Morphologies des Polymères Semi-cristallins, Cours de DEA de L'ENSMP
- Hecini M. (1992), Modélisation des déformations des pièces injectées en thermoplastiques: approche par une caractérisation locale du matériau, Thèse de Doctorat, ENSAM
- Hegler R.P., et Mennig G. (1985), Phase separation effects in processing of glass-bead and glass fibre filled thermoplastics by injection moulding, *Polym. Eng. Sci.*, **25**(7), 395-405
- Hinch E.J. et Leal L.G. (1976), Constitutive equations in suspensions mechanics. Part 1. Approximate forms for a suspension of rigid particles affected by Brownian rotations, *J. Fluid Mech.*, **76**, 187-208
- Hindle C.S., White J.R., Dawson D. et Thomas K. (1992), Internal stress, molecular orientation and distortion in injection mouldings: Polypropylene and glass-fiber filled polypropylene, *Polym. Eng. Sci.*, **32**, 157-171
- Hindle C.S., White J.R., Dawson D., Greenwood W.J. et Thomas K. (1981), SPE 39th ANTEC, Boston, 783
- Imbert J.P. (1998), Etude des contraintes résiduelles sur des verres de lunettes injectées en PC, Cemef, Ecole des Mines de Paris, 21
- Ingber M.S. et Mondy L.A. (1994), A numerical study of three dimensional Jeffery orbits in shear flow, *J. Rheol.*, **38**
- Isayev A.I. (1987), Orientation, residual stresses and volumetric effects in injection molding, dans A.I. Isayev (éd), Injection and compression molding fundamentals, Marcel Dekker, Inc. Publisher, New-York and Basel, 227-328
- Isayev A.I. et Crouthamel D.L. (1984), *Polym. J. Plast. Technol. Eng.*, **22**, 177
- Ito K. (1977), *Japan Plastic Age*, **15**, 36
- Jansen K.M.B. (1994), Residual Stresses in Quenched and Injection Moulded Products, *Intern. Polymer Processing*, **9**, 82-89
- Jansen K.M.B. et Titomanlio G. (1996), *Polym. Eng. Sci.*, **15**, 2029
- Jansen K.M.B., Orij J.J.W., Meijer C.Z. et Van Dijk D.J. (1999), Comparison of residual stress

- measurements using excimer laser layer removal, *Polym. Eng. Sci.*, **39**, 2030-2041
- Jansen K.M.B., Van Dijk D.J. et Keizer K.P. (1998), *Intern. Polym. Proc.*, **13**, 417-424
- Kabanemi K.H., Vaillancourt H., Wang H. et Salloum G. (1998), Residual Stresses, Shrinkage, and Warpage of Complex Injection Molded Products: Numerical Simulation and Experimental Validation, *Polym. Eng. Sci.*, **38**, 21-37
- Kabanemi K.K. et Crochet M.J. (1992), Thermoviscoelastic calculation of residual stresses and residual shapes of injection moulded parts, *Int. Polym. Process.*, **7**, 60-70
- Kabanemi K.K., Hetu J.-F., et Garcia-Rejon A. (1997), Numerical simulation of the flow and fiber orientation in reinforced thermoplastic injection molded products, *Intern. Polym. Process.*, **12**, 182-191
- Kamal M.R. et Moy F.H. (1981), *Chem. Eng. Com.*, **12**, 253-265
- Kamal M.R. et Papathanasiou T.D. (1993), Filling of a complex-shaped mould with a viscoelastic polymer, Part II : a comparison with experimental data, *Polym. Eng. Sci.*, **33**, 410-417
- Kati S.S. et Schultz J.M. (1982), The microstructure of injection-molded semicrystalline polymers: A review, *Polym. Eng. Sci.*, **22**, 1001-1016
- Kenig S. (1986), Fiber orientation development in moulding of polymer composites, *Polym. Compos.*, **7**(1), 50-55
- Kennedy P. (1995), Flow analysis of injection Molds, Hanser, Munich
- Kühnle H. (1987), *Intern. Polym. Proc.*, **1**, 89-116
- Le Bot P. (1998), Comportement thermique des semi-cristallins injectés: application à la prédiction des retraits, Thèse de Doctorat, ISITEM
- Li Tong et White J.R. (1997), Residual stress distribution modification caused by weathering in polypropylene and polystyrene, *Polym. Eng. Sci.*, **37**, 321-328
- Lipscomb G.G. et Denn M.M. (1988), The flow of fibre suspensions in complex geometries, *J. Non-Newtonian Fluid. Mech.*, **26**, 306-309
- Luyé J-F. (1999), Etude thermophysique du refroidissement du polypropylène injecté, Thèse de Doctorat, ENSAM
- Malzahn J.C. et Schultz J.M. (1986), Transverse core fibre alignment in short-fibre injection moulding, *Compos. Sci. Tech.*, **25**, 187-192
- Massé H., Arquis E., Le Bot Ph., Delaunay D., Quillet S. (2001), Cooling a polymer taking into account the thermal contact resistance driven by the mechanical behaviour of the piece, *4^{ème} Conférence Internationale ESAFORM*, Liège, Belgique, 23-25 avril 2001, pp. 801-803
- Matsuoaka T., Takabatake J., Inoue Y. et Takahashi H. (1990), Prediction of fibre orientation in injection molded parts of short-fibre-reinforced thermoplastics, *Polym. Eng. Sci.*, **30**, 957-

966

- Mc Crum N.G. et Morris E.L. (1966), Lamellar boundary slip in polyethylene, *Proc Roy. Soc. (London)*, **A292**, 506-529
- Menges G. (1980), Etude exhaustive de tous les paramètres du moulage par injection des matières plastiques, Usine Publications S.A., Tec. et Doc.
- Menges G., Dierkes A., Schmidt L. et Winkel E. (1980), *SPE Tech. Papers.*, **26**, 300
- Mills N.J. (1983), *Rubber Proc. Applications*, **3**, 181-188
- Mlekusch B. (1999), Fibre orientation in short-fibre-reinforced thermoplastics, II. Quantitative measurements by image analysis, *Composites Science and Technology*, **59**, 547-560
- Mlekusch B., Lehner E.A., Geymayer W. (1999), Fibre orientation in short-fibre-reinforced thermoplastics I. Contrast enhancement for image analysis, *Composites Science and Technology*, **59**, 543-545
- Monasse B. (1998), Microscopie optique pour l'observation des polymère et de métaux, CEMEF, Ecole des Mines de Paris, 24
- Newman F.H. et Searle V.H.L (1957), The general properties of matter, 5th edn., Edward Arnold, London, chapitre 5
- Nunn R.E. et Fenner R.T. (1977), *Polym. Eng. Sci.*, **17**, 811-820
- Oghadho S.O. et Papathanasiou T.D. (1996), Particle rearrangement during processing of glass reinforced polystyrene by injection moulding, *Composites Part A*, **27A**(1), 57-63
- Papathanasiou T.D. et Guell D.C. (1997), *Flow-induced alignment in composites materials*, edited by Papathanasiou et Guell, Woodhead Publishing Limited, Cambridge, England
- Paterson M.W.A. et White J.R. (1989), Layer removal analysis of residual stress, Part 2, A new procedure for polymer mouldings with depth-varying Young's modulus, *J. Mat. Sci.*, **24**, 3521-3528
- Pham H.T., Bosnyak C.P. et Sehanobish K. (1993), *Polym. Eng. Sci.*, **33**, 1634
- Phan-Thien N., Zheng R. (1997), Macroscopic modelling of the evolution of a fibre orientation during flow, *Flow-induced alignment in composites materials*, edited by Papathanasiou et Guell, Woodhead Publishing Limited, Cambridge, England, 77-106
- Plazk D.J. (1996), Bingham medal address: Oh, thermorheological simplicity, wherefore art thou ? *J. Rheol.*, **40**, 987-1014
- Ranganathan S. et Advani S.G. (1991), Fibre-fibre interactions in homogeneous flows of non-dilute suspensions, *J. Rheol.*, **35**, 1499-1522
- Ranganathan S. et Advani S.G. (1993), A simultaneous solution for flow and fibre orientation in axisymmetric, diverging radial flow, *J. Non-Newtonian Fluid Mechanics*, **47**, 107-136

- Regnier G. (1999), Résultats non publiés
- Rezayat M. et Stafford R.O. (1991), A Thermoviscoelastic Model for Residual Stress in Injection Molded Thermoplastics, *Polym. Eng. Sci.*, **31**, 393-398
- Sanou M., Chung B. et Cohen C. (1985), Glass fibre-filled thermoplastics, II, Cavity filling and fiber orientation in injection moulding, *Polym. Eng. Sci.*, **25**(16), 1008-1016
- Schapery R.A. (1968), Thermal expansion coefficients of composite materials based on energy principles, *J. Compos., Mater.*, **2**, 380-404
- Schmidt L., Opfermann G. et Mengens J. (1981), *Polym. Eng. Sci.*, **1**, 2-17
- Siegmann A., Buchman A. et Kenig S., *J. Mat. Sci.*, **16**, 3514
- So P. et Broutman L.J. (1976), *Polym. Eng. Sci.*, **16**, 785-791
- Spahr D.E., Friedrich K. et Bailey R.S. (1990), Microstructure and fracture behaviour of short and long fiber-reinforced polypropylene composites, *J. Mater. Sci.*, **25**, 4427-4439
- Stobie R. (1986), The COSMOS image analyser, *Pattern Recognition Letters*, **4**, 317-324
- Stover C.A. et Cohen C. (1990), The motion of rod-like particles in the pressure-driven flow between two flat plates, *Rheol. Acta.*, **29**, 192
- Struik L.C.E. (1978), *Polym. Eng. Sci.*, **18**, 799-811
- Struik L.C.E. (1990), Internal Stresses, Dimensional Instabilities and Molecular Orientations in Plastics, Wiley and Sons, Brisbane
- Subbiah S., Trafford D.L. et Guceri S.I. (1989), Non-isothermal flow of polymers into two dimensional thin cavity moulds: a numerical grid generation approach, *Int. J. Heat Mass Transfer*, **32**(3), 415-434
- Tandon G.P. et Weng G.J. (1984), The effect of aspect ratio of inclusion on elastic properties of unidirectionally aligned composites, *Polymer Compos.*, **5**, 327-333
- Tang L. et Altan M.C. (1995), Entry flow of fibre suspensions in a straight channel, *J. Non-Newtonian Fluid Mechanics*, **56**, 183-216
- Tanner R.I. (1988), *Engineering Rheology*, 2nd ed., Oxford Press, London
- Timoshenko S. (1940), *Theory of plates and shells*, McGraw-Hill Book Company, Inc., New York, 41
- Titomanlio G. et Jansen K.M.B. (1996), In-mold shrinkage and stress prediction in injection moulding, *Polym. Eng. Sci.*, **36**, 2041-2049
- Titomanlio G., Brucato V. et Kamal M.R. (1987), *Intern. Polym. Processing*, **1**, 55-59
- Titomanlio G., Piccarolo S. et Levati G. (1988), *J. App. Polym. Sci.*, **35**, 1483-1495
- Torres R., Monton I., Ammar A., Chinesta F. et Poitou A. (1999) Numerical simulation of the

- 3D filling for short fibers reinforced thermoplastics, Actes de la 2^{ème} conférence Esaform, 13-17 avril 1999, Guimaraes, Portugal, 45-48
- Treuting R.G. et Read W.T. (1951), A mechanical determination of biaxial residual stress in sheet materials, *J. Appl. Phys.*, **22**, 130-134
- Tribout C. (1991), Document Séminaire CLIP, Nemours
- Truckenmuller F. et Fritz H.G. (1991), Injection moulding of long fibre-reinforced thermoplastics: a comparison of extruded and pultruded materials with direct addition of roving strands, *Polym. Eng. Sci.*, **31**, 239-268
- Tucker III C.L. (1991), Flow regimes for fibre suspensions in narrow gaps, *J. Non-Newtonian Fluid. Mech*, **39**, 239-268
- Tucker III C.L. et Advani S.G. (1994), Processing of short-fiber systems, Flow and Rheology in Polymer Composites Manufacturing, ed. Advani S.G., Elsevier, Amsterdam, 147-197
- Turnbul A., Maxwell A.S., Pillai S. (1999), Residual stress in polymers-evaluation of measurement techniques, *Material Science*, **34**, 451-459
- Turnbull A., Maxwell A.S. et Pillai S. (1999), Residual stress in polymers-evaluation of measurement techniques, *J. Mat. Sci.*, **34**, 451
- Vincent M., Agassant J.F. (1986), Experimental study and calculations of short glass fibre orientation in centre gated moulded disks, *Polym. Compos.*, **7**(2), 76-83
- Walsh S.F. (1992), (Moldflow) Shrinkage and warpage prediction for injection molded components, ANTEC'92
- White J.R. (1984), Origins and Measurement of Internal Stresses in Plastics, *Polymer Testing.*, **4**, 165-191
- White J.R. (1985), Layer removal analysis of residual stress, Part 1, Polymer mouldings with depth-varying Young's modulus, *J. Mat. Sci.*, **20**, 2377-2387
- Wilkinson S.B. et White J.R. (1998), Residual stresses in short-glass-fibre-reinforced thermoset injection mouldings, *J. Mat. Sci.*, **33**, 3101-3108
- Wimberg-Friedl R. (1991), Orientation, Stress and Density Distribution in Injection-Moulded Amorphous Polymers Determined by Optical Techniques. PhD thesis, Eindhoven Technical University, Eindhoven, 129
- Zahran R.R., Shenouda S.S., El-Tawil Y.A. et El-Kayar A. (1996), Analysis of the thermal expansion behaviour of oriented polyoxymethylene sheets, *Polym. Eng. Sci*, **36**
- Zheng R., Kennedy P., Phan-Thien N. et Fan X-J. (1999), Thermoviscoelastic Simulation of Thermally and Pressure Induced Stresses in Injection Moulding for the Prediction of Shrinkage and Warpage for Fibre-reinforced Thermoplastics, *J. Non-Newtonian Fluid Mechanics*, **84**, 159-190
- Zoetelief W.F., Douven L.F.A. et Ingen-Housz A.J. (1996), Residual Thermal Stresses in

Injection Moulded Products, *Polym. Eng. Sci.*, **36**, 1886-1896

Résumé : Dans un premier temps, les phénomènes à l'origine des contraintes résiduelles en injection de thermoplastique sont décrits, avec les spécificités liées aux polymères renforcés de fibres. Le refroidissement hétérogène associé à une variation de comportement mécanique conduit aux contraintes d'origine thermique, auxquelles il faut ajouter les contraintes dues à la pression dans la phase fluide figée par la solidification. Les fibres de renfort introduisent une hétérogénéité et une anisotropie de comportement mécanique et de retrait. Dans un deuxième temps, une méthode de mesure des contraintes résiduelles basée sur l'enlèvement de couches et la mesure des moments de flexion est présentée. Elle permet la mesure des contraintes résiduelles pour des matériaux anisotropes comme les thermoplastiques renforcés de fibres. En général, on obtient des contraintes de traction en cœur et de compression en peau. L'effet du fraisage pour enlever les couches est évalué. La pression et le temps de maintien, la température de régulation du moule, le taux de fibres influencent les profils de contraintes.

Abstract : First, phenomena at the origin of residual stresses in injection molding of thermoplastic polymers are described, and the specificity of fiber reinforced thermoplastic is introduced. Heterogeneous cooling associated with mechanical behavior variations leads to thermal stresses. Frozen-in pressure induced stresses are specific to the injection molding process. Fibers induce heterogeneity and anisotropy of mechanical behavior and thermal shrinkage. Second, a measurement technique based on the layer removal method and measurement of the bending moment is presented. It allows the determination of residual stresses in anisotropic materials such as fiber reinforced thermoplastics. The influence of the milling process is discussed. Tensile stresses in the core and compression stresses in the surface are usually obtained. Packing pressure and time, mold temperature, fiber concentration have an influence on the stress profiles.