

Influence du graphène sur la température de détourage de composite carbone-époxy

par

Ronan MATHIEU

MÉMOIRE PRÉSENTÉ À L'ÉCOLE DE TECHNOLOGIE SUPÉRIEURE
COMME EXIGENCE PARTIELLE À L'OBTENTION DE LA MAÎTRISE
AVEC MÉMOIRE EN GÉNIE AÉROSPATIAL
M. Sc. A.

MONTRÉAL, LE 03 DÉCEMBRE 2020

ÉCOLE DE TECHNOLOGIE SUPÉRIEURE
UNIVERSITÉ DU QUÉBEC



Ronan Mathieu, 2020



Cette licence [Creative Commons](#) signifie qu'il est permis de diffuser, d'imprimer ou de sauvegarder sur un autre support une partie ou la totalité de cette œuvre à condition de mentionner l'auteur, que ces utilisations soient faites à des fins non commerciales et que le contenu de l'œuvre n'ait pas été modifié.

PRÉSENTATION DU JURY

CE MÉMOIRE A ÉTÉ ÉVALUÉ

PAR UN JURY COMPOSÉ DE :

M. Jean-François Chatelain, directeur de mémoire
Département de génie mécanique à l'École de technologie supérieure

Mme Claudiane Ouellet-Plamondon, codirectrice de mémoire
Département du génie de la construction à l'École de technologie supérieure

M. Lucas Hof, président du jury
Département de génie mécanique à l'École de technologie supérieure

M. Roger Serra, membre du jury
Département de génie des systèmes industriels à l'Institut national des sciences appliquées
Centre Val de Loire

IL A FAIT L'OBJET D'UNE SOUTENANCE DEVANT JURY ET PUBLIC

LE 25 NOVEMBRE 2020

À L'ÉCOLE DE TECHNOLOGIE SUPÉRIEURE

REMERCIEMENTS

Je tiens tout d'abord à exprimer toute ma gratitude à mon directeur, professeur Jean-François Chatelain, et ma codirectrice de recherche, professeure Claudiane Ouellet-Plamondon, de m'avoir guidé tout au long de cette recherche et de la confiance qu'ils m'ont accordée. J'ai particulièrement apprécié le temps qu'ils m'ont consacré, leur grande disponibilité pour accompagner mes travaux et leur expertise essentielle pour que je mène à bien cette recherche. Je tiens à exprimer toute ma gratitude pour leur soutien moral, financier, leur bienveillance quotidienne ainsi que de m'avoir donné l'opportunité de travailler sur ce nouveau champ de recherche.

Je veux également remercier monsieur Roger Serra, qui m'a permis de découvrir le domaine de la recherche en m'introduisant à l'ÉTS auprès de monsieur Jean-François Chatelain. Je remercie monsieur Gilbert Lebrun pour son expertise en composite et son regard critique sur la recherche fort utile.

Je souhaite également témoigner toute ma reconnaissance aux personnels des laboratoires de l'ÉTS, plus particulièrement messieurs Éric Marcoux, Claude-Daniel Legault et Nabil Mazeghrane qui sans leurs aides, cette étude n'aurait pas été réalisable. Leur disponibilité et leurs conseils bien avisés m'ont plus qu'aidé.

De plus, je remercie l'entreprise NanoXplore d'avoir collaboré sur ce projet et fourni gracieusement le graphène nécessaire pour cette étude.

Par ailleurs, je remercie aussi tous mes collègues de bureau et camarades d'école qui ont contribué à une ambiance de travail agréable et motivante. Échanger et partager des avis a été fort utile à l'avancement de ma maîtrise. Un grand merci également à Xavier Rimpault qui a toujours su m'aiguiller finement et partager ses connaissances. Je remercie également Rachid Bouacha qui a conçu et fabriqué tout un montage pour la caméra thermique en un temps record.

Je tiens à remercier tout particulièrement mon binôme durant toute cette aventure, Mohamed-Dali Charfi, avec qui j'ai pu partager beaucoup et qui a toujours donné son maximum.

Enfin, je tiens à exprimer toute ma reconnaissance à mes amis, collègues et mon entourage qui m'ont encouragé tout au long de cette maîtrise recherche et m'ont permis de profiter pleinement de mon expérience au Canada. En dernier lieu, je voudrais remercier chaleureusement mes parents ainsi que ma famille proche pour m'avoir encouragé à poursuivre mes études et surtout d'avoir toujours été présent auprès de moi.

Longue vie à vous !

Influence du graphène sur la température de détourage de composite carbone-époxy

Ronan MATHIEU

RÉSUMÉ

Les polymères renforcés de fibres de carbone (CFRP) connaissent ces dernières décennies un développement et une utilisation toujours plus importante au sein d'industriels travaillant dans les domaines des hautes performances. Ces utilisations toujours plus massives sont dues à leurs propriétés mécaniques intéressantes avec un poids relativement faible en comparaison avec les métaux et aux alliages traditionnellement utilisés. De plus, une large gamme de procédés de fabrication existe et permet de fabriquer des géométries précises et sur mesure. Néanmoins, une reprise des pièces en usinage est souvent nécessaire afin d'ajuster les pièces aux tolérances géométriques et ainsi respecter la conception de celles-ci. Cependant, l'usinage des matériaux composites récents rencontre des difficultés inédites telles que les défauts mécaniques engendrés (délamination, fissuration, etc) et/ou les dommages thermiques causés (brûlure de matrice, affectation de l'outil de coupe).

La mise en œuvre des CFRP incorporant du graphène a été possible avec le développement d'une méthode de fabrication innovante garantissant un taux de fibres en volume le plus constant possible ainsi qu'une répartition homogène du graphène. Cela nous a permis de mettre en évidence les effets du graphène. Lors de l'usinage, une caméra thermique a été utilisée pour conforter les résultats de température enregistrée avec des thermocouples équipant l'outil de coupe.

L'étude s'est portée sur l'influence du graphène sur l'usinage. Pour ce faire deux matériaux ont été confrontés à l'usinage avec des paramètres de coupe considérés comme optimaux. Un seul outil de coupe en diamant polycristallin (PCD) a été utilisé. Dans un premier temps, le nanocomposite (graphène plus époxy) a permis de mettre en avant l'influence du graphène (augmentation de la température en présence de graphène) sur la coupe sans influencer l'usure de l'outil. Dans un second temps, le graphène a été incorporé dans des CFRP avec trois concentrations différentes (0 / 0,25 / 3 %wt) et a permis de mettre en évidence une augmentation de la température de coupe en présence de graphène. En revanche entre la plaque 0 et 3 %wt, une baisse significative de la température dans la zone de coupe (jusqu'à 32°C en moyenne) ainsi qu'une diminution importante de la force d'avance (66 newtons en moyenne) a été mis en évidence.

Mots clés : CFRP, Usinage, Graphène, Température de coupe, Rugosité, Porosité

Influence of graphene on the cutting temperature of carbon-epoxy

Ronan MATHIEU

ABSTRACT

In recent decades, carbon fiber reinforced (CFRP) products have known important development and use by manufacturers working in high-performance fields. These ever more massive uses are due to their interesting mechanical properties with a relatively low weight in comparison with the metals and alloys traditionally used. In addition, a wide range of manufacturing processes exist and allow the manufacture of precise and custom geometries. Nonetheless, it is often necessary to rework the parts in machining in order to adjust the parts to geometric tolerances and thus comply with their design. However, the machining of recent composite materials encounters unprecedented difficulties such as the mechanical defects generated (delamination, cracking, etc.) and / or the thermal damage (matrix burn, affectation of the cutting tool).

The manufacturing of CFRPs incorporating graphene has been made possible by the development of an innovative manufacturing method guaranteeing the most constant possible fiber content by volume as well as a homogeneous distribution of graphene. This allowed us to highlight the effects of graphene. During machining, a thermal camera was used to confirm the temperature results recorded with thermocouples bounded to the cutting tool.

The study focused on the influence of graphene on machining. To do this, two materials were faced with machining with cutting parameters considered as optimal. Only one polycrystalline diamond (PCD) cutting tool was used. First, the nanocomposite (graphene plus epoxy) made it possible to highlight the influence of graphene on the cut (temperature increase in the presence of graphene) without influencing the wear of the tool. Then, the graphene was incorporated into CFRP with three different concentrations (0 / 0.25 / 3% wt) and made it possible to demonstrate an increase in the cutting temperature in the presence of graphene. In contrast, between plate 0 and 3%wt, a significant decrease in temperature in the cutting area (up to 32°C on average) and a significant decrease in feed force (66 newtons on average) was highlighted.

Keywords : CFRP, Machining, Graphene, Cutting temperature, Roughness, Porosity

TABLE DES MATIÈRES

	Page
INTRODUCTION	1
CHAPITRE 1 REVUE DE LITTÉRATURE	5
1.1 Matériaux composites	5
1.1.1 Généralités	5
1.1.2 Les matrices organiques	8
1.1.3 Les renforts	9
1.1.3.1 Généralités	9
1.1.3.2 Les fibres de carbone	10
1.1.4 Procédés de fabrication / mise en œuvre des composites	11
1.1.4.1 Moulage au contact	12
1.1.4.2 Moulage par infusion sous vide (VARTM)	12
1.1.4.3 Moulage par transfert de résine (RTM)	13
1.1.5 Les nanocomposites	14
1.1.6 Composition des composites et impact sur leurs performances	15
1.2 Graphène	16
1.3 Utilisation des composites et du graphène dans le domaine industriel	21
1.4 Usinage	22
1.4.1 Mécanisme d'usinage	24
1.4.2 Types de défauts	25
1.4.2.1 Endommagements mécaniques	25
1.4.2.2 Endommagements thermiques	26
1.4.3 Effet de l'usinage sur la rugosité de surface	28
1.4.4 Outilage	32
1.4.4.1 Différents types d'outils	34
1.4.5 Température et forces de coupe	35
1.4.6 Paramètres de coupe	35
1.5 Résumé et conclusion	36
1.6 Objectifs de la recherche	37
CHAPITRE 2 MÉTHODOLOGIE EXPÉRIMENTALE	39
2.1 Usinage	39
2.1.1 Description du protocole d'usinage des plaques en résine époxy modifiée	42
2.1.2 Description du protocole d'usinage des stratifiés CFRP	44
2.2 Élaboration de la résine	47
2.2.1 Laminoir à trois rouleaux	48
2.2.2 Mélangeur	50
2.2.3 L'étuve	52
2.2.4 Récapitulatif du protocole d'élaboration de la résine modifiée	53
2.3 Procédé de fabrication des plaques en résine modifiée (aucune fibre)	54

2.4	Fabrication des stratifiés en CFRP	56
2.4.1	Contraintes de fabrication	56
2.4.2	Qualité des composites	56
2.4.2.1	Calcul du taux de fibres de nos plaques avec l'épaisseur	57
2.4.2.2	Variation du taux de fibres en fonction de l'épaisseur	57
2.4.2.3	Utilisation de l'intelligence artificielle pour le calcul du taux de vide	59
2.4.3	Détermination d'un procédé de mise en forme approprié	61
2.4.3.1	Infusion	61
2.4.3.2	Moulage par transfert de résine (RTM)	63
2.4.3.3	Moulage au contact (classique)	64
2.4.3.4	Moulage au contact (sous presse)	65
2.4.4	Procédé de fabrication retenu des stratifiés CFRP	69
2.5	Instrumentation pour les essais d'usinage	71
2.5.1	Machine-outil à commande numérique (CNC)	72
2.5.2	Outil de coupe et acquisition de sa température pendant l'usinage	72
2.5.2.1	Utilisation des thermocouples	73
2.5.2.2	Utilisation de la caméra thermique	75
2.6	Montage d'usinage	81
2.7	Acquisition des données	83
 CHAPITRE 3 ANALYSE DES RÉSULTATS D'USINABILITÉ DES LAMINES CARBONE / EPOXY ET DES PLAQUES EN EPOXY MODIFIÉE		
3.1	Qualité des composites	85
3.1.1	Taux volumique de fibres par l'épaisseur	85
3.1.2	Taux volumique de fibres par analyse d'images de composites par l'apprentissage automatique (« machine learning »)	87
3.1.3	Résumé	88
3.2	Températures	88
3.2.1	Thermocouples sur les outils	89
3.2.2	Comparatif	94
3.3	Caméra thermique	95
3.3.1	Mesures de températures sur l'outil	95
3.3.2	Résumé des températures de l'outil entre les thermocouples et la caméra thermique	99
3.3.3	Mesure de température sur les plaques	100
3.4	Forces de coupe	103
3.5	Usure d'outil	108
3.6	Rugosité	109
CONCLUSION		111
RECOMMANDATIONS		115
ANNEXE I	DÉMONSTRATIONS DE DIVERS CALCULS POUR LA CONCEPTION DES COMPOSITES	117

I.1	Démonstration pourcentage graphène.....	117
I.1.1	Calculs des masses en fonction de M_r	117
I.1.2	Calculs des masses en fonction de $M_{r,g}$	118
I.1.3	Calculs des masses en fonction de M_t	119
I.2	Démonstration, calcul du taux de fibres (vf) avec l'épaisseur (e).....	120
I.3	Démonstration, calcul de la masse de résine à utiliser pour le moulage contact.....	121
ANNEXE II	PROTOCOLE EXPÉRIMENTAL D'USINAGE : CFRP.....	125
ANNEXE III	PROTOCOLE EXPÉRIMENTAL D'USINAGE DES PLAQUES EN RÉSINES MODIFIÉES	135
ANNEXE IV	FICHES FABRICATION RÉSINE POUR L'USINAGE CFRP	145
ANNEXE V	FICHES FABRICATION RÉSINE POUR L'USINAGE DES PLAQUES EN RÉSINE MODIFIÉES	153
ANNEXE VI	MÉTHODOLOGIE COMPLÈTE SUR INFLUENCE DU GRAPHÈNE SUR L'ÉPOXY	158
VI.1	Calorimétrie différentielle à balayage.....	158
VI.2	Tests électriques.....	159
VI.2.1	Fabrication des échantillons.....	160
VI.2.2	Spectroscopie diélectrique	160
VI.2.3	Résistivité de surface	163
	LISTE DE RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES.....	165

LISTE DES TABLEAUX

	Page	
Tableau 1.1	Tableau des avantages et inconvénients principaux de la résine époxy	9
Tableau 1.2	Relation entre performance mécanique et propriété de surface Tirée de Griffiths (2001).....	30
Tableau 2.1	Plan expérimental pour les plaques en résine modifiée	43
Tableau 2.2	Plan expérimental d'usinage des plaques CFRP	45
Tableau 2.3	Paramètres utilisés pour le laminoir à trois rouleaux	49
Tableau 2.4	Durées et vitesses d'utilisation du mélangeur	51
Tableau 2.5	Récapitulatif de tous les essais.....	69
Tableau 2.6	Récapitulatifs des plaques fabriquées	70
Tableau 2.7	Caractéristiques principales de centre d'usinage Huron K2x10	72
Tableau 2.8	Caractéristiques de l'outil PCD utilisé	72
Tableau 2.9	Valeurs expérimental permettant le calcul de l'émissivité de l'outil PCD utilisé	78
Tableau 2.10	Valeurs expérimentales permettant le calcul de l'émissivité des CFRP....	81
Tableau 3.1	Taux volumique de fibre obtenu par l'épaisseur	86
Tableau 3.2	Épaisseurs des différentes plaques fabriquées	86
Tableau 3.3	Taux de fibre par analyse d'images par apprentissage automatique	87
Tableau 3.4	Réglages du profilomètre	109

LISTE DES FIGURES

	Page	
Figure 1.1	Composition d'un matériau composite.....	6
Figure 1.2	Module de Young (<i>GPa</i>) de divers matériaux en fonction de leur masse volumique (<i>kg.m⁻³</i>) Tirée de l'Université de Cambridge (2002)	7
Figure 1.3	Procédé de fabrication des fibres de carbone Tirée de Dupupet, (2008)...	11
Figure 1.4	Schéma de la mise en œuvre moulage au contact Tirée de El-Ghaoui (2019).....	12
Figure 1.5	Schéma de la mise en œuvre du moulage par infusion sous vide dit infusion (VARTM)	13
Figure 1.6	Schéma de la mise en œuvre moulage par transfert de résine (RTM).....	14
Figure 1.7	Échantillon de composite au microscope électronique avant le traitement Tirée de Kite et al. (2008).....	16
Figure 1.8	Exfoliation du graphite en graphène Tirée de Blomquist (2016)	17
Figure 1.9	Exemple d'un protocole avec l'utilisation du DMF pour avoir une meilleure homogénéisation Tirée de Ning et al. (2015)	19
Figure 1.10	Bibliométrie des articles incluant l'usinage, les CFRP et le graphène, utilisation de VOS viewer et de la base de données Web of Science	20
Figure 1.11	Demande mondiale des CFRP de 2010 à 2023 (* estimations) Tirée de Sauer (2019).....	21
Figure 1.12	Convention d'orientation des fibres en usinage Tirée de Ghidossi et al. (2006).....	23
Figure 1.13	Schéma de la coupe des fibres Tirée de Teti (2002).....	25
Figure 1.14	Schéma des différents défauts possibles Tirée de J. Sheikh-Ahmad et al. (2012).....	26
Figure 1.15	Matrice brûlée durant l'usinage de CFP Tirée de Hamedanianpour & Chatelain (2013).....	27

Figure 1.16	Intégrité de surface suivant une usure croissante de l'outil, vitesse d'avance 1524 mm. min ⁻¹ , vitesse de coupe 400 mm. min ⁻¹ , a) 0.1, b) 4.1, c) 9.1, d) 15.9,e) 27.3 et f) 28.3 longueur de coupe en mètre Tirée de Hamedanianpour (2013)	31
Figure 1.17	Courbe usuelle de l'usure d'outil en fonction du temps d'utilisation.....	32
Figure 1.18	Usure de l'outil de coupe en fonction de la longueur de coupe pour trois paramètres de coupe distincts Tirée de Hamedanianpour (2013).....	33
Figure 1.19	Force de coupe total en fonction de l'usure d'outil pour différent paramètres de coupe Tirée de Hamedanianpour (2013)	34
Figure 2.1	Plaque CFRP P03 3%wt déjà usinée (dimension 30 × 30 centimètres) ...	39
Figure 2.2	Schéma de l'usinage des différentes plaques, CFRP et époxy	40
Figure 2.3	Positionnement des relevés de rugosité	41
Figure 2.4	Schéma de l'utilisation complète de l'outil en PCD utilisé	42
Figure 2.5	Schéma de l'outil PCD pour les plaques époxy	43
Figure 2.6	Schéma d'usinage des plaques en résine modifiée	44
Figure 2.7	Schéma de l'outil PCD pour les plaques CFRP	45
Figure 2.8	Schéma, usinage CFRP	46
Figure 2.9	Laminoir à trois rouleaux.....	48
Figure 2.10	Granulométrie volumétrique des particules de graphène exfolié	50
Figure 2.11	Montage final avec le mélangeur la résine modifiée et l'eau avec les glaçons	52
Figure 2.12	Dégazage de l'époxy contenant 0,5%wt de graphène	53
Figure 2.13	Récapitulatif du protocole de fabrication de la résine modifiée	54
Figure 2.14	a) Le moule utilisé ; b) Résine époxy ; c) Résine époxy avec 0,25 %wt de graphène	55
Figure 2.15	Variations du taux volumique de fibre en fonction de la différence d'épaisseur	58
Figure 2.16	a) Moule utilisé, b) échantillon final.....	59

Figure 2.17	Plaque 3 (3%wt), images fusionnées du microscope, X50	60
Figure 2.18	a) Image traitée par ImageJ, b) Image obtenue pour comptabiliser le taux de vide	61
Figure 2.19	Schéma du montage d'infusion	62
Figure 2.20	GFRP fabriqué par une infusion avec du graphène, dimension 30×15 centimètres, a) plaque mise à la lumière, b) plaque posée sur une table ...	62
Figure 2.21	Moulage par transfert de résine (RTM) réalisé au CDCQ, dimension 30×30 centimètres.....	63
Figure 2.22	Face supérieure du composite qui s'est retrouvé sèche.	64
Figure 2.23	Schéma du moulage au contact sous presse.....	66
Figure 2.24	Dispositif final	67
Figure 2.25	Dispositif final : a) vue de haut. b) vue de profil.....	67
Figure 2.26	Plaques CFRP contenant 0,25 %wt de graphène trouées pour être fixées sur la table d'usinage, I) Plaque de droite (D), dimension 10×30 centimètres; II) Plaque de gauche (G), dimension 20×30 centimètres.....	68
Figure 2.27	Processus de fabrication des plaques CFRP	69
Figure 2.28	Outil PCD équipé de thermocouples montés sur le porte-outil	73
Figure 2.29	a) Poste de soudage, b) thermocouple grossissement 200x.....	74
Figure 2.30	Fonctionnement d'une caméra thermique	76
Figure 2.31	Mesure de la réflexion ambiante.....	77
Figure 2.32	Montage afin de calculer l'émissivité de l'outil PCD utilisé.....	78
Figure 2.33	Exemple d'image thermique obtenue avec la caméra sur l'outil en PCD, ici la température visée est de $109,5^{\circ}\text{C}$	79
Figure 2.34	Exemple d'image thermique obtenue avec la caméra sur le CFRP, ici la température visée est de 186°C (mesure 3 de la face supérieure avec revêtement noir)	80
Figure 2.35	Schéma de la table dynamométrique Kistler avec repère	82

Figure 2.36	Table d'usinage utilisée Tirée de Youssef Essaghir (Essaghir, 2020)	82
Figure 3.1	Schéma de la disposition des échantillons de porosité (CFRP).....	87
Figure 3.2	Zones de coupe et ordre de passage.....	89
Figure 3.3	Températures en fonction du temps, plaques en époxy	90
Figure 3.4	Description des courbes de température, Plaque 4 10%wt époxy	91
Figure 3.5	Températures maximales des passes en fonction de la distance de coupe, plaques en époxy	91
Figure 3.6	Températures en fonction du temps, plaque en CFRP.....	92
Figure 3.7	Températures maximales des passes en fonction de la distance de coupe	93
Figure 3.8	Moyennes des températures maximales des passes en fonction des plaques (thermocouples CFRP et époxy).....	94
Figure 3.9	Différentes parties de mesures de température sur l'outil de coupe.....	95
Figure 3.10	Comparaison des températures sur deux différentes parties de l'outil PCD	96
Figure 3.11	Températures en fonction de la concentration en graphène, résine modifiée	97
Figure 3.12	Températures en fonction de la concentration en graphène (CFRP)	98
Figure 3.13	Températures maximales en fonction de la concentration en graphène (CFRP)	99
Figure 3.14	Températures moyennes maximales des passes en fonction de la concentration en graphène (CFRP et époxy)	100
Figure 3.15	Températures de la zone de coupe en fonction du temps (résine modifiée).....	101
Figure 3.16	Températures maximales dans la zone de coupe en fonction de la longueur de coupe, époxy	101
Figure 3.17	Températures en fonction de la concentration en graphène (CFRP).....	102
Figure 3.18	Températures maximales dans la zone de coupe en fonction de la longueur de coupe (CFRP).....	103

Figure 3.19	Force Z en fonction du temps	104
Figure 3.20	Force d'avance moyenne sur 1000 rotations d'outil en fonction des passes (époxy).....	104
Figure 3.21	Force tangentielle moyenne sur 100 rotations d'outil en fonction des passes (époxy).....	105
Figure 3.22	Force d'avance et force tangentielle moyenne sur 100 rotations d'outil en fonction des passes (Époxy).....	105
Figure 3.23	Force d'avance moyenne sur 1000 rotations d'outil en fonction des passes (CFRP).....	106
Figure 3.24	Force tangentielle moyenne sur 100 rotations d'outil en fonction des passes (CFRP).....	107
Figure 3.25	Force d'avance et force tangentielle moyenne sur 100 rotations d'outil en fonction des passes (CFRP)	107
Figure 3.26	Usure de l'outil, dernier usinage CFRP 0%wt, grossissement 100x, a) face de coupe, b) face de dépouille 50 μ m d'usure	108
Figure 3.27	Rugosité en fonction de la longueur de coupe	109

LISTE DES ABRÉVIATIONS, SIGLES ET ACRONYMES

CFRP	Carbon Fiber Reinforced Plastic Polymère Renforcé de Fibres de Carbone (PFRC)
BDS	Broadband Dielectric Spectroscopy Spectroscopie diélectrique
CNC	Computer Numerical Control Machine-outil à commande numérique
DMF	N,N-Dimethylformamide
DSC	Differential Scanning Calorimetry Calorimétrie différentielle à balayage
FRP	Fibre Reinforced Plastic Plastique renforcé de fibres
GFRP	Glass Fiber Reinforced Plastic Polymère Renforcé en Fibre de Verre
PAN	Polyacrylinitrique
PCD	Polycrystalline Diamond Diamant Polycristallin
VARTM	Vacuum Assisted Resin Transfer Molding

LISTE DES SYMBOLES ET UNITÉS DE MESURE

θ	(°)	Angle d'orientation des fibres par rapport à l'avance de coupe
ρ_f	($g.cm^{-3}$)	Masse volumique des fibres
σ_f	($g.cm^{-2}$)	Masse surfacique des fibres
nb_{plis}	(\emptyset)	Nombre de plis considérés
M	(g)	Masse
Ra	(μm)	Rugosité arithmétique
V_c	($m.min^{-1}$)	Vitesse de coupe
V_f	(%)	Taux volumique de fibre
T_g	(°C)	Température de transition vitreuse
W_f	(g)	Masse des fibres

INTRODUCTION

Le matériau composite est utilisé par l'humanité depuis la préhistoire comme le bois. Le premier qui fut fabriqué artificiellement fut le torchis. Plus récemment, à la fin du 19^{ème} siècle, on peut citer le béton armé qui fut breveté et massivement utilisé (et toujours maintenant) dans la construction.

Les matériaux composites ont fortement participé au développement de nos technologies. Parmi eux, nous pouvons citer les CFRP (carbon fiber reinforced plastic) ainsi que les GFRP (Glass fiber reinforced plastic) qui ont permis, par exemple, la démocratisation du nautisme, une diminution de la consommation en carburants des véhicules et l'amélioration des avions devenus de plus en plus grands et performants. Cela répond à des enjeux sociaux, économiques et écologiques toujours plus exigeants.

Pour le même poids, les propriétés physiques et mécaniques des composites sont supérieures comparé à l'acier et l'aluminium. À titre indicatif, les CRFP sont, respectivement, 70 % et 40 % plus léger que l'acier et l'aluminium, en étant seulement 20 % plus cher (El-Hofy et al., 2011). Par exemple, la masse de l'A350 XWB est composé à 53 % de matériaux composites (Marsh, 2010), ce qui permet de l'alléger et donc de consommer moins de carburant et d'être ainsi plus respectueux de l'environnement (Marsh, 2007). De plus, la mise en œuvre du composite permet de faire des géométries complexes assez facilement.

Dans l'industrie de pointe, les tolérances géométriques (maîtrise de la géométrie de la pièce à fabriquer) sont très strictes. Les matériaux composites par leurs mises en œuvre/forme permettent une large palette de géométries avec une bonne précision. Cependant, il est souvent nécessaire de reprendre ces pièces en composites par des opérations d'usinage (perçage, rainurage ...) afin de respecter les cotations imposées.

Toutefois, l'usinage des CFRP n'est pas aisé du fait de sa nature hétérogène et anisotrope. Par conséquent, cela reste toujours un domaine en pleine effervescence, car relativement jeune

dans la science de l'usinage et qui soulève de nombreuses difficultés inédites. De nombreux endommagements peuvent être causés lors de l'usinage, ils se regroupent en deux domaines principaux : mécanique et thermique. D'un point de vue mécanique, la délamination, l'arrachage de fibres et la fissuration de la matrice peuvent apparaître. Thermiquement, la chaleur générée due à la friction de l'outil sur le matériau peut dégrader la matrice. En effet, les résines utilisées sont généralement peu résistantes aux hautes températures, c'est le cas notamment de l'époxy. Dans les deux cas, l'intégrité de surface est affectée, ce qui a pour conséquence de créer des défauts et ainsi de faire apparaître des faiblesses non souhaitables aux vues des applications.

Lors de l'usinage, les composites ne sont pas les seuls à être affectés. Les outils de coupe ont notamment tendance à s'user beaucoup plus vite du fait de la nature des matériaux composites et plus particulièrement du caractère abrasif des fibres. Cela va à l'encontre de la productivité industrielle souhaitée. Ainsi de nouveaux outils ont vu le jour pour répondre à toutes ces contraintes, dont le PCD (PolyCrystalline Diamond) utilisé dans cette étude.

Pour améliorer les performances (augmentation des propriétés mécaniques), mais également diminuer des effets indésirables (devenir ininflammable), des additifs peuvent être incorporés lors de la fabrication des matériaux composites. Peu d'additifs on fait l'objet d'études sur leur bienfait lors de l'usinage.

Dans cette recherche, le graphène a été choisi comme additif, car peu d'études ont été menées sur lui au sein des composites. De plus, sa propriété physique de haute conductivité thermique semble parfaitement intéressante pour pallier aux problèmes cités ci-dessus.

Le but de l'étude est donc de voir les caractéristiques thermiques et mécaniques que le graphène apporte ainsi que le gain de vie potentiel de l'outil PCD (PolyCrystalline Diamond). L'aspect unique de cette recherche est l'utilisation du graphène comme additif, car peu d'études y ont été consacrées.

L'objectif principal est d'analyser le comportement du graphène au sein des CFRP et de la résine époxy (nanocomposites) lors de l'usinage. En effet, nous voulons d'une part diminuer la température lors de l'usinage (réduire les endommagements thermiques) et d'autre part, rendre compte de son influence sur les efforts de coupe. Puis, au travers de ces deux approches, nous souhaitons conclure sur l'impact du graphène sur la durée de vie de l'outil de coupe et vérifier l'intégrité des matériaux après leur usinage. En somme, avec le graphène comme additif, nous voulons diminuer les effets néfastes de l'usinage sur les matériaux composites tels que les endommagements mécaniques (arrachement de fibres, délamination) et thermiques (dégradation de la matrice) sans pour autant dégrader la durée de vie de l'outil ni les propriétés mécaniques propres au matériau. En parallèle, pour compléter cette étude, Mohamed-Ali Charfi (Charfi, Mathieu, Chatelain, Ouellet-Plamondon, & Lebrun, 2020) a étudié l'aspect mécanique du graphène sur le CFRP.

Pour mener à bien ce projet, il a été fractionné en deux objectifs notables :

- Évaluer l'influence du graphène lors de l'usinage sur la température et les forces de coupe de même que la rugosité résultante des pièces produites;
- Examiner l'éventuel gain de vie potentiel de l'outil PCD (PolyCrystalline Diamond).

Ce mémoire est composé de trois chapitres. Le premier est la revue de littérature qui fait l'état de l'art des connaissances actuelles sur les matériaux composites et de leurs usinages. Le deuxième chapitre intitulé « méthodologie expérimentale » permet de détailler les approches et outils utilisés pour la fabrication des plaques et leur usinage. S'en suit d'un troisième chapitre traitant du graphène au sein de nanocomposites et de CFRP afin d'en voir les effets et les bénéfices lors de l'usinage. Un dernier chapitre conclusion et recommandations conclura ce mémoire.

Pour cela une méthode innovante de fabrication a été développée pour fabriquer des CFRP d'épaisseur constante, avec une dispersion du graphène homogène. En plus des thermocouples traditionnellement utilisés lors de l'usinage pour relever la température, nous avons pu bénéficier d'une caméra thermique qui permet d'avoir davantage d'informations.

CHAPITRE 1

REVUE DE LITTÉRATURE

Ce chapitre présente l'état de l'art concernant les objectifs de l'étude. Dans un premier temps, une présentation complète et détaillée des matériaux composites sera faite. Dans un second temps, nous détaillerons les caractéristiques et études associées à l'additif utilisé, soit le graphène. Puis dans un dernier temps, les travaux de recherche concernant l'usinage de ces matériaux seront présentés.

1.1 Matériaux composites

Les matériaux composites ont eu un essor très important ces dernières décennies et ont su s'implanter et devenir incontournables pour de nombreux domaines. Nous allons voir cela en détail dans les sous-sections suivantes.

1.1.1 Généralités

Par définition, un matériau composite est un assemblage d'au moins deux composants non miscibles. C'est donc un matériau hétérogène possédant des propriétés que ses composants seuls n'ont pas. Le matériau obtient des performances globales fortement améliorées.

Un matériau composite se compose (Gornet, 2008):

- ✚ D'un renfort :: armature reprenant l'essentiel des efforts mécaniques. On peut avoir du métal, verre, polymère, etc.
- ✚ D'une matrice :: elle a pour but principal de transmettre les efforts mécaniques au renfort, mais offre également une protection aux conditions environnementales (attaques chimiques, ignifuges). On peut avoir des composites à :
 - Matrice organique (CMO) où l'on retrouve les thermodurcissables et les thermoplastiques,
 - Matrice céramique (CMC),
 - Matrice métallique (CMM),

- De charges et/ou d'additifs : qui ont pour but d'améliorer une ou plusieurs propriété(s) spécifique(s). Une charge est une substance solide, non miscible avec la matrice contrairement à un additif qui peut être liquide ou en poudre, mais miscible avec la matrice.

Par abus de langage, les matériaux composites sont souvent assimilés à une matrice polymère avec un renfort fibreux pouvant comporter des charges / additifs (Figure 1.1).

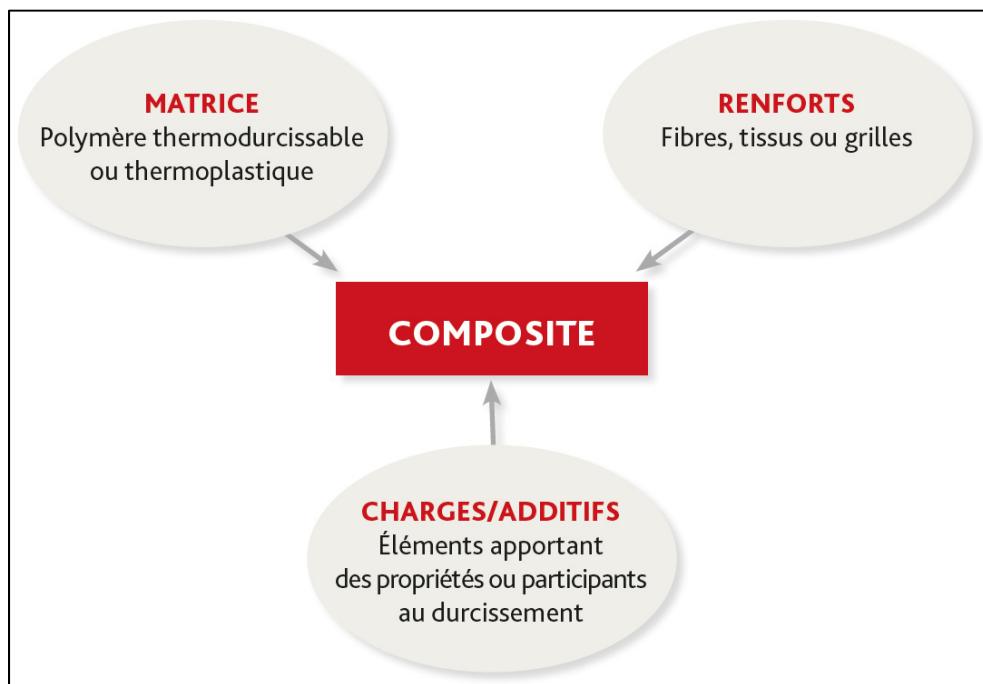


Figure 1.1 Composition d'un matériau composite

Le rapport entre les performances mécaniques et le poids des matériaux composites peut-être bien plus élevé comparé à d'autres matériaux comme les métaux (Figure 1.2). Il est donc massivement utilisé depuis quelques années dans les domaines où le poids et/ou les caractéristiques mécaniques doivent être particulièrement élevées (aéronautique, aérospatiale).

En somme, les composites ont :

- Une grande rigidité, résistance à la fatigue,
- Une petite densité,

- Une résistance à la corrosion et à l'usure.

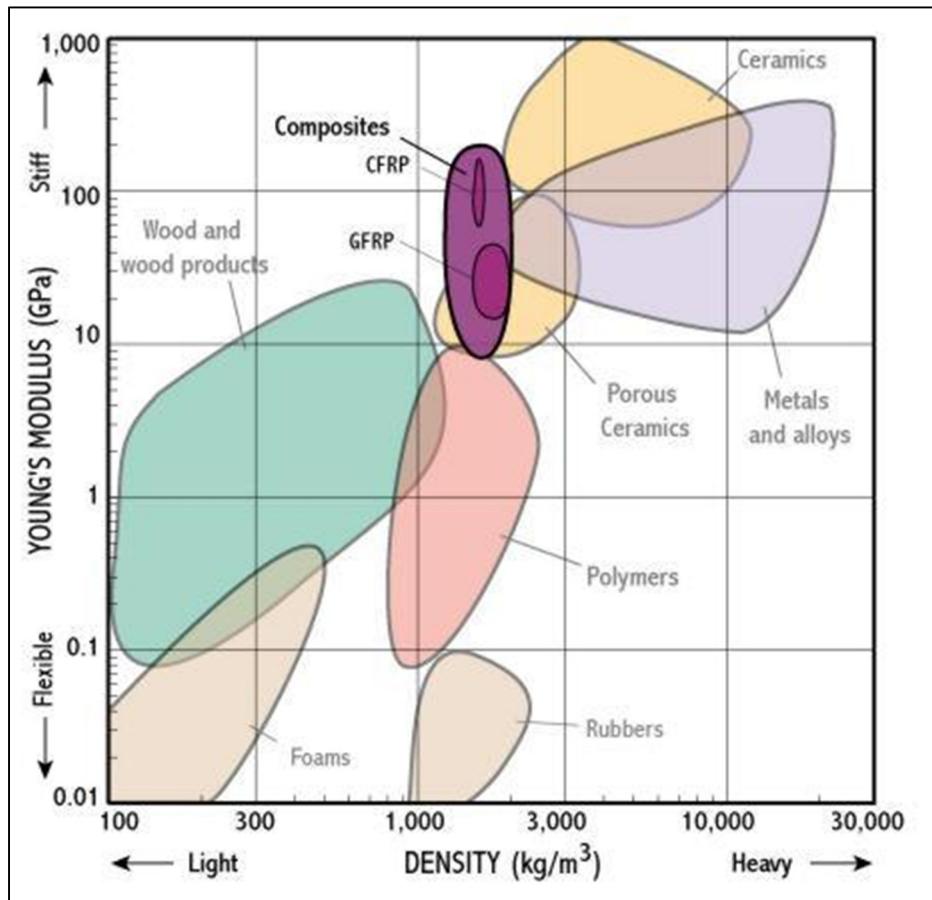


Figure 1.2 Module de Young (GPa) de divers matériaux en fonction de leur masse volumique ($kg.m^{-3}$)
Tirée de l'Université de Cambridge (2002)

Cependant, les matériaux composites sont très difficilement usinables. Lors de ces opérations d'usinage, de nombreux dommages peuvent survenir aux surfaces de coupe. Ils peuvent être mécaniques (délamination, fragmentation des fibres, craquage de matrice) ou thermiques (brûlure de la matrice) (Altin Karataş & Gökkaya, 2018); (Mullier, 2014). Cela est dû au caractère anisotrope et hétérogène des matériaux composites ce qui rend la coupe très difficile. De plus, les fibres sont de manière générale très abrasives ce qui use les outils très facilement (Ghafarizadeh, Lebrun, & Chatelain, 2016). De nombreuses études montrent que le type d'outil ainsi que les paramètres de coupe influent énormément sur les défauts dus à l'usinage (Hamedanianpour & Chatelain, 2013; El-Hofy et al., 2011).

Les matériaux composites sont également sensibles à l'humidité. Il n'est pas possible de les usiner avec du lubrifiant à cause de possibles réactions chimiques. Ils sont donc usinés par voie sèche. En outre, usiner en voie sèche contribue à la montée en température ce qui peut produire des dégâts thermiques et détériorer l'intégrité de surface si la température de transition vitreuse (T_g) de l'époxy. Cette température d'usinage affecte également la durée de vie des outils (Li, Wang, & Chu, 2013). De plus, l'usinage des matériaux composites pose des difficultés, car les connaissances acquises sur des matériaux conventionnels (usinage métallique) ne peuvent pas s'appliquer, dû à leur usinabilité complètement différente. En effet, du fait de leur nature hétérogène et anisotrope, leur usinage est différent de l'usinage de matériaux composés d'un corps simple (comme les métaux par exemple).

1.1.2 Les matrices organiques

Les matrices organiques se découpent en deux grandes familles :

- Les thermoplastiques tels que PEEK, PEI etc,
- Les thermodurcissables tels que l'époxy, vinylester etc.

La grande propriété physique qui les distingue réside à une caractéristique chimique. Les thermodurcissables deviennent de plus en plus souples avec la température et peuvent être de nouveau modelés, contrairement aux thermodurcissables qui se forment avec une réaction irréversible. Cependant, peu importe la nature, la fonction primaire est la même : permettre aux fibres de garder une forme et de transmettre les charges entre les fibres. Dans cette recherche, la résine époxy a été utilisée pour ses caractéristiques mécaniques et son utilisation massive en industrie.

Les époxys possèdent un bon nombre d'avantages et relativement peu d'inconvénients. Elles sont très largement utilisées dans le domaine des composites hautes performances. Ci-dessous un tableau récapitulatif (Tableau 1.1) :

Tableau 1.1 Tableau des avantages et inconvénients principaux de la résine époxy

Avantages	Inconvénients
<ul style="list-style-type: none"> • Bonnes propriétés mécaniques • Bonnes propriétés chimiques, thermiques et en fatigues • Bonne tenue au vieillissement • Transparente 	<ul style="list-style-type: none"> • Coût • Coloration en masse difficile • Pas élastique

1.1.3 Les renforts

Les sous-sections suivantes ont pour but d'expliquer l'utilité et les différents renforts existants.

1.1.3.1 Généralités

Les renforts permettent de reprendre l'essentiel des charges et donnent les caractéristiques mécaniques principales du composite final (Gornet, 2008). Ces caractéristiques mécaniques dépendent de l'orientation des renforts, ce qui crée une anisotropie. Cependant, la matrice, quant à elle, est un matériau isotrope, mais comportant des caractéristiques mécaniques bien inférieures à celles du renfort. La résistance mécanique est maximale lorsque la charge suit la même direction que le renfort, et à l'inverse minimale, lorsque la charge est perpendiculaire à celles-ci.

Un autre paramètre à prendre en compte, et qui est primordial, est le taux des constituants qui comprend trois coefficients : le taux de fibre, le taux de matrice et le taux de vide. Ces trois coefficients peuvent s'obtenir en raisonnement par le volume ou la masse. On peut naturellement comprendre que plus il y aura de fibres, plus le taux de fibres sera important et plus le matériau final sera résistant. Le taux des constituants ainsi que la répétabilité dépendent beaucoup du procédé de fabrication. Ce qui est recherché en général c'est un taux de fibres le plus élevé possible et un taux de vide le plus bas possible. Ce dernier se caractérise par de petites cavités qui empêchent les interactions à l'interface fibres matrice et/ou qui créent des

concentrations de contraintes. Dans les deux cas, cela diminue les performances finales du composite.

Il existe un grand nombre de types de renfort qui se découpent en quatre grandes familles distinctes de fibres (Caramaro, 2005) :

- Naturelles (coton, lin, etc.),
- Artificielles (filage de fibres naturelles),
- Synthétiques (filage de polymère synthétique),
- Spécialités (fibres organiques et inorganiques de haute performance).

Le choix du renfort, mais également de la méthode de mise en œuvre dépend du budget alloué, des performances recherchées ainsi que des contraintes. Un panel de formes et dimensions et de tissages suivant des directions particulières existent dans le commerce. Ce choix se fait en fonction des caractéristiques voulues et de la méthode de fabrication.

1.1.3.2 Les fibres de carbone

Un des renforts les plus en vogue est sans doute la fibre de carbone. Cette fibre est apparue dans les années dix-neuf cent cinquante. Dans un premier temps, son utilisation fut dans le secteur aéronautique, avant d'être ensuite étendue à bien d'autres secteurs. Principalement utilisé dans les stratifiés hautes performances notamment pour ses performances mécaniques, sa très bonne résistance thermique en milieu inerte, d'une bonne conductivité électrique, mais en revanche d'une faible conductivité thermique. Les différentes façons de procéder à l'élaboration des fibres de carbone dépendent de la nature chimique du précurseur utilisé (Caramaro, 2005).

Le précurseur le plus utilisé est le polyacrylinitrique (PAN). La qualité des fibres de carbone dépend très fortement de la qualité du précurseur. Son élaboration se déroule en quatre ou cinq étapes, dépendant si l'on veut obtenir une fibre de haute résistance ou de haut module comme illustré à la Figure 1.3 ci-dessous.

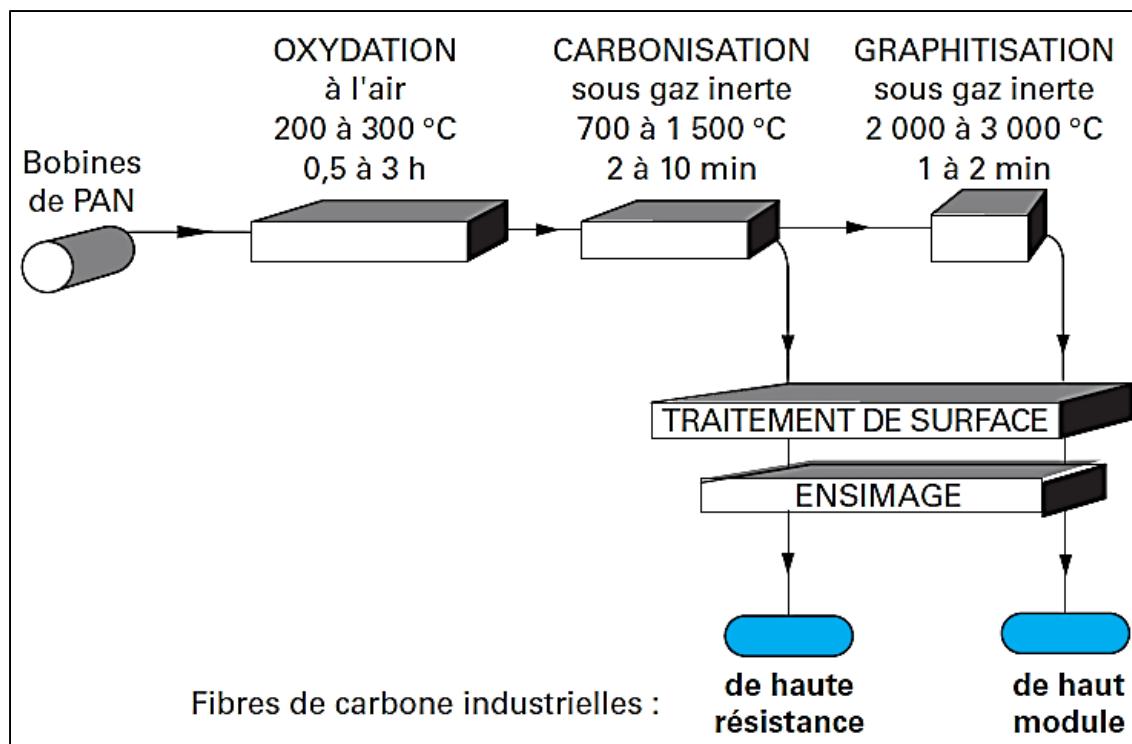


Figure 1.3 Procédé de fabrication des fibres de carbone
Tirée de Dupupet, (2008)

L'oxydation permet aux fibres de PAN d'être infusibles. Ainsi la carbonisation à plus haute température peut avoir lieu. Cette étape permet d'atteindre un taux de carbone de l'ordre de 95 à 97% en masse. Pour obtenir des fibres haut module avec une teneur en carbone proche de 99% en masse, il faut ajouter une étape de graphitisation. S'en suit deux autres étapes. Le traitement de surface et l'enzymage ont pour but de permettre un bon accrochage des matrices sur le composite. Les caractéristiques finales des fibres de carbone dépendent des températures et durées de toutes ces étapes. Il existe donc une multitude de qualités de fibres de carbone différentes (Caramaro, 2005); (Gornet, 2008); (Dupupet, 2008).

1.1.4 Procédés de fabrication / mise en œuvre des composites

Les matériaux composites ont une multitude de moyens de mise en œuvre. Ceux présentés ci-dessous ne présentent que ceux utilisés lors de cette recherche.

1.1.4.1 Moulage au contact

Le moulage contact est une méthode de mise en œuvre utilisée pour des petites séries. Cela consiste à déposer sur un moule traité préalablement (agent démoulage, etc.) le renfort (fibres de verre, carbone, etc.) pli par pli en incorporant à chaque fois de la résine avec un rouleau débulleur (Figure 1.4). Cette méthode requiert relativement peu d'investissement et est d'une réalisation assez facile.

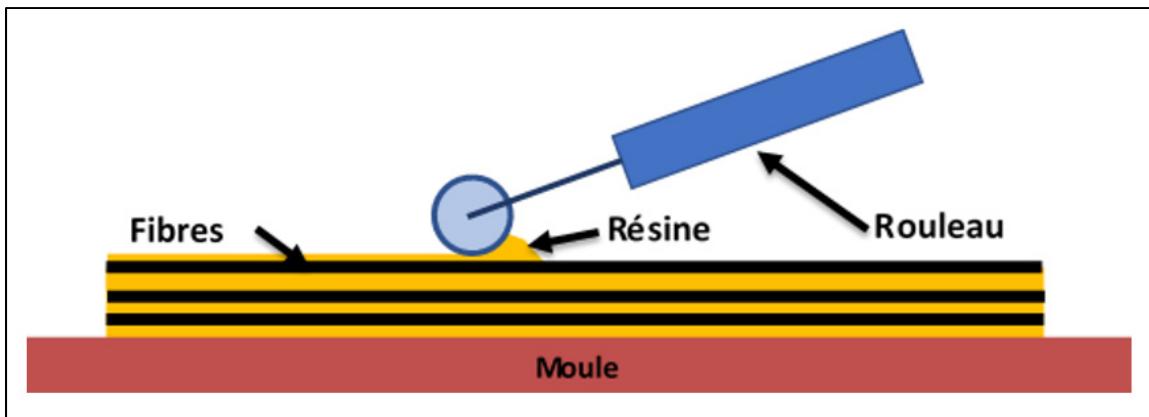


Figure 1.4 Schéma de la mise en œuvre moulage au contact
Tirée de El-Ghaoui (2019)

En revanche, il y a trois principaux inconvénients. Tout d'abord, le facteur humain est prépondérant, c'est-à-dire que le savoir-faire de l'opérateur influe de manière importante dans la qualité finale de la pièce, la répétabilité n'est donc pas aisée. Puis, l'opérateur est soumis aux vapeurs des résines qui ne sont pas sans conséquence pour la santé. Pour finir, il est également à noter qu'une seule face du composite aura un bel aspect (Berbain & Chevalier, 1997).

1.1.4.2 Moulage par infusion sous vide (VARTM)

Le moulage par infusion sous vide dit infusion (VARTM en anglais pour Vacuum Assisted Resin Transfer Molding) est une technique plus élaborée que le moulage au contact. Cette méthode consiste à disposer le renfort sur un moule où l'on met une entrée et une sortie de

résine. Le tout est recouvert de différentes couches facilitant le démoulage et l'imprégnation des fibres pendant le passage de la résine. Celle-ci s'infiltre donc par le dessus avant de retomber sur les plis inférieurs par gravité. Un sac à vide recouvre l'installation pour mettre le dispositif sous vide comme montré sur la Figure 1.5 ci-dessous.

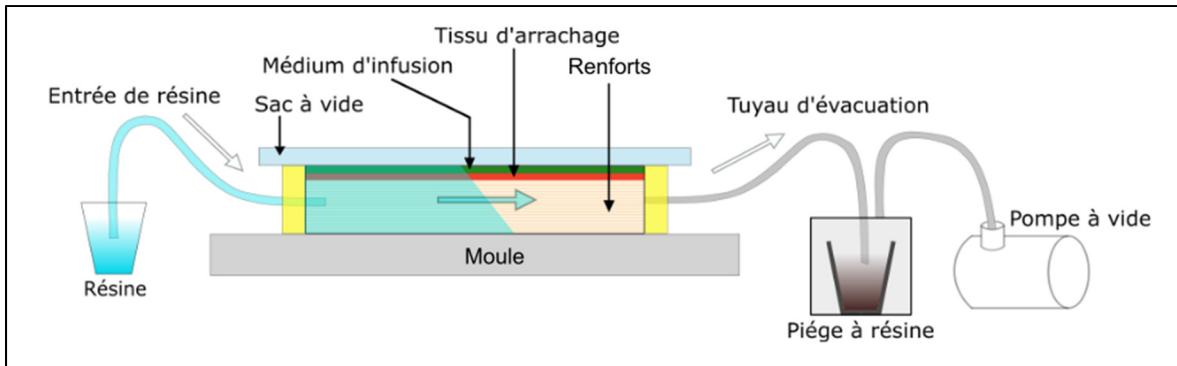


Figure 1.5 Schéma de la mise en œuvre du moulage par infusion sous vide dit infusion (VARTM)

Ainsi le renfort se voit compresser naturellement par l'atmosphère et permet d'obtenir un taux de fibre relativement élevé (Hsiao & Heider, 2012). Cette technique a le mérite d'avoir une bonne répétabilité et aucun dégagement de composé organique volatil (COV) ainsi qu'une teneur en porosité faible. En revanche elle demande beaucoup de consommables à usage unique avec un travail préparatoire important. Cependant c'est une technique de mise en œuvre couramment utilisée, même en recherche pour sa facilité de mise en œuvre et le fait que le facteur humain intervient moins qu'en moulage au contact.

Il faut prêter attention à la taille des additifs, car ils peuvent se retrouver bloqués dans le tissu d'arrachage sous forme d'agglomérats (Zhang et al., 2012).

1.1.4.3 Moulage par transfert de résine (RTM)

Le moulage par transfert de résine (RTM) se compose en deux moules. Le renfort est posé sur le moule inférieur puis le moule supérieur est fermé avec de la pression. La résine est par la suite injectée sous pression et un vide additionnel peut être ajouté à l'autre extrémité afin de

prévenir d'éventuelles bulles d'airs (réduction du taux de vide) et de faciliter l'imprégnation des fibres (Figure 1.6). Des pièces à trois dimensions peuvent être réalisées. Une fois la résine réticulée, la pièce peut être démoulée. Les deux faces obtenues sont lisses et propres (Laurenzi & Marchetti, 2012).

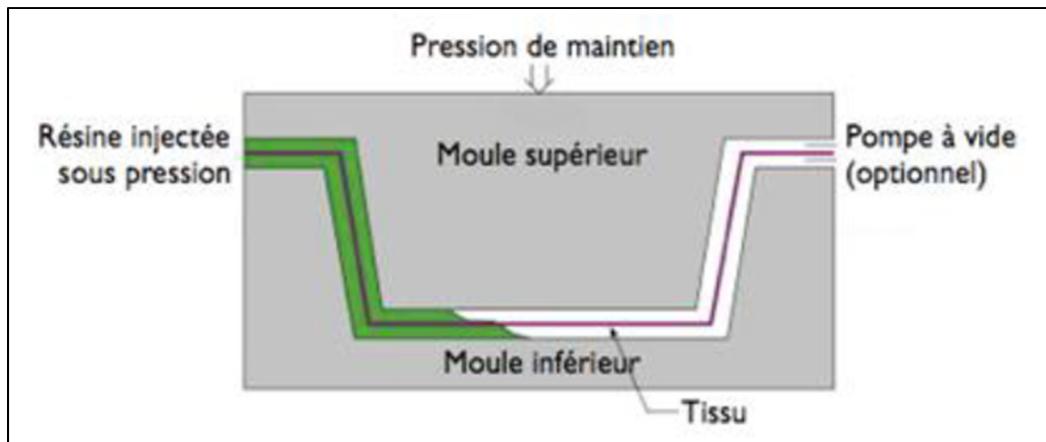


Figure 1.6 Schéma de la mise en œuvre moulage par transfert de résine (RTM)

La reproductibilité des pièces est très bonne ainsi que le contrôle de l'épaisseur. En contrepartie il faut un certain investissement pour l'obtention d'un moule adéquat.

1.1.5 Les nanocomposites

Les nanocomposites décrivent un matériau biphasé dont le renfort est de taille nanométrique. Tout comme les composites, la matrice peut être métallique, céramique ou organique. Dans une matrice polymère, le degré de dispersion du renfort au sein de la matrice organique influe énormément sur les propriétés du matériau obtenu. L'exfoliation est donc une étape primordiale et qui n'est vraiment pas aisée. Il faut donc réussir à séparer les feuillets de la charge voulue et d'homogénéiser sa dispersion (Gloaguen & Lefebvre, 2007).

1.1.6 Composition des composites et impact sur leurs performances

Les performances des matériaux composites sont fortement impactées par leur composition (Di Landro et al., 2017). Par exemple, le module d'élasticité longitudinal du composite est calculé de la manière suivante (1.1) :

$$E = E_f \cdot v_f + E_m \cdot v_m \quad (1.1)$$

Avec :

E le module d'Young, E_f le module d'Young des fibres dans le sens longitudinal v_f le taux volumique de fibre, E_m le module d'Young de la matrice, v_m le taux volumique de la matrice.

Le taux de fibre est donc un paramètre important comme en témoigne l'équation ci-dessus (1.1). Le taux de vide quant à lui est primordial, car il reflète la qualité de la pièce et joue de manière significative sur les performances finales de celle-ci (Di Landro et al., 2017); (Santulli, Gil, Long, & Clifford, 2002); (Saenz-Castillo, Martín, Calvo, Rodriguez-Lence, & Güemes, 2019); (Di Landro et al., 2017). Plusieurs techniques existent pour calculer les différents taux de constituants des composites. Les deux principales techniques sont par digestion chimique (procédé permettant de calculer le taux de fibre précisément en dissolvant la matrice par attaque acide) et par pyrolyse. Cependant, les fibres de carbone ne peuvent être pyrolysées, car elles s'oxyderont et fausseraient donc les résultats. Quant à la digestion chimique, cela demande un certain savoir-faire et du matériel adéquat pour avoir des résultats cohérents sans trop de fluctuation. Une autre technique non destructive par traitement d'image permet d'avoir un bon aperçu de la microstructure, et d'observer les vides qui ressortent en noir comme sur la Figure 1.7 (Paciornik & D'Almeida, 2009). Un grossissement 50x permet de mettre en évidence suffisamment les vides et d'utiliser le traitement d'image pour calculer la teneur en vide (Santulli et al., 2002); (Di Landro et al., 2017); (Kite, Hsu, Barnard, Thompson, & Chimenti, 2008).

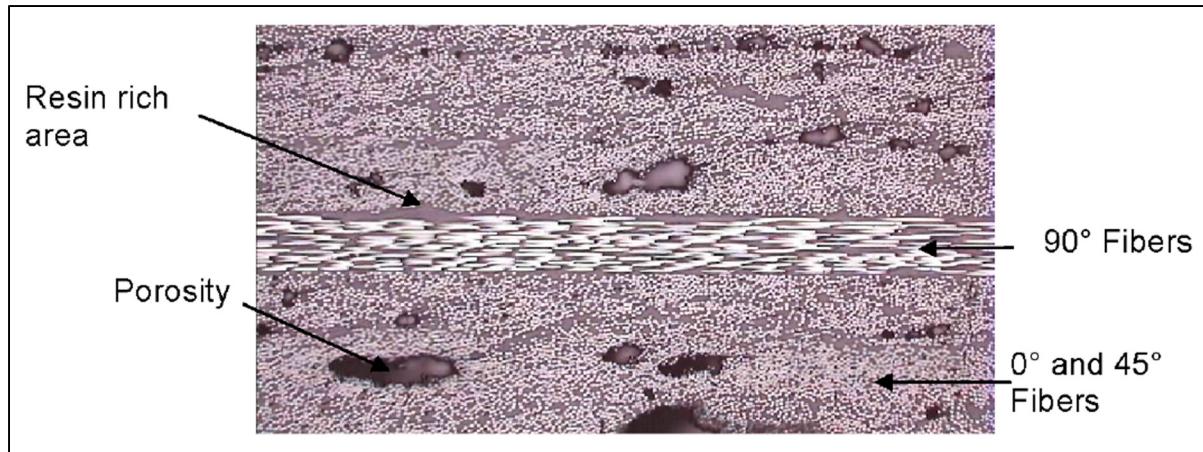


Figure 1.7 Échantillon de composite au microscope électronique avant le traitement
Tirée de Kite et al. (2008)

Le traitement d'image permet d'avoir des résultats cohérents avec la technique de digestion chimique notamment avec des laminés quasi-isotropes ou tissés. Cependant, cette méthode permet une inspection d'uniquement un plan. Or la porosité peut varier considérablement au sein d'un composite, et donc varier fortement d'un plan à un autre en particulier dans les stratifiés unidirectionnels. En revanche, cela reste tout de même une méthode viable qui fonctionne aussi bien avec un renfort en verre ou en carbone (Kite et al., 2008). En somme, le calcul du taux de vide par le traitement d'image de stratifiés pris au microscope optique se révèle assez précis et est facilement réalisable (Santulli et al., 2002).

Le type d'algorithme utilisé dépend de la technologie qu'utilise le logiciel de traitement d'image choisi. Généralement, l'apprentissage automatisé est utilisé en utilisant des algorithmes de segmentation d'images (Image segmentation) ou encore de forêts d'arbres décisionnels (« Random forests »).

1.2 Graphène

Le graphène est un matériau récent qui a pu être isolé et caractérisé pour la première fois en 2004 par les chercheurs Geim et Novoselov en séparant les feuillets du graphite en utilisant du film adhésif. Le graphène se caractérise comme une seule couche de carbone de structure

hexagonale (Figure 1.8). On lui attribue une très haute conductivité thermique de l'ordre de $\sim 3\ 000\ W \cdot m^{-1} \cdot K^{-1}$, un module d'Young estimé à $\sim 1\ TPa$, une grande surface spécifique ainsi qu'une haute conductivité électrique (Randviir, Brownson, & Banks, 2014).

Il existe différentes qualités d'exfoliation de graphène qui donne donc différentes qualités de graphène (Figure 1.8). Dépendamment de la méthode de fabrication, l'exfoliation sera donc différente avec des propriétés qui peuvent fluctuer et le graphène sera appelé de différente manière. Lorsque les feuillets sont entièrement exfoliés, on parle de SLG (single-layer graphene). Ce degré d'exfoliation n'est vraiment pas facile à obtenir et ce type de qualité est utilisé pratiquement exclusivement dans les très hautes technologies. Lorsqu'il y a plusieurs feuillets de graphène, nous appelons ça le FLG (few-layer of graphene). Le GnPs (graphene nanoplatelets) comporte davantage de feuillets que le FLG. C'est le GnPs qui est très généralement à disposition dans le commerce. Il y en a bien d'autres tels que le graphène oxydé (GO), mais plus rarement utilisé, car potentiellement explosif lors de son élaboration. De plus sa conductivité électriques est très basse (Choi, Lahiri, Seelaboyina, & Kang, 2010); (Yusuf, Kumar, Khan, Sillanpää, & Arafat, 2019).

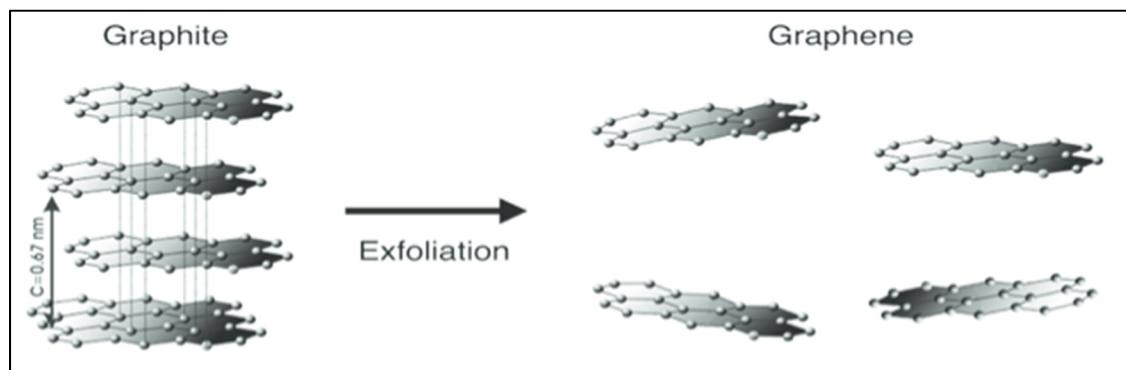


Figure 1.8 Exfoliation du graphite en graphène
Tirée de Blomquist (2016)

Un des facteurs clés est donc une bonne dispersion du graphène, ce qui n'est pas chose facile. Leur grande surface spécifique ainsi que les interactions de Van Der Waals rendent difficile la séparation des feuillets. Le graphène a donc tendance à se réagglomérer. Une dispersion

homogène permet une meilleure répartition des contraintes et une diminution de la propagation des fissures au sein du matériau qui voit ses propriétés mécaniques améliorées. À l'inverse, lorsque le graphène est mal dispersé et/ou aggloméré, les contraintes auront tendance à se concentrer ce qui aura pour conséquence une diminution des propriétés mécaniques (Jiacheng Wei, Mohd Saharudin, Thuc Vo, & Fawad Inam, 2017). Donc, plus les particules sont en contact avec le polymère, plus la probabilité des interactions sera forte, ce qui engendrera un transfert de contraintes plus efficace (Zhang et al., 2012).

Pour améliorer la dispersion, différentes techniques peuvent être mises en place. Cela dépend du type de résine utilisée. Pour les résines organiques, un puissant solvant aprotique apolaire, le N,N-Dimethylformamide (DMF) peut être utilisé, mais c'est un produit dangereux et cancérogène. Des tensioactifs peuvent également être utilisés afin de séparer les feuillets et de stabiliser le graphène en s'intercalant entre chaque couche en utilisant un mixeur à haut cisaillement (high shear mixer). Cette méthode est moins à risque et plus respectueuse de l'environnement (Jiacheng Wei et al., 2017 ; Xu, Cao, Xue, Li, & Cai, 2018). Cependant retirer ces produits pour ne laisser que le graphène et la résine n'est pas simple et demande des installations conséquentes comme peu en attester la Figure 1.9. Pas moins de sept étapes sont nécessaires pour mener à bien ce type de protocole (Ning et al., 2015).

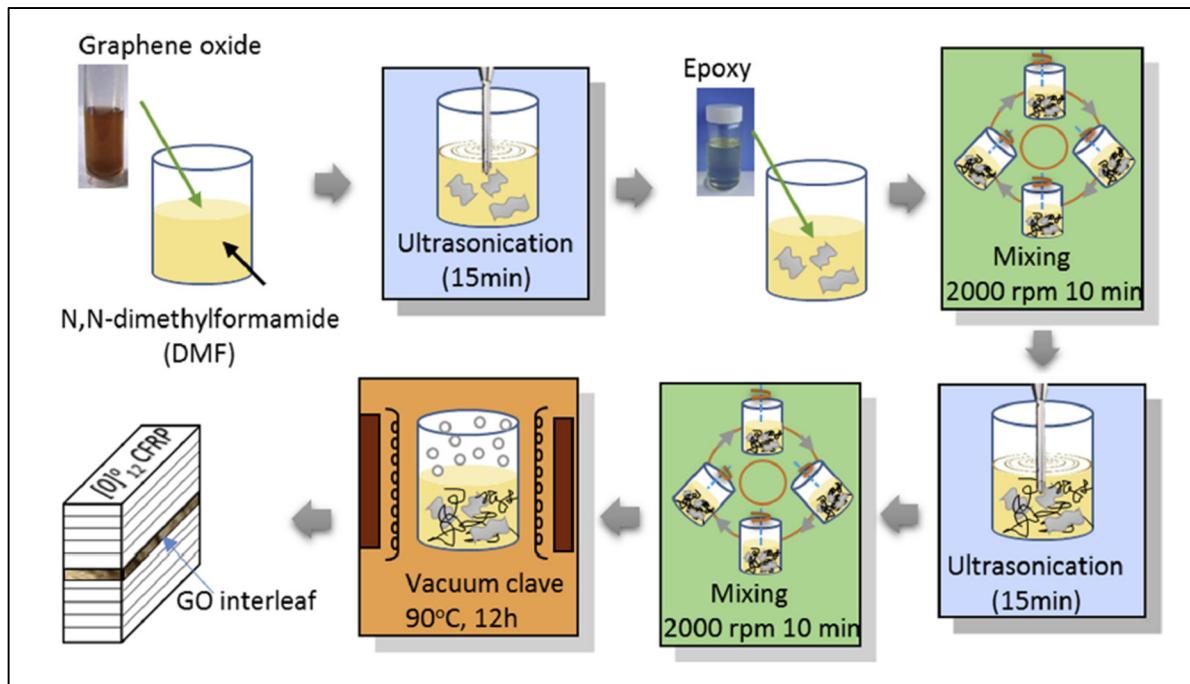


Figure 1.9 Exemple d'un protocole avec l'utilisation du DMF pour avoir une meilleure homogénéisation
 Tirée de Ning et al. (2015)

Ce n'est donc pas un processus facile à mettre en place, car il demande différentes ressources. L'exporter par la suite pour une industrialisation du procédé est par conséquent moins évident.

En somme, il faut faire attention à la dispersion, car le graphène a tendance à s'agglomérer en feuillets sous les interactions de Van Der Waal. De meilleures propriétés mécaniques peuvent être attendues avec une affinité plus grande entre la résine et le graphène ce qui augmentera la dispersion et donc diminuera ces agglomérations non voulues (Lentzakis et al., 2017). Ainsi, plus les nanoparticules sont en contact avec le polymère, plus la probabilité des interactions sera forte, ce qui engendrera un transfert de contraintes plus efficace (Zhang et al., 2012).

L'introduction du graphène dans une matrice organique seule conduit à l'élaboration de nanocomposites aux propriétés intéressantes. Une augmentation notable des performances mécanique, de la conductivité thermique et électrique est attendue (Wang, Yan, & Ma, 2012). Les nanocomposites graphène / époxy améliorent significativement les propriétés physiques et

chimiques de la résine, et ce avec de petites concentrations (Jiacheng Wei et al., 2017). Une augmentation de plus de 70 % sur la résistance à la traction et la flexion avec une concentration de 0,25 %wt (Chhetri et al., 2018) a déjà été observée. Il est également noté que la conductivité thermique est augmentée grâce à la conductivité thermique propre du graphène et de sa grande surface spécifique. Cependant, cette conductivité thermique dépend de la dispersion et de l'interaction avec la résine utilisée, mais également du degré d'exfoliation du graphène et de l'orientation de celui-ci. De plus, la conductivité semble augmenter de manière linéaire avec le pourcentage du graphène (Lentzakis et al., 2017). Une interaction covalente se fait entre le graphène, les fibres de carbone et la résine, ce qui améliore les propriétés mécaniques. Une augmentation des propriétés thermique et électrique est aussi observée (Keyte, Pancholi, & Njuguna, 2019).

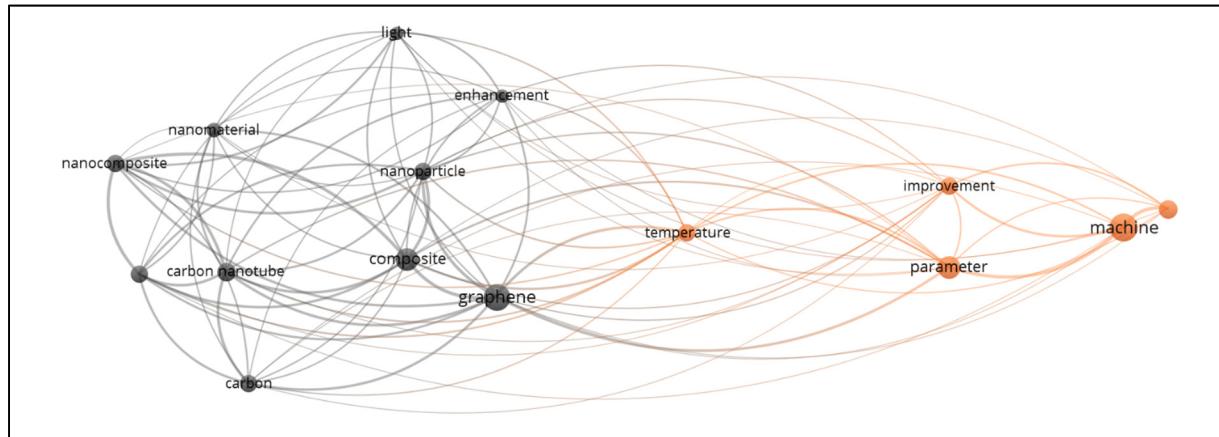


Figure 1.10 Bibliométrie des articles incluant l'usinage, les CFRP et le graphène, utilisation de VOS viewer et de la base de données Web of Science

L'insertion du graphène dans les FRP est encore un domaine nouveau. Comme le montre la Figure 1.10, d'un côté le graphène ou son dérivé gravite autour des composites et d'un autre côté nous pouvons voir tout ce qui touche à l'usinage. Ces deux clusters sont bien distincts et sont reliés entre autres par la température, ce qui montre bien que le graphène pourrait s'avérer intéressant en usinage pour ses caractéristiques thermiques. La température semble donc faire le pont entre ces deux champs de recherche.

1.3 Utilisation des composites et du graphène dans le domaine industriel

L'intérêt des composites ces dernières années est notamment dû à leurs propriétés fort intéressantes. En effet, ils ne se corrodent pas comme les métaux, ils ont une grande résistance aux impacts notamment avec les fibres d'aramide. Ils permettent également de faire une réduction de poids des structures pour une résistance équivalente ce qui a permis d'augmenter le rayon d'action des avions et de réduire leur consommation de carburant. C'est ainsi qu'il remplace petit à petit les métaux au sein des avions. C'est ainsi que le premier avion d'Airbus, l'A 300, comportait moins de 5 % de sa masse totale en composites alors que leur dernière génération d'avion, l'A 350 XWB, en comporte maintenant plus de 50 %. Cependant des désavantages existent et sont à prendre en considération tels que le prix de fabrication qui est plus élevé, des dommages plus difficilement visibles et des réparations plus délicates à réaliser (Mrazova, 2013).

En conséquence, l'utilisation des FRP s'est démocratisée dans beaucoup de domaines (sport, nautisme, etc.) alors que les CFRP restent essentiellement pour des utilisations de hautes performances (Mrazova, 2013). C'est ainsi que son utilisation s'est accrue dans l'aérospatial. Les études de marché s'accordent à dire que la production des CFRP, tout comme leur utilisation, sera de plus en plus massive. Une forte augmentation des demandes est à prévoir pour les années à venir comme en atteste la Figure 1.11 ci-dessous (Sauer, 2019).

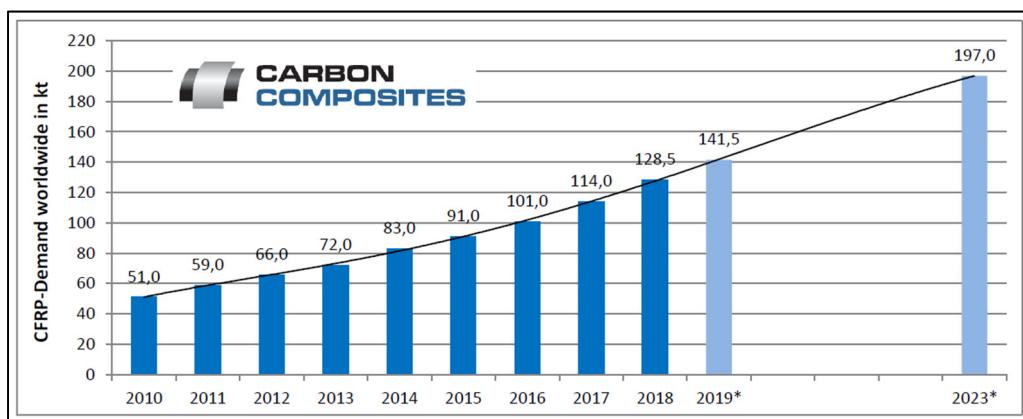


Figure 1.11 Demande mondiale des CFRP de 2010 à 2023 (* estimations)
Tirée de Sauer (2019)

La production et la demande du graphène dans le monde ne cesse de croître du fait des propriétés très intéressantes de ce produit. En 2013, les principaux fabricants de graphène GnPs en fabriquaient jusqu'à 300 tonnes par an (Ren & Cheng, 2014).

Les nanocomposites connaissent aussi un essor et sont utilisés dans plusieurs secteurs divers tels que le domaine alimentaire (emballage), le domaine spatial ainsi que celui de la médecine grâce à leurs propriétés innovantes (Omanović-Mikličanin, Badnjević, Kazlagić, & Hajlovac, 2020).

1.4 Usinage

L'usinage est un procédé complexe qui met en relation différents facteurs tels que l'outil (forme, matière), le matériau (caractéristiques physiques, mécaniques) et les paramètres de coupe. On considère que les fibres, dues à leurs abrasivités, contribuent le plus aux efforts et températures de coupe ainsi qu'à l'usure d'outil lors de l'usinage (Jahanmir, 1999).

En fait, l'orientation des fibres a un impact très important sur la température de coupe, la force de coupe et la rugosité de surface. C'est pourquoi la plupart des articles mentionnent l'orientation des fibres en fonction de la direction de coupe (Ghidossi, Mansori, & Pierron, 2006). Toutes les orientations des fibres données dans les sections suivent cette convention comme montrée dans la figure ci-dessous (Figure 1.12).

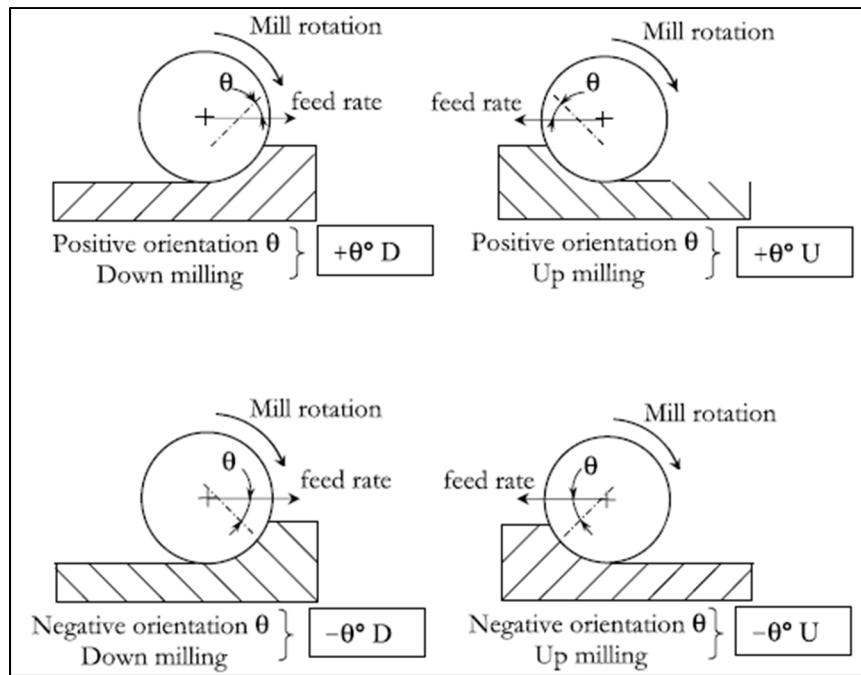


Figure 1.12 Convention d'orientation des fibres en usinage
Tirée de Ghidossi et al. (2006)

Par ailleurs, l'usinage se déroule dans des conditions particulières, sans utilisation de lubrifiant soit dit « à sec ». Les matériaux composites sont usinés dans ces conditions pour plusieurs raisons. Premièrement, les composites sont sensibles à l'humidité qui affecte par la suite leurs propriétés mécaniques et dégrade donc leurs performances. Cependant, l'effet de l'humidité sur les propriétés mécaniques dépend grandement de la composition du composite. En effet, l'humidité a un effet limité pour les thermoplastiques. Contrairement à ces derniers, l'époxy devient plus souple à l'interface entre les fibres et la matrice (perte d'adhérence), ce qui diminue les performances mécaniques. Cet endommagement chimique qui provoque une décohésion fibre/matrice peut provoquer des délaminations et des fissures lors de l'usinage, ou dans le temps, ce qui impacte irrévocablement, par exemple, la résistance aux impacts et à la fatigue (Turner, Scaife, & El-Dessouky, 2015); (Ilieșcu, 2008). Deuxièmement, la coupe du composite ne génère pas de copeau à proprement parlé, mais plutôt de la poussière qui est très souvent abrasive, notamment lorsque c'est un stratifié avec des fibres de carbone. Il faut donc un traitement spécifique du lubrifiant et un entretien de la machine-outil qui est encrassé par

cette poussière abrasive, ce qui engendre un coût plus élevé (Iliescu, 2008). L'aspiration de la poussière à sec est donc la plus adaptée pour notre étude.

1.4.1 Mécanisme d'usinage

Tel que mentionné précédemment, le matériau composite est un composé comportant au moins deux phases (la matrice et le renfort) et est fortement anisotrope (dépendant de l'orientation de chaque pli). Ainsi, son usinage dépend énormément des propriétés du renfort et de la matrice utilisés, de l'orientation des fibres et du taux volumique de fibres (Komanduri, 1997). La structure anisotrope et non homogène des composites et l'abrasivité des renforts usent très rapidement les outils utilisés (Teti, 2002). Quoique l'on puisse faire, les dommages lors de l'usinage sont inévitables, mais on doit les prendre en compte et comprendre leur mécanisme pour les minimiser, d'autant plus que les défauts créés se répercutent sur les propriétés mécaniques en les atténuant (J. Sheikh-Ahmad, Urban, & Cheraghi, 2012).

La coupe du matériau composite se fait en fonction de l'orientation des fibres composant celui-ci (Figure 1.13). Pour une orientation des fibres à 0 degré, le composite est soumis à des contraintes parallèles ce qui procure une délamination à cause d'une rupture de la matrice ou de l'interface fibre. Avec l'augmentation de l'orientation des fibres par rapport à la direction de coupe, les fibres sont compressées jusqu'à leur rupture due à la flexion et la charge de pression. Des ruptures à l'interface fibres/matrices peuvent se propager dans les endroits non usinés de la matrice et créer des modes de rupture de type I et II. Lorsque l'orientation est de $15^\circ \leq \theta \leq 75^\circ$, on considère que les copeaux se forment par le cisaillement de l'interface fibre/matrice le long de la direction de la fibre. Au-delà, pour tout angle $\theta > 75^\circ$, les copeaux sont formés par une rupture lors de la flexion des fibres, ce qui dégrade la rugosité de la surface usinée. À 90 degrés, les fibres subissent de la flexion puis finissent par être cisaillées. Ces contraintes s'accompagnent d'une décohésion des fibres sur les parties non encore usinées. Les fibres à 135 degrés sont quant à elles soumises à des contraintes de flexion et de traction. Des parties de fibres peuvent se faire arracher à cause d'une adhérence insuffisante à la matrice (Teti, 2002) ; (Ramulu, 1997); (Caggiano, 2018).

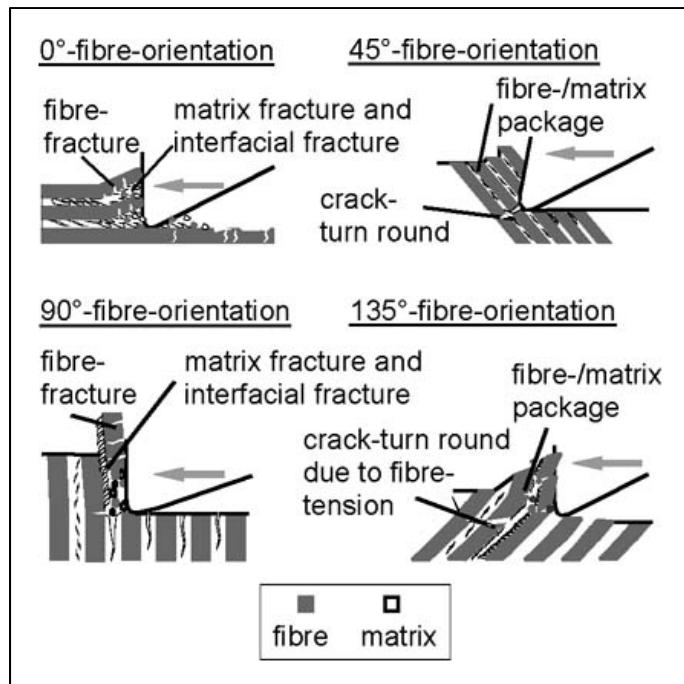


Figure 1.13 Schéma de la coupe des fibres
Tirée de Teti (2002)

1.4.2 Types de défauts

Les défauts qui apparaissent suite à l'usinage des matériaux composites peuvent être la cause d'effets mécaniques et/ou thermiques. C'est ce qui est détaillé dans les sous-sections suivantes.

1.4.2.1 Endommagements mécaniques

Beaucoup de travaux sont en accord sur le fait que les défauts de surface induits par l'usinage peuvent influencer de manière significative les performances mécaniques du matériau composite. Il est donc important de pouvoir caractériser ces défauts et de les minimiser lors des opérations d'usinage.

Les défauts peuvent être catégorisés en trois ensembles différents (J. Sheikh-Ahmad et al., 2012):

- Type I : fibres brisées et enlevées à une certaine distance à partir du bord usiné.
- Type II : fibres non coupées dépassant vers l'extérieur du bord usiné.

- Type III : délamination de fibres partiellement attachées ou fissure qui sont parallèles à la surface usinée.
- Type I/II : type I et II.

La Figure 1.14 schématise ces différents types de défauts.

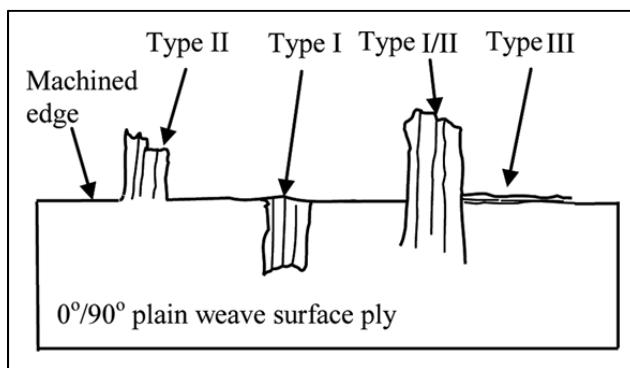


Figure 1.14 Schéma des différents défauts possibles
Tirée de J. Sheikh-Ahmad et al. (2012)

1.4.2.2 Endommagements thermiques

Il faut savoir que les matrices polymères ont une très mauvaise conductivité thermique. Cela signifie que lors de l'usinage, la chaleur engendrée a du mal à être évacuée et se concentrer sur une petite surface (Figure 1.15). Si la température de coupe dépasse celle de la transition vitreuse (T_g) de la matrice, qui est de l'ordre de 180°F (près de 82°C) pour l'époxy, la matrice va se détériorer et lisser la surface de coupe. Nous allons donc nous retrouver avec un état de surface excellent alors que peut-être beaucoup de dégâts mécaniques et/ou thermiques ont pu être faits. On peut apparaître cela à « *un effet de tartinage* » (Mullier, 2014). Il faut donc faire attention à ce paramètre, car si on observe la présence de ce phénomène, les relevés de rugosité pourraient être mal interprétés. La température de coupe dépend de beaucoup de facteurs :

- Le matériau usiné : type de renfort, type de matrice, présence ou non d'additif(s) et/ou de charge(s), épaisseur, taux de fibres, nombre et arrangement de plis. En somme les propriétés intrinsèques du matériau fabriqué.

- ✿ L'outil considéré : matériau et revêtement, usure, paramètres de coupe (vitesse d'avance et de coupe).

En fait, une diminution des performances mécaniques en cisaillement et en flexion lorsque la température de coupe augmente a pu être constatée (Mullier & Chatelain, 2015). Ainsi, il faut essayer d'avoir une température de coupe la plus basse possible pour éviter de diminuer les propriétés mécaniques et tout endommagement.

Des additifs ont déjà fait l'objet de recherche pour diminuer ces problèmes, tels que l'argile et la cire. En effet, il a été montré que ces deux additifs mélangés à un agent mouillant (produit permettant une meilleure dispersion) permettent de diminuer la température de coupe avec des composite en fibre de verre (Togue, 2019); (Togue, Chatelain, & Ouellet-Plamondon, 2018). Les meilleurs résultats sont obtenus avec 2% d'argile et 1% de cire et d'agent mouillant avec une diminution de température de 18°C (El-Ghaoui, Chatelain, Ouellet-Plamondon, & Mathieu, 2019). Le graphène a également fait l'objet de tests sur des CFRP (moulage au contact) et il a été montré que son utilisation permettait une meilleure usinabilité en diminuant entre autres la température de coupe (El-Ghaoui, Chatelain, & Ouellet-Plamondon, 2019).

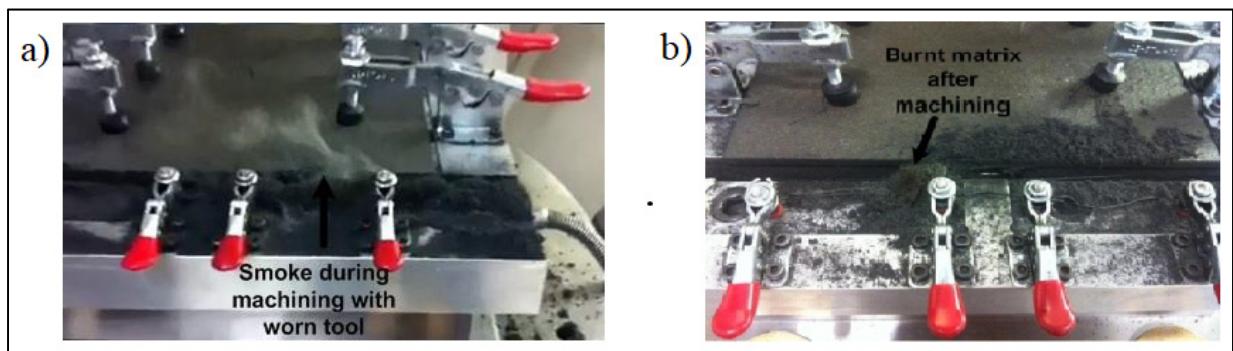


Figure 1.15 Matrice brûlée durant l'usinage de CFP
Tirée de Hamedanianpour & Chatelain (2013)

Différentes méthodes peuvent être utilisées pour pallier au problème thermique. Des lubrifiants ont fait l'objet d'études, mais ceux-là pénètrent dans le matériau composite ou être à l'origine de réaction chimique indésirable ce qui a eu pour conséquence de détériorer celui-ci comme vu

précédemment au paragraphe 1.4 (Turner et al., 2015). D'autres chercheurs ont analysé l'effet du refroidissement de la zone de coupe par air-comprimé afin d'atténuer le phénomène de brûlure de la matrice. Ils ont obtenu des résultats encourageant malgré une persistance de ce phénomène (El-Hofy et al., 2011).

L'endommagement thermique, qui reste très localisé durant l'usinage, ainsi que l'endommagement mécanique provoquent des séquelles irréversibles, dont l'impact sur les propriétés mécaniques n'a pas été complètement décrit et analysé (Delahaigue, Chatelain, & Lebrun, 2017); (Mullier & Chatelain, 2015).

1.4.3 Effet de l'usinage sur la rugosité de surface

Comme nous l'avons mentionné dans la section précédente, des défauts apparaissent lors de l'usinage, ce qui va directement se répercuter sur la rugosité de surface.

La rugosité seule n'est pas un bon paramètre à regarder pour juger de l'état d'un matériau composite dû à l'usure d'outil (Hamedanianpour & Chatelain, 2013); (El-Hofy et al., 2011). Pour bien caractériser les résultats d'usinage, il faut bien considérer les détériorations de surface et de sous-surface ainsi que la rugosité de surface qui a un impact significatif sur la qualité d'assemblage (Chatelain, Zaghbani, & Monier, 2012).

Cependant, mesurer la rugosité de surface des matériaux composites n'est pas aisée, car ce matériau est non homogène comparé aux métaux où celle-ci est facilement mesurable avec une bonne répétabilité (Chatelain et al., 2012). Néanmoins, la rugosité dépend de l'orientation des fibres (voir Figure 1.12), mais reste dans trois fenêtres (profil) proches, quelles que soient les conditions de coupe (Jahanmir, 1999) :

- 0 et 45 degrés ont des profils similaires avec la rugosité la plus faible (Jahanmir, 1999). Cependant, l'orientation à 45 degrés semble donner de meilleurs résultats (Chatelain et al., 2012);
- 90 degrés a une rugosité plus élevée que celles à 0 et 45 degrés (Chatelain et al., 2012);

- ➡ -45, 135 degrés présentent beaucoup de défauts et les plus grandes valeurs de rugosité (Ghafarizadeh, Lebrun, & Chatelain, 2016).

Il faut donc faire attention lorsque le composite n'est pas unidirectionnel de bien rester sur le même pli lors de la mesure (Delahaigue, 2015). De plus, on peut ajouter que les orientations à 0 et 90 degrés sont relativement équivalentes en regardant la moyenne des paramètres, mais le type de profil obtenu est radicalement différent. Pour mener une étude sur la qualité de coupe, l'orientation à -45 degrés est privilégiée, car elle donne les plus mauvais relevés de rugosité (Chatelain et al., 2012). La rugosité arithmétique (R_a) qui est souvent utilisée comme paramètre de contrôle ne semble pas décrire de manière correcte la surface. D'autres paramètres comme la profondeur de rugosité (R_y) ou hauteur moyenne sur dix points (R_z) donne de meilleurs résultats d'analyse (Ramulu, 1997).

La rugosité augmente lorsqu'il y a une vitesse de coupe élevée et une faible vitesse d'avance. Cela est dû à une génération de chaleur causée par la vitesse de coupe élevée et une vitesse d'avance faible, qui combinées à une faible conductivité thermique du composite, détériore rapidement l'outil (Jahanmir, 1999). Plus la vitesse d'avance ou l'orientation des fibres augmente, plus la rugosité augmentera. Le facteur prédominant est la vitesse d'avance suivie de la vitesse de coupe (Palanikumar, Karunamoorthy, & Karthikeyan, 2006).

L'intégrité de surface caractérise un état lié au procédé d'obtention de surface. Des propriétés peuvent être détériorées ou améliorées tel que (Souto-Lebel, 2014) :

- ➡ Mécanique : fatigue, dureté;
- ➡ Géométrie : état de surface.

Le lien entre propriété de surface et performance, notamment mécanique, a été mis en évidence et résumé au Tableau 1.2.

Tableau 1.2 Relation entre performance mécanique et propriété de surface
Tirée de Griffiths (2001)

FAILURE CAUSE	SURFACE PHYSICAL PROPERTIES						
	Yield Stress	Hardness	Strength	Fatigue	Residual Stress	Texture	Micro-Cracks
Plastic Deformation	●	●				☆	
Scuffing/adhesion		●					
Fracture/cracking	+	+	●		+		●
Fatigue				●	●	●	●
Cavitation		●					●
Wear		●		☆	●	+	☆
Diffusion						"	
Corrosion					●	☆	●

Key:

●	Strong influence	Original 1980 Survey: (Tonshoff and Brinksmeier, 1980)
●	Traceable influence	
"	Supposed influence	
☆	Additional information (Griffiths, 1988)	Original 1980 Survey: (Tonshoff and Brinksmeier, 1980)
+	Additional information (Griffiths, 2000)	

Quant à l'intégrité de surface des composites, la meilleure est obtenue pour une orientation de fibres de 0 et 90 degrés et l'utilisation d'une avance de coupe la plus basse, 200 m. min^{-1} (Ghafarizadeh et al., 2016). En revanche, même constatations qu'avec la rugosité, les plus mauvais résultats sont obtenus avec une orientation de – 45 degrés. Les fibres ont du mal à être coupées de manière nette, ainsi beaucoup de défauts apparaissent (Chatelain et al., 2012) ; (El-Hofy et al., 2011). Plus la longueur de coupe augmente (équivalent à l'usure d'outil), plus la surface se dégrade et des défauts apparaissent. On peut remarquer que plus l'outil est usé, plus les endommagements thermiques sont présents, ce qui dégrade irrévocablement l'intégrité de surface (Figure 1.16).

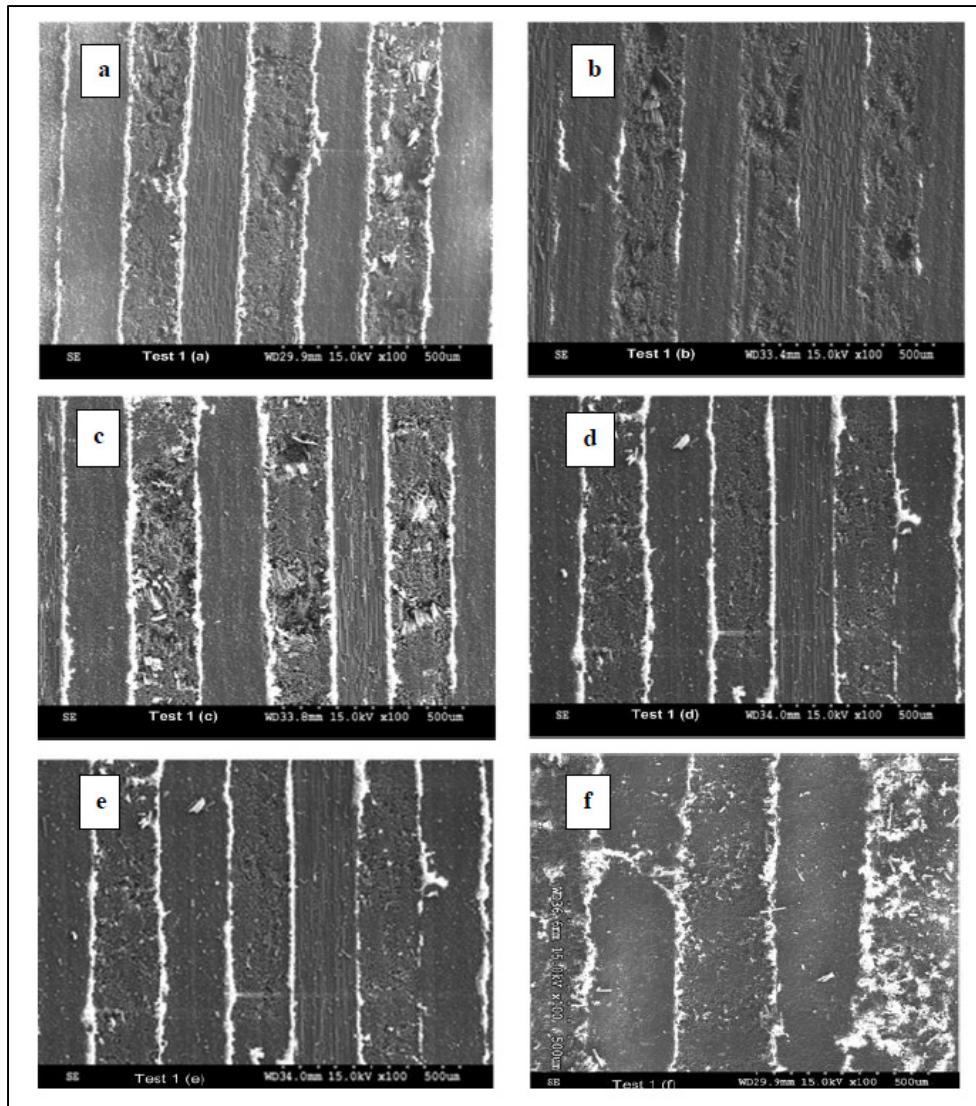


Figure 1.16 Intégrité de surface suivant une usure croissante de l'outil, vitesse d'avance $1524 \text{ mm. min}^{-1}$, vitesse de coupe 400 mm. min^{-1} ,
 a) 0.1, b) 4.1, c) 9.1, d) 15.9, e) 27.3 et f) 28.3 longueur de coupe en mètre
 Tirée de Hamedanianpour (2013)

Le mode d'usinage a également son importance. Bien que l'on retrouve des mécanismes de coupe équivalents, l'usinage en opposition montre un état de surface et une rugosité meilleure qu'en avalant (Delahaigue, 2015); (Hamedanianpour, 2013); (Jahanmir, 1999).

1.4.4 Outilage

Comme nous l'avons vu dans les sections précédentes, l'orientation des plis, la composition et les propriétés mécaniques intrinsèques des composites influent énormément sur la température, mais également sur la rugosité et l'intégrité de surface. Nous allons voir maintenant que le choix de l'outil ainsi que les paramètres de coupe qui y sont associés jouent également un rôle très important en usinage.

L'usure d'outil importe beaucoup sur l'état de surface, mais également sur la détérioration de la matrice lors de l'usinage (Lopresto, Caggiano, & Teti, 2016). Les fibres sont très abrasives ce qui détériore très rapidement les outils utilisés (Teti, 2002). Généralement, l'usure d'un outil se découpe en trois fenêtres (Figure 1.17).

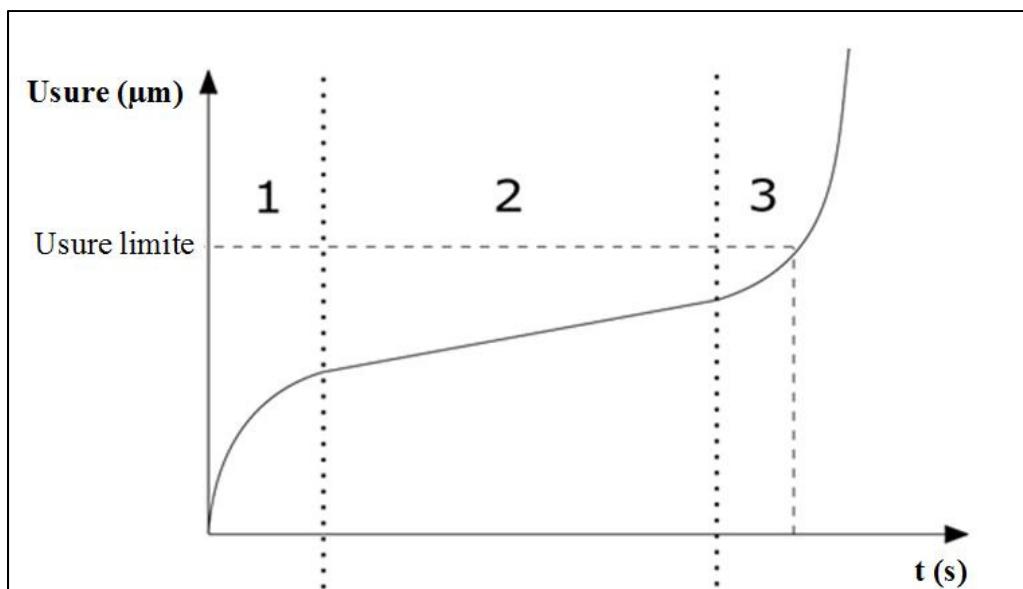


Figure 1.17 Courbe usuelle de l'usure d'outil en fonction du temps d'utilisation

Ces trois fenêtres sont assez facilement identifiables dans le domaine expérimental comme en atteste la Figure 1.18. De plus, on peut voir l'importance des paramètres de coupe. La distance de coupe a pu être pratiquement multipliée par trois entre deux paramètres de coupe différents (Figure 1.18).

Au-delà de 0,3 millimètre d'usure d'outil, celui-ci est considéré comme hors d'usage (El-Hofy et al., 2011). La rapidité d'usure d'outil dépend également des paramètres de coupe comme nous le montre la Figure 1.18. Le taux d'usure le plus bas a été observé avec une petite vitesse d'avance et une haute vitesse de coupe comme il est facile de le constater sur la Figure 1.18 (Hamedanianpour & Chatelain, 2013); (El-Hofy et al., 2011). En revanche, l'augmentation de la vitesse d'avance élève la chaleur produite, donc l'usure d'outil (Palanikumar et al., 2006).

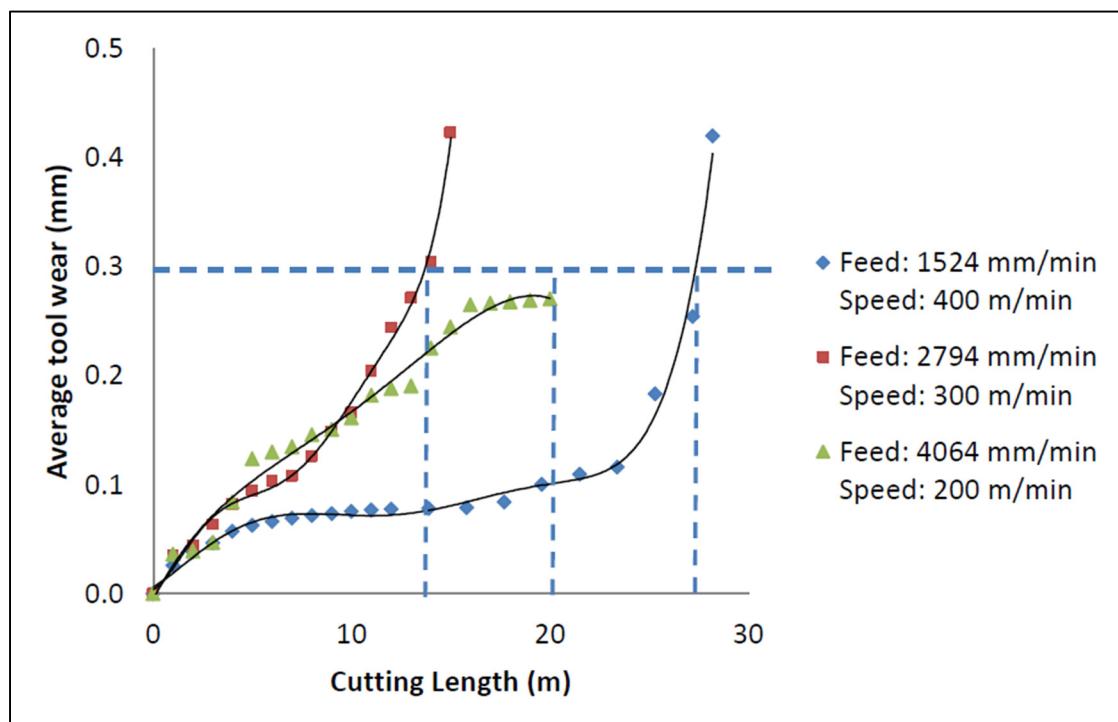


Figure 1.18 Usure de l'outil de coupe en fonction de la longueur de coupe pour trois paramètres de coupe distincts
Tirée de Hamedanianpour (2013)

La force de coupe dépend également beaucoup des paramètres de coupe utilisés, comme nous le montre la Figure 1.19 ci-dessous. L'allure des courbes ont les mêmes tendances, mais on peut voir qu'en prenant différents paramètres de coupe, les valeurs de forces de coupe changent énormément en intensité. Le choix de bons paramètres de coupe est donc essentiel.

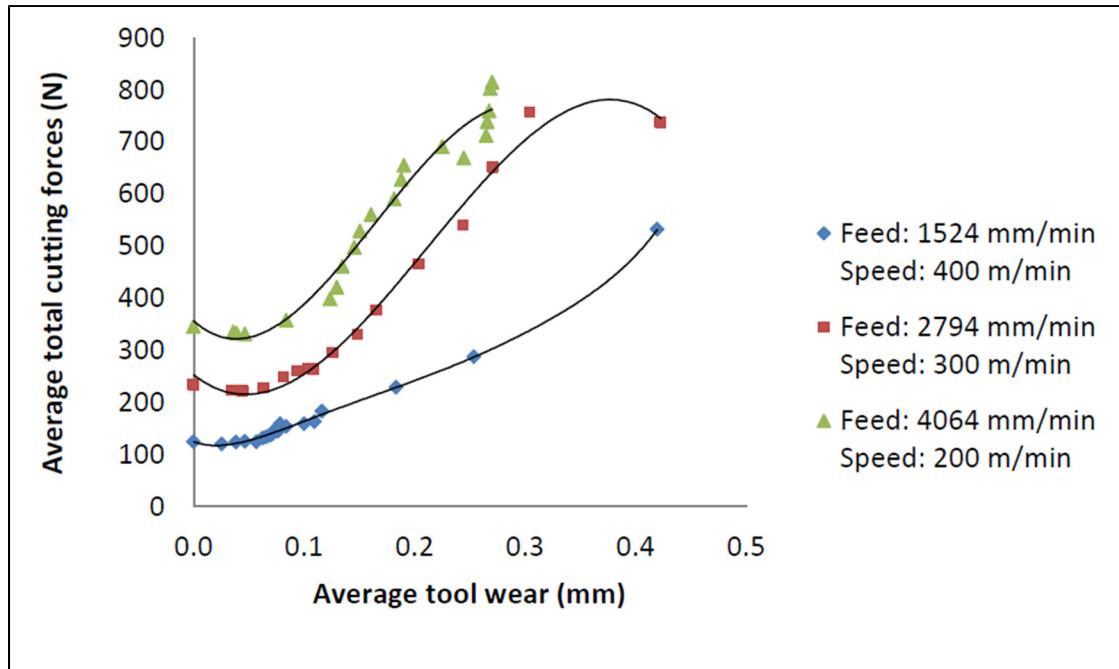


Figure 1.19 Force de coupe total en fonction de l'usure d'outil pour différent paramètres de coupe
Tirée de Hamedanianpour (2013)

Les outils étant mis à rude épreuve, leur durée de vie est assez courte. Elle dépend bien entendu de la nature du composite (épaisseur, nombre de plis, caractéristique du renfort et de la matrice, taux volumique de fibre). Pour du préimprégné comportant quarante plis, la durée de vie du PCD est de 28 mètres (El-Hofy et al., 2011).

1.4.4.1 Différents types d'outils

Les matériaux composites ne s'usinent pas facilement. Leur abrasivité et leur condition d'usinage particulière qui s'effectue à sec mettent à rude épreuve les outils et impactent de manière significative leur durée de vie. En effet, au-delà d'une certaine température critique, l'usure d'outil augmente drastiquement (Li et al., 2013), amenant au passage les inconvénients vus précédemment.

Il existe principalement deux types d'outils utilisés pour la coupe des matériaux composites (Lopresto et al., 2016) :

- Les carbures : ils sont majoritairement fabriqués par dépôt chimique en phase vapeur, ils sont ainsi connus sous le nom d'outil CVD. Leur durée de vie est plus faible que celle des PCD, mais leur prix l'est aussi (Bérubé, 2014)
- Les diamants polycristallins (PCD) : ce sont des outils où peu de géométries existent dû à leur complexité de fabrication. Ces outils permettent d'obtenir la durée de vie la plus élevée en usinage des composites, mais leurs prix restent très élevés (Bérubé, 2014). Ces outils permettent d'obtenir une bonne reproductibilité (El-Hofy et al., 2011) et font preuve d'une meilleure résistance à l'usure (Komanduri, 1997).

1.4.5 Température et forces de coupe

La température augmente de manière linéaire, quelle que soit l'orientation des fibres avec la vitesse de coupe. Les températures les plus élevées sont atteintes pour une orientation de fibres à 90 degrés suivi par les fibres à -45 degrés (Ghafarizadeh et al., 2016). Les efforts de coupe varient selon plein de facteurs comme vu précédemment. On peut également ajouter les forces de coupe observées qui sont les plus basses pour un angle de fibres de 0 degré et les plus élevées pour les fibres à 90 degrés (Jahanmir, 1999). Ces efforts rediminuent jusqu'à 180 degrés. Ces observations sont valables, quelle que soit la profondeur de coupe (Rao, Mahajan, & Bhatnagar, 2007). De plus, l'évolution de l'usure d'outil peut se voir à travers les efforts de coupe (Jahanmir, 1999).

1.4.6 Paramètres de coupe

Comme vu précédemment, les paramètres de coupe influent sur beaucoup de points sur la coupe des matériaux composites. Le choix de paramètres de coupe adaptés mêlant performance et productivité n'est pas chose aisée. (Caggiano, 2018) préconise dans leur étude $V_c = 400 \text{ m.} \text{min}^{-1}$ et $f_z = 0,1 \text{ mm.} \text{rev}^{-1}$ en précisant que ces paramètres ne prennent pas en compte la productivité. L'étude de (Bérubé, 2014) a permis de comparer quatre outils différents

et de les comparer selon différents critères tels que la productivité et le prix. L'outil en PCD ressortait comme étant le plus adapté avec comme paramètre de coupe : $V_c = 400 \text{ m.} \text{min}^{-1}$, $f_z = 0,254 \text{ mm.} \text{rev}^{-1}$. On peut remarquer que ces deux paramètres de coupe en exemple ci-dessus sont dans les mêmes ordres de grandeur.

1.5 Résumé et conclusion

Cette revue de littérature a permis de mettre en évidence plusieurs points importants concernant les matériaux composites et leur usinage :

- Une bonne dispersion des charges/additifs au sein de la matrice organique est essentielle pour avoir les meilleurs résultats escomptés (mécanique, thermique, électrique, usinage). Le degré d'exfoliation influe énormément sur les propriétés du matériau obtenu.
- La dispersion du graphène peut être utilisé pour améliorer son affinité avec la résine. En fonction des propriété de la résine, des tensioactifs ou encore de puissants solvants (très souvent toxique), tel le N,N-Dimethylformamide (DMF) peuvent notamment être utilisés à cet effet.
- Le traitement d'image est une technique permettant d'avoir des résultats probants sur le taux de vide.
- Le recours à une méthode de mise en œuvre répétable permet d'obtenir un taux de fibre répétable, ce qui est essentiel pour mener à bien une comparaison en mettant en avant l'effet du graphène seul.
- L'intérêt des matériaux composites ne cesse de croître aux vues de leurs caractéristiques mécaniques. Cependant, malgré une géométrie relativement maîtrisable, des opérations d'usinage restent inévitables pour respecter les tolérances géométriques de fabrication. Les opérations d'usinage sont toujours mal maîtrisées et les pièces usinées sont sujettes à des détériorations mécaniques et/ou thermiques.
- L'orientation des fibres est un facteur prépondérant caractérisant l'usinabilité des composites. L'orientation -45° semble être la plus critique. Une orientation à 90° montre des températures et des forces de coupe les plus élevées.

- La température durant l'usinage peut endommager l'outil et provoquer des dommages thermiques et mécaniques aux composites diminuant ses propriétés de manière irréversible. Il faut donc chercher à avoir la température de coupe la plus basse possible pour éviter tout endommagement.
- Les charges sont massivement utilisées pour nuancer les propriétés mécaniques et physiques des matrices. Cependant, leurs impacts sur l'usinabilité des matériaux composites n'ont pratiquement pas été étudiés.
- L'outil PCD obtient les meilleures performances pour la coupe des composites. Les paramètres de coupe préconisés pour une application industrielle sont : $f_z = 0,254 \text{ mm. rev}^{-1}$, $V_c = 400 \text{ m. min}^{-1}$.

Cette revue de littérature a traité l'usinabilité des matériaux composites sur bien des aspects en mettant l'accent sur l'importance de la température de coupe. Divers additifs ont été expérimentés pour améliorer l'usinabilité mais encore peu le graphène qui semble toutefois prometteur aux vues de ces caractéristiques physiques et de résultats préliminaires (El-Ghaoui, Chatelain, & Ouellet-Plamondon, 2019). Néanmoins, il reste à confirmer ces tests et aller plus loin, d'où cette recherche. L'influence du graphène sur la température de coupe et les forces de coupe sera caractérisée avec différentes concentrations de celui-ci sur de longues coupes pour deux matériaux : l'époxy modifiée (nanocomposites) et le CFRP. Les nanocomposites permettent de mettre en évidence la température de coupe sans créer de l'usure d'outil car il n'y a pas de renfort. Les CFRP correspondent le plus à ce qui se trouve dans l'industrie.

1.6 Objectifs de la recherche

Pour rappel, cette étude a pour but d'étudier et de caractériser le graphène au sein de composite carbone-époxy. Dans un premier temps, l'étude s'est portée sur l'influence du graphène dans de l'époxy lors de l'usinage (évolution de la rugosité, températures, forces de coupes). Dans cette configuration nous pouvons considérer que l'usure d'outil est pratiquement nulle, car nous n'avons pas de renforts. Ainsi, seul l'effet du graphène avec différentes concentrations peut être étudié en éliminant l'usure d'outil comme facteur. Dans un second temps, l'étude

s'est focalisée sur l'usinage de CFRP (soit époxy avec fibres de carbone) avec différentes concentrations de graphène jugées intéressantes grâce aux travaux de Mohamed-Ali Charfi (mon binôme sur l'étude) qui en a étudié le comportement mécanique.

Ce chapitre a pour but d'expliquer le parcours effectué ainsi que les méthodes utilisées pour les différentes expérimentations en détaillant les procédures. Dans un premier temps, les plan expérimentaux et les essais d'usinage seront détaillés. Puis dans un second temps, nous allons voir comment la résine modifiée (époxy plus graphène) a été élaborée. Dans un troisième temps, nous traiterons de la méthodologie de fabrication des plaques en résine modifiée suivi par la fabrication des CFRP. Dans un dernier temps les équipements de mesures lors de l'usinage seront détaillés. Enfin, une conclusion clôturera ce chapitre.

Tout au long de cette recherche, quatre matériaux principaux ont été utilisés :

- Les fibres de carbone unidirectionnelles (TC-09-U) de Texonic®;
- La résine époxy Marine 820®;
- Le durcisseur Marine 824®, qui permet d'avoir une heure de manipulation (essentiel pour la fabrication des CFRP, section 2.4.4);
- Du graphène (GrapheneBlack™ 0x) de la compagnie NanoXplore Inc®.

En plus de cela, divers moules ou outils seront présentés au cours des sections suivantes. Ils sont spécifiques à chaque utilisation et ont un but bien précis.

CHAPITRE 2

MÉTHODOLOGIE EXPÉRIMENTALE

Ce chapitre a pour objectif de détailler le mode opératoire utilisé pour atteindre les objectifs de cette recherche.

2.1 Usinage

L'usinage s'est réalisé en deux phases. Dans un premier temps les plaques en résine modifiées ont été usinées puis celles des CFRP. Cet ordre permet d'utiliser un seul outil en ayant le plus d'information fiable. Avec l'utilisation d'un seul outil, les différences de températures obtenues pourront être associées aux différentes plaques ainsi qu'à l'usure d'outil. Pour compléter l'enregistrement de la température, une caméra thermique a été ajoutée (Figure 2.1).

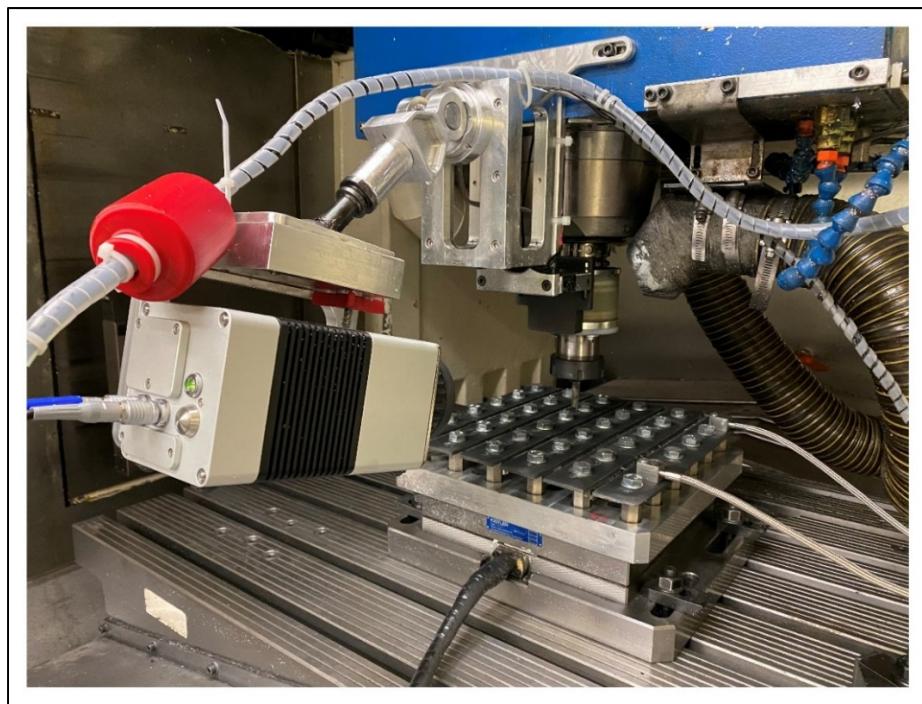


Figure 2.1 Plaque CFRP P03 3%wt déjà usinée
(dimension 30 × 30 centimètres)

La caméra thermique se déplace avec la broche ce qui permet d'être toujours en « focus » sur la zone de coupe, et donc d'avoir des résultats fiables. Les efforts de coupe ainsi que les accélérations seront relevés au cours de l'usinage à l'aide d'une table dynamométrique et de deux capteurs à émission acoustique. Chaque plaque sera usinée sans interruption, en cinq passes de trente centimètres chacune (engagement total de l'outil, rainurage). Les passes débutent systématiquement du même côté, il y a donc un temps où l'outil reste hors de la plaque. Une fois une passe terminée, la table d'usinage se déplace afin de recommencer une nouvelle passe. Il y a donc cinq rainurages correspondants aux cinq passes (Figure 2.2). Cette cinématique d'usinage permet à la caméra thermique d'avoir le visuel et le focus de la zone de coupe en permanence.

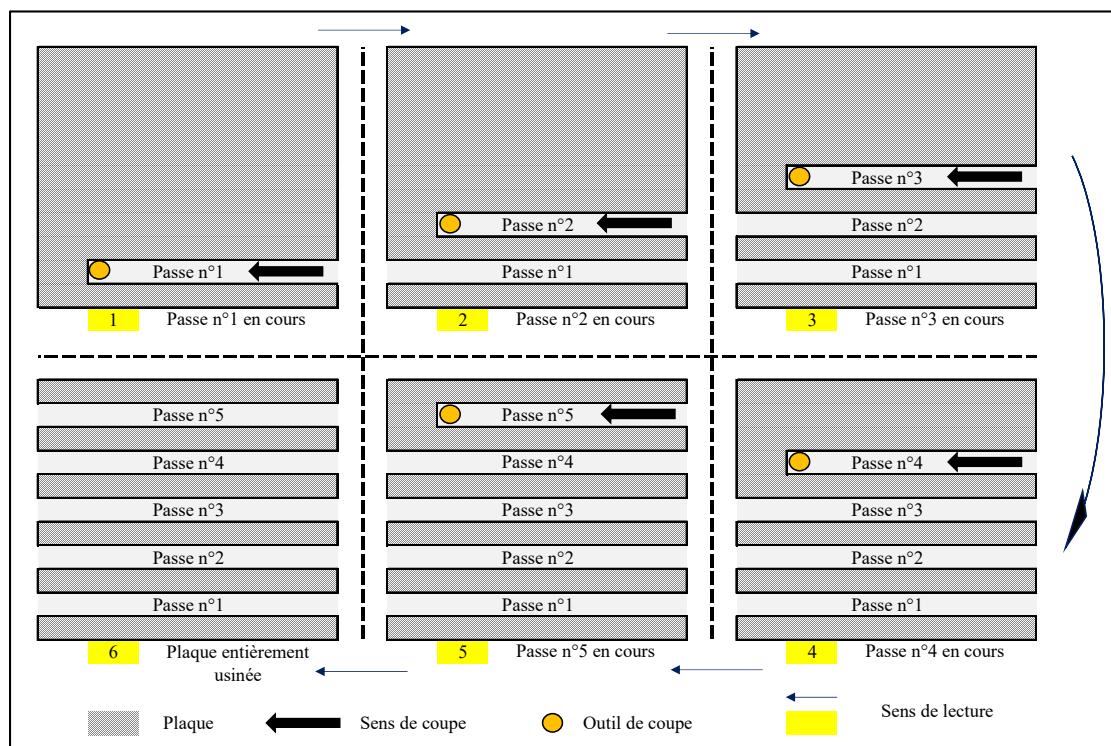


Figure 2.2 Schéma de l'usinage des différentes plaques, CFRP et époxy

Après chaque usinage de plaque (incluant les cinq passes), un relevé de l'usure d'outil sera réalisé optiquement. La rugosité a été relevée uniquement sur les plaques en CFRP, au milieu

de chaque échantillon de passe et sur la face en opposition. Comme l'outil de coupe tourne dans le sens horaire, la face en opposition correspond aux bords inférieurs tel indiqué en rouge à la Figure 2.3. En effet, comme vu lors de la revue de littérature, l'usinage en opposition est préconisé pour les composites. Cela permet d'avoir des résultats plus comparables. Les mesures de rugosité ont donc été effectuées la face en opposition et au milieu des échantillons afin d'éviter les effets de bords.

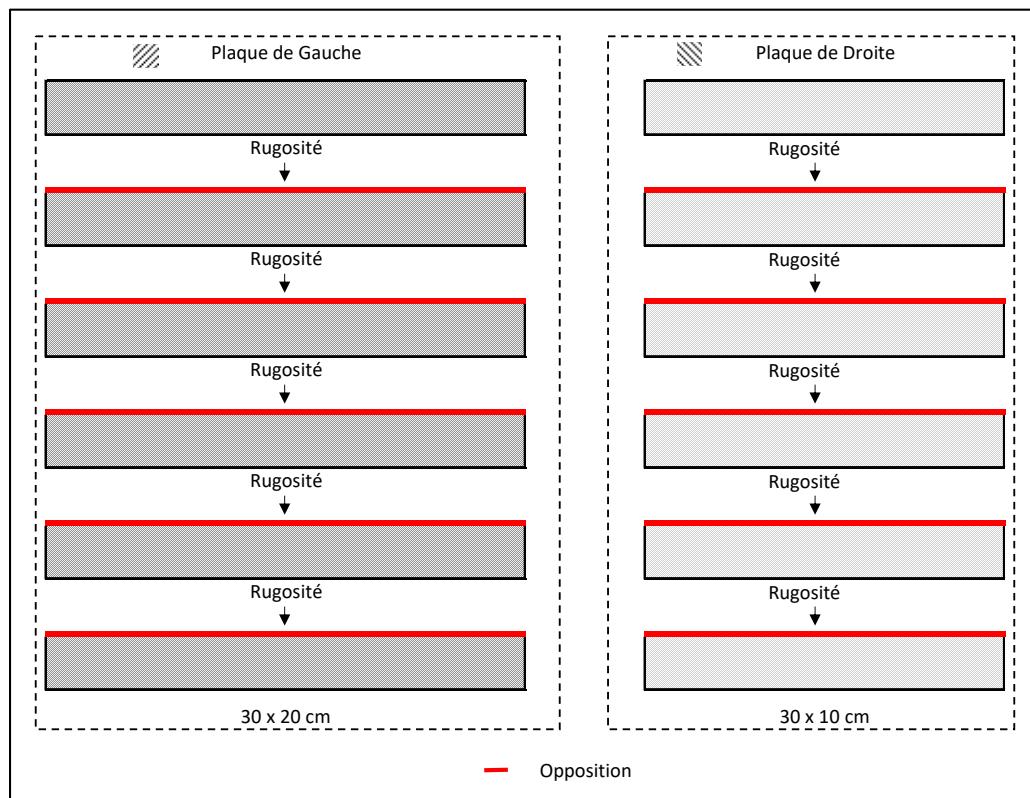


Figure 2.3 Positionnement des relevés de rugosité

Deux régions de coupe de l'outil ont été déterminées (Figure 2.4). Dans la région de coupe 2 (RC2), les plaques en résine modifiées seront usinées directement sur les thermocouples, car étant dépourvus de fibres, ceux-là ont beaucoup de chance de rester fixés. Des températures plus fiables pourront donc être observées. Les plaques CFRP seront usinées en région de coupe

1 (RC1), soit en dessous de la région de coupe 2, afin que les thermocouples ne se détachent pas et que des températures puissent être tout de même observées.

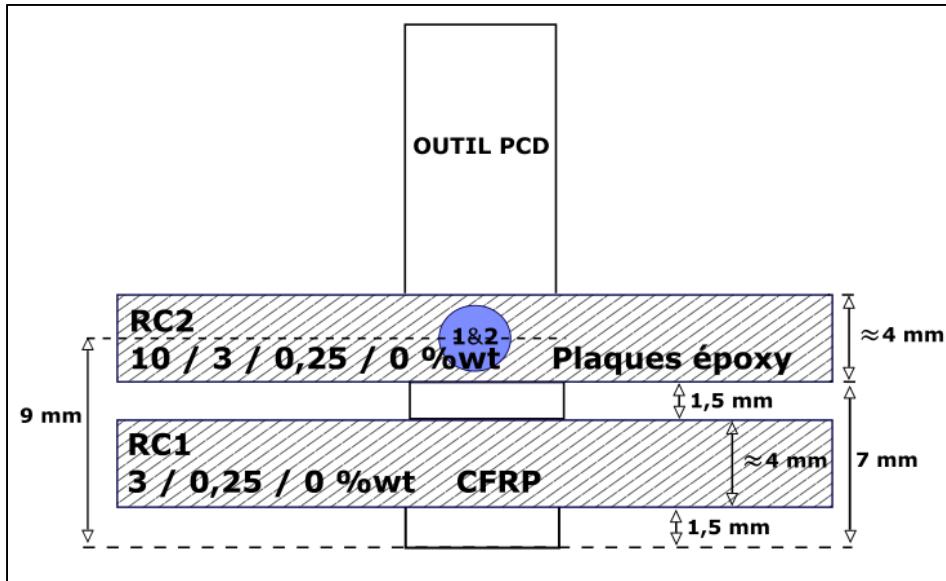


Figure 2.4 Schéma de l'utilisation complète de l'outil en PCD utilisé

Aucune plaque ne sera usinée au-dessus de la région de coupe 2 de peur que les fils des thermocouples ne soient arrachés. Ce montage permet une analyse complète sur l'influence du graphène sur l'usinage avec une distance significative sur les deux matériaux différents.

2.1.1 Description du protocole d'usinage des plaques en résine époxy modifiée

L'usinage des plaques en époxy permet de mettre en évidence l'effet du graphène sur la température de coupe sans considérer l'effet des fibres. Quatre concentrations vont être testées (Tableau 2.1) ; une plaque de référence (0 % wt), une plaque avec la concentration qui a donné les meilleurs résultats mécaniques suite aux essais de Mohamed-Ali Charfi (mon binôme sur l'étude), soit 0,25 %wt. Une plaque représentant la concentration maximale testée mécaniquement (3 %wt) et une plaque avec une concentration élevée pour observer le

comportement thermique du graphène (10 %wt). L'épaisseur finale des plaques est de quatre millimètres.

Tableau 2.1 Plan expérimental
pour les plaques en
résine modifiée

N°plaque :	Graphène (%wt) :
1	0,00
2	0,25
3	3,00
4	10,0

Les plaques d'époxy seront directement usinées au niveau des thermocouples (voir Figure 2.5 ci-dessous). Cette configuration permet d'avoir un relevé de température le plus fidèle possible. L'ordre de passage est dans le sens décroissant des numéros de plaque (voir Tableau 2.1 ci-dessus). Ainsi les plaques seront usinées dans l'ordre décroissant de la teneur en graphène. Cela permettra de mettre plus facilement en évidence la différence de température observée.

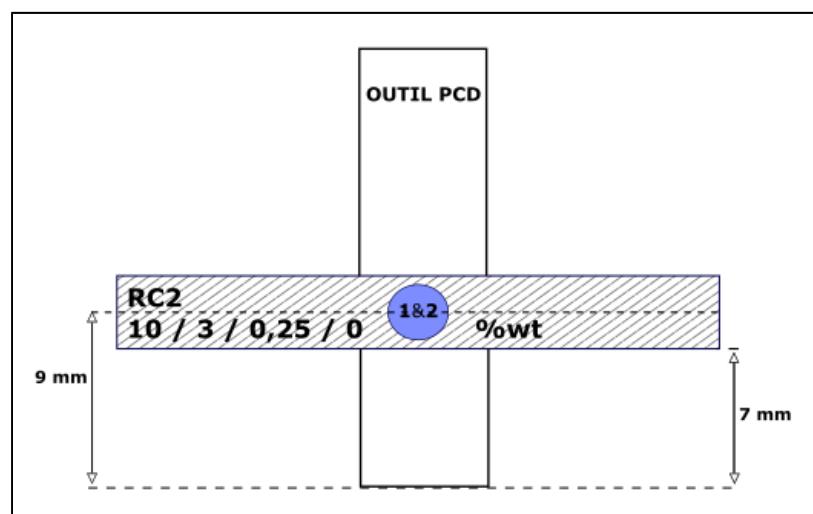


Figure 2.5 Schéma de l'outil PCD pour les plaques époxy

La Figure 2.6 ci-dessous récapitule le schéma de coupe des plaques en résine modifiée. Chaque plaque a une dimension finale de trente par trente centimètres ($30 \times 30 \text{ cm}$) et une épaisseur de quatre millimètres. Elle est usinée en cinq passes successives, comme expliqué précédemment. Le détail du protocole et de la nomenclature des échantillons sont présentées en ANNEXE III.

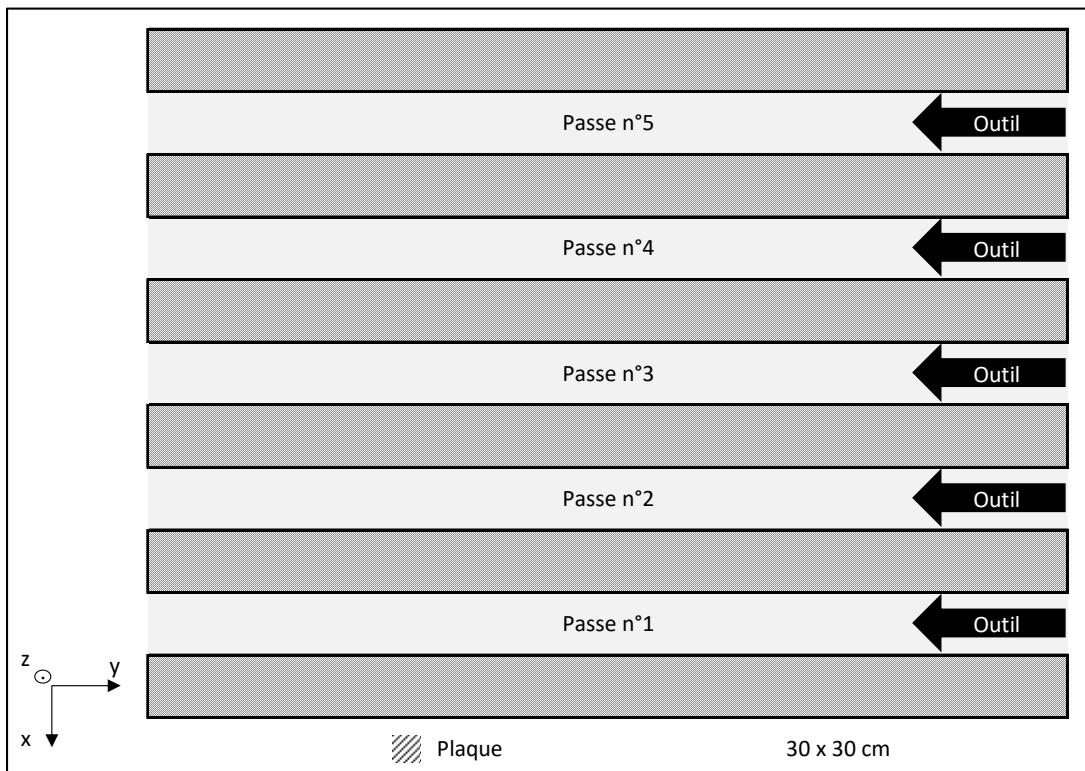


Figure 2.6 Schéma d'usinage des plaques en résine modifiée

2.1.2 Description du protocole d'usinage des stratifiés CFRP

L'usinage des plaques CFRP permettra de voir les différences de température, force de coupe et l'usure atteintes entre la plaque de référence (0 %wt de graphène) et celle offrant les meilleures performances mécaniques (0,25 %wt de graphène). Une autre plaque avec une concentration de 3 %wt de graphène sera testée afin de voir l'influence du graphène à plus haute concentration (Tableau 2.2).

Tableau 2.2 Plan expérimental d'usinage des plaques CFRP

N°plaque :	Graphène (%wt);
1	0,00
2	0,25
3	3,00

Chaque plaque sera usinée d'une traite en dessous des thermocouples dans la région de coupe 1 (RC1, Figure 2.7). Usiner dans cette région de coupe permet d'éviter tout arrachement de thermocouple durant l'usinage.

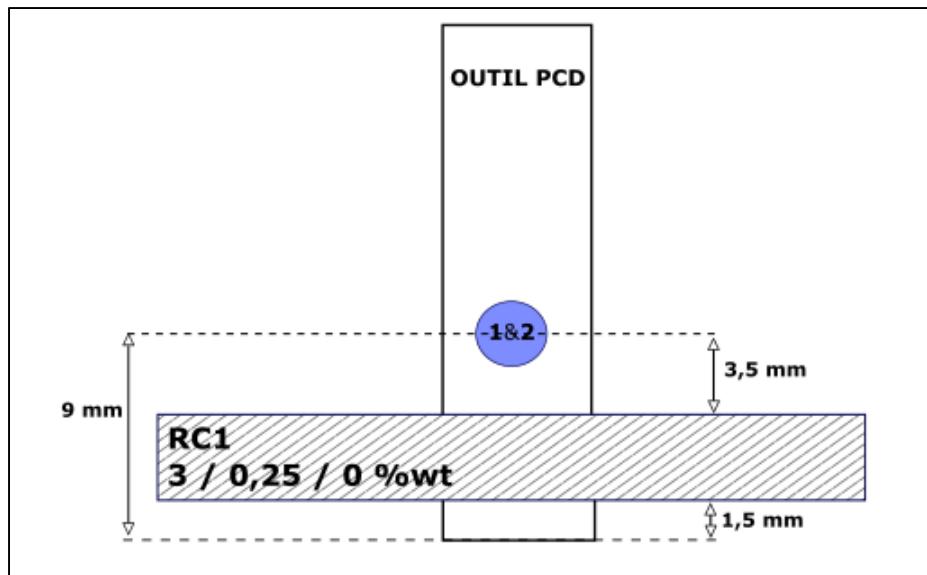


Figure 2.7 Schéma de l'outil PCD pour les plaques CFRP

Entre chaque usinage de plaque, un relevé de l'usure d'outil sera réalisé optiquement. Un relevé de rugosité sera également effectué sur chaque échantillon de coupe. Le taux de volume en fibre sera calculé avec l'épaisseur finale composite, et le taux volumique de vide grâce à l'apprentissage automatique (« machine learning » voir section 2.4.2.3). Afin de respecter la taille de la table d'usinage qui est de trente par trente centimètres, deux plaques de CFRP par

concentration ont dû être fabriquées. Elles sont espacées d'un demi-millimètre (Figure 2.8). Cela est dû au fait que le moule utilisé n'était pas suffisamment grand.

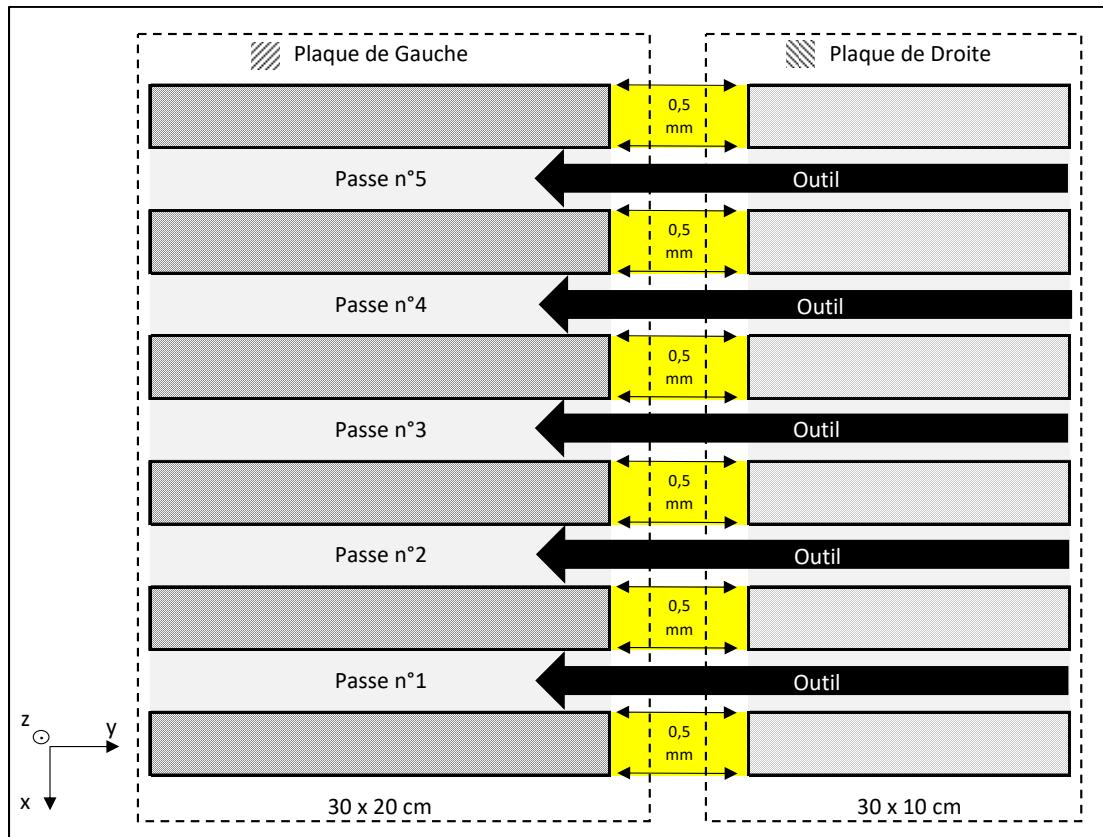


Figure 2.8 Schéma, usinage CFRP

Un nombre de plis de quatorze a été choisi, car cela permet de faire le moins de chutes (retailles) avec notre rouleau de fibres, mais également par le fait que les plus petites cales d'usinage que nous avons pu fabriquer, avec épaisseur contrôlée, étaient de quatre millimètres. Notons également que cette épaisseur représente une réalité industrielle.

Le détail du protocole et de la nomenclature des échantillons sont présentées en ANNEXE II.

2.2 Élaboration de la résine

Pour la fabrication de nos échantillons, nous avons utilisé différents moules : un pour la fabrication des CFRP (section 2.4.3.4) et l'autre pour la résine modifiée (section 2.3). Pour avoir des échantillons représentatifs et avoir les mesures les plus correctes possible, le graphène se doit d'être dispersé de manière homogène dans la résine tout en assurant un mélange exempt de bulle d'air. Ainsi pour répondre à ces deux contraintes, nous avons respecté un protocole strict.

Nota bene : dans les deux études, le pourcentage de graphène incorporé dans l'époxy est calculé en fonction de la masse totale du mélange (M_t), soit l'époxy (M_r) plus durcisseur (M_d) plus graphène (M_g). Ci-dessous, les différentes relations permettant de trouver les différentes masses en fonction de notre mélange initial résine-graphène ($M_{r,g}$).

On a :

$$M_t = M_r + M_d + M_g \text{ avec } \begin{cases} M_{r,g} = M_r + M_g \\ M_d = 0,18 \cdot M_r \\ M_g = \%_{wt,g} \cdot M_t \end{cases} \quad (2.1)$$

Ainsi,

$$M_g = \%_{wt,g} \cdot \frac{1,18 M_{r,g}}{1 + 0,18 \%_{wt,g}} \quad (2.2)$$

Et,

$$M_r = M_{r,g} \cdot \left(1 - \frac{\%_{wt,g} \cdot 1,18}{1 + 0,18 \%_{wt,g}} \right) \quad (2.3)$$

Enfin,

$$M_d = 0,18 \cdot M_{r,g} \cdot \left(1 - \frac{\%_{wt,g} \cdot 1,18}{1 + 0,18\%_{wt,g}} \right) \quad (2.4)$$

Voir toutes les différentes démonstrations en annexe (ANNEXE I).

2.2.1 Laminoir à trois rouleaux

Dans un premier temps, un laminoir à trois rouleaux (Figure 2.9) a été utilisé dans le but d'exfolier au maximum le graphène après que celui-ci ait été incorporé dans la résine pour ainsi augmenter au maximum les apports de cet additif.



Figure 2.9 Laminoir à trois rouleaux

Cependant, l'utilisation de cet outil n'est pas facile. Les réglages sur ce modèle se font manuellement, sans moyen de contrôle. Ainsi la répétabilité n'est vraiment pas maîtrisée

malgré l'utilisation de cales de réglages aux dimensions contrôlées pour ajuster l'espacement des rouleaux. De plus, un nombre de passes à travers cette machine avait été décidé afin de réduire la distance entre les rouleaux progressivement (Tableau 2.3).

Tableau 2.3 Paramètres utilisés pour le laminoir à trois rouleaux

Distance entre les rouleaux (pouce)	Distance entre les rouleaux (millimètre)	Nombre de passes
0,050	1,27	1
0,025	0,64	2
<0,025	<0,64	3

Toutes ces manipulations engendrent à chaque fois des réglages successifs qui étaient inexorablement différents. Il était donc impossible de garantir que les résines modifiées voient le même processus et soient donc exfoliées de la même manière. En conséquence, le graphène aurait des dimensions hétérogènes, ce qui influencerait les résultats finaux.

Pour vérifier ce raisonnement, un test granulométrique a été effectué sur du graphène exfolié. Du graphène contenu dans des résines modifiées à différentes concentrations a été pyrolysé puis ajouté dans de l'eau. Nous avons testé quatre concentrations différentes : 0,25 / 0,5 / 0,75 / 1 %wt. Comme nous pouvons le voir dans la Figure 2.10, la dispersion de la taille des particules ressemble fortement à une distribution normale, ce qui est rassurant. Néanmoins, les dimensions moyennes des particules sont pratiquement les mêmes, aux alentours de treize micromètres, ce qui est la même donnée fournie par le fabricant : $D_{50} = 13 \mu\text{m}$.

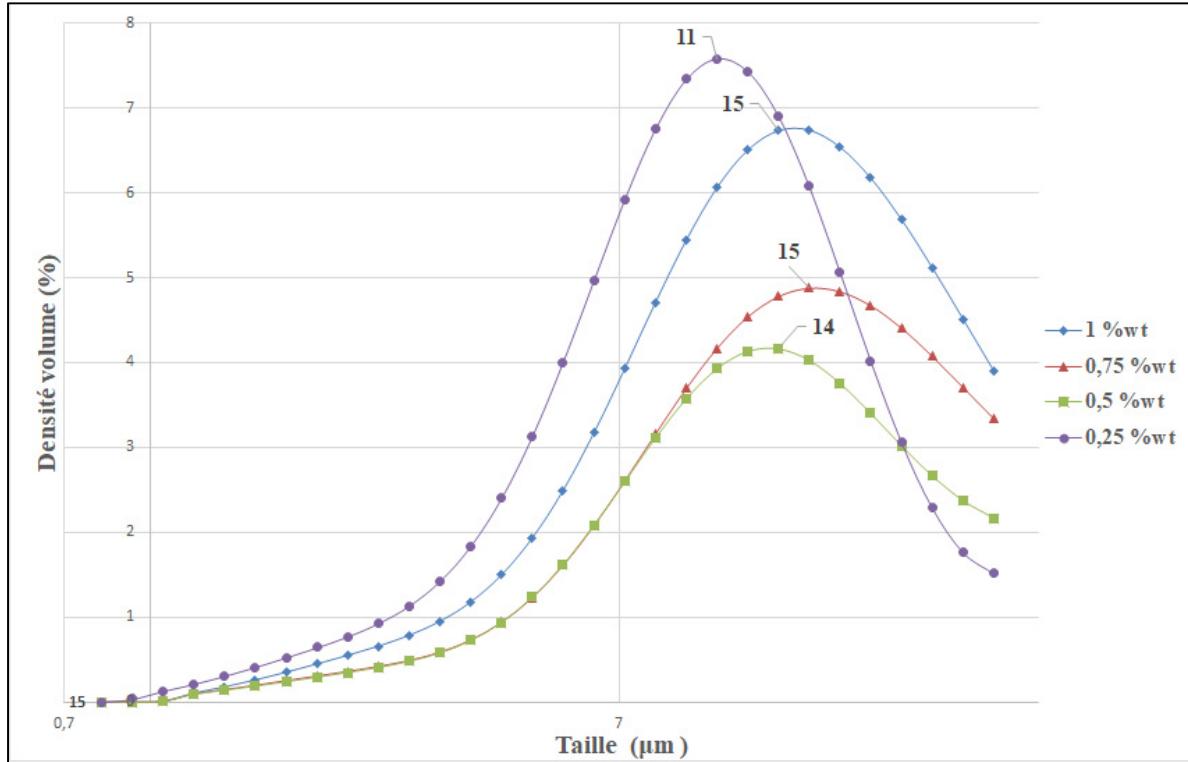


Figure 2.10 Granulométrie volumétrique des particules de graphène exfolié

La granulométrie volumétrique réalisée (Figure 2.10) permet donc de conclure que l'utilisation de ce laminoir, pour notre étude, n'apporte pas d'avantage supplémentaire. Nous avons donc décidé de retirer cette étape-ci. Le laminoir ne sera donc pas utilisé pour l'élaboration de nos résines modifiées. De plus, cela permet de faciliter une future industrialisation s'il y a lieu.

2.2.2 Mélangeur

Le graphène est mélangé à la résine époxy avec un mélangeur (shear mixer Silverson[®], Figure 2.11) avec différentes vitesses et durées de traitement (voir Tableau 2.4).

Tableau 2.4 Durées et vitesses d'utilisation du mélangeur

Mélangeur	
RPM	Temps (min)
1000	2
3500	2
6000	2
8000	2
10 000	2 2 2

Ces vitesses ont été définies par retour d'expérience personnelle et l'avis d'autres chercheurs au sein du laboratoire. Les premières vitesses ont pour but de faire une première homogénéisation du graphène avec la résine. Les autres vitesses plus élevées ont pour but d'exfolier au maximum le graphène. Le temps reste le même pour chaque vitesse et est de deux minutes. Lors de ce mélange, le cisaillement provoqué par la tête du mélangeur provoque un échauffement conséquent de la résine qui peut atteindre des températures non négligeables (de l'ordre de 70°C / 80°C). Pour éviter cela et éviter toute dégradation éventuelle de la résine, celle-ci est refroidie durant cette manipulation grâce à de l'eau maintenue près de zéro degré Celsius grâce à des glaçons. Voici à quoi ressemble le montage final (Figure 2.11).



Figure 2.11 Montage final avec le mélangeur la résine modifiée et l'eau avec les glaçons

2.2.3 L'étuve

L'étape suivante consiste à dégazer le tout pour retirer un maximum d'air piégé inévitablement lors de l'étape précédente, le mélangeage. Pour cela, le mélange obtenu est tout simplement placé pendant une heure dans une étuve avec une pression la plus basse possible disponible dans le laboratoire, soit proche de moins une atmosphère pendant une heure. Sous vide, la résine modifiée peut prendre plus d'espace dû à l'expansion des bulles d'air. Il faut donc faire attention et pour prévenir de tout débordement, il faut placer le tout sur une barquette au sein de l'étuve. Au besoin il est tout à fait possible et recommandé d'augmenter la pression pour la

rediminuer par la suite pour s'en prémunir. Pour plus d'efficacité, il faut mettre le plus rapidement possible la solution dans l'étuve pendant qu'elle est encore chaude pour faciliter le dégazage. En effet, la viscosité de la matrice diminue avec la température.

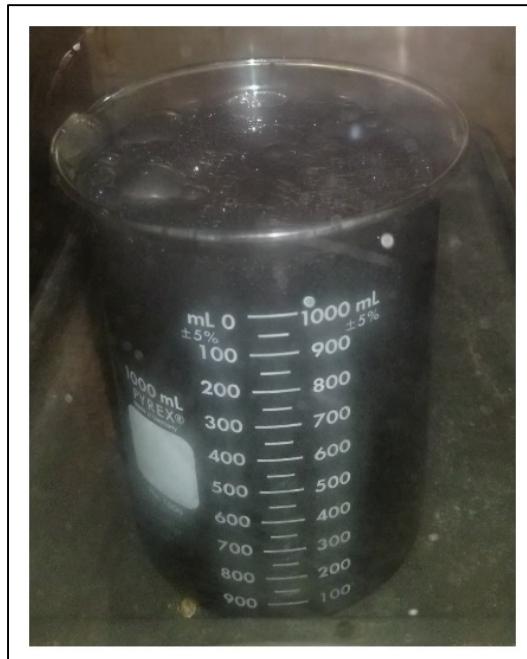


Figure 2.12 Dégazage de l'époxy contenant 0,5%wt de graphène

2.2.4 Récapitulatif du protocole d'élaboration de la résine modifiée

Le protocole final de la fabrication de la résine modifiée se déroule en trois étapes majeures résumées dans la Figure 2.13 ci-dessous.

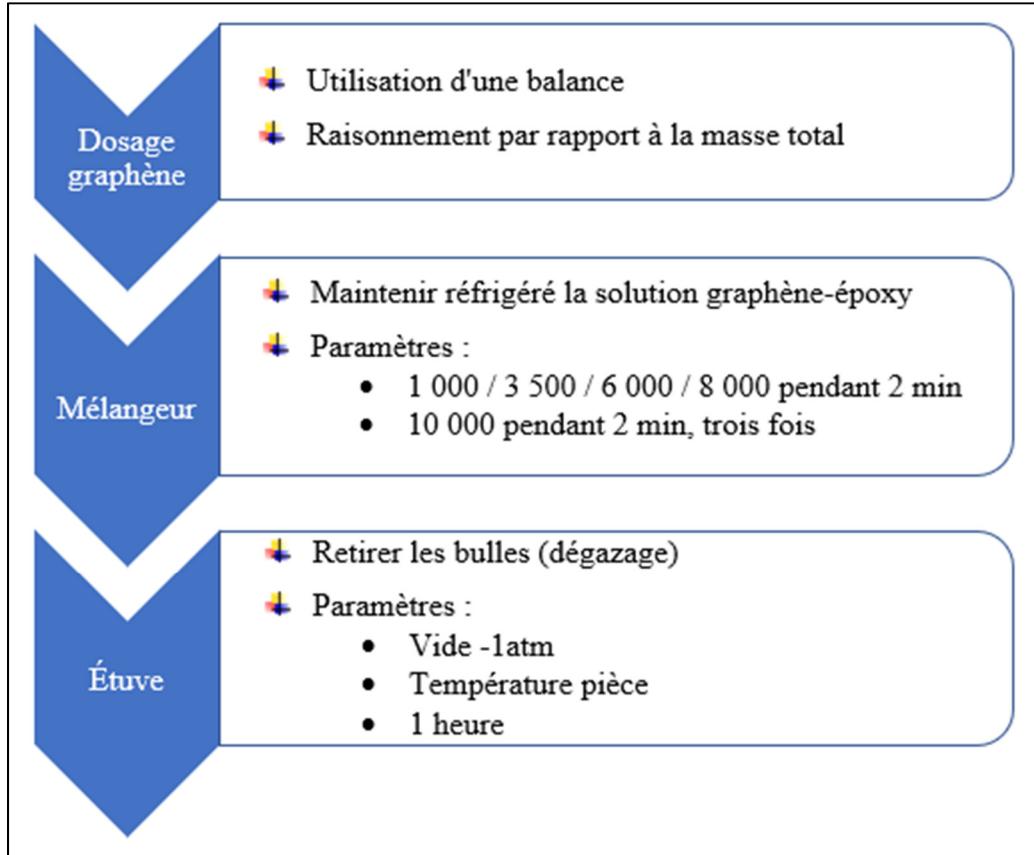


Figure 2.13 Récapitulatif du protocole de fabrication de la résine modifiée

2.3 Procédé de fabrication des plaques en résine modifiée (aucune fibre)

L’usinage des plaques d’époxy permettra de voir les différences de températures atteintes en fonction des diverses concentrations, mais également les forces de coupe. Tel que mentionné précédemment, trois concentrations de graphène vont être testées :

- 0%wt qui représente la référence,
- 0,25%wt qui est la concentration optimale dans l’étude de Mohamed-Ali Charfi (Charfi et al., 2020),
- 3%wt qui est le pourcentage maximum testé en composite dans l’étude de la même étude (Charfi et al., 2020). Cette concentration est la dernière testée en dessous du seuil de percolation,

10%wt qui est la concentration maximum testée dans notre étude, et qui est au-dessus du seuil de percolation.

Pour usiner des plaques de résines modifiées, il a fallu les couler sur un moule. Pour garantir l'horizontalité et ainsi fabriquer des plaques à l'épaisseur contrôlée, nous avons modifié un moule en plexiglass utilisé lors de la fabrication de nos stratifiés CFRP. Trois vis de réglages ont été incorporées afin de faire un réglage fin avec un niveau à bulle. Le moule est recouvert d'une feuille de téflon pour garantir un bon et facile démoulage (Figure 2.14). La taille du moule est de 30 par 30 centimètres. La taille finale de nos plaques de résines modifiées est un peu moins de 30 par 30 centimètres pour une épaisseur de quatre millimètres. L'entièvre surface du moule est donc utilisée et permet d'avoir une surface idéale pour le montage dans la machine-outil, et ainsi obtenir le maximum de données lors de l'usinage.

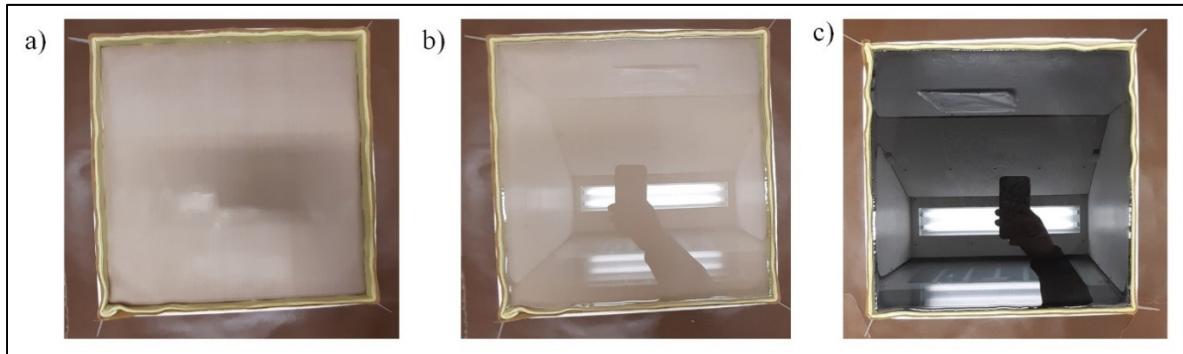


Figure 2.14 a) Le moule utilisé ; b) Résine époxy ; c) Résine époxy avec 0,25 %wt de graphène

Pour pouvoir respecter au mieux l'épaisseur de quatre millimètres voulues (voir 2.1.1), les plaques ont été mises en formes avec une légère surépaisseur (quatre millimètres) puis surfacées et préparées dans un même temps afin d'être fixées dans le montage final correctement (Montage d'usinage 2.6).

2.4 Fabrication des stratifiés en CFRP

Cette section détaille toutes les démarches entreprises afin de trouver un procédé de fabrication permettant la fabrication des plaques en CFRP pour mener à bien l'étude.

2.4.1 Contraintes de fabrication

La fabrication de plaques de CFRP avec des particules de graphène n'est pas chose aisée, car nous nous sommes imposé trois principales contraintes :

1. La dispersion du graphène. Il s'agit de s'assurer que les particules de graphène soient bien réparties au sein du composite et de la même manière. Cela passe dans un premier temps par une bonne et constante homogénéisation du graphène dans la résine et cela, quelles que soient les concentrations de graphène. Cette étape est garantie par le protocole détaillé ci-dessus (section 2.2), que l'on utilise à chaque concentration.
2. Un taux volumique de fibres cohérent, le plus constant possible. Ainsi il sera beaucoup plus facile d'affirmer que les résultats obtenus sont bien en fonction de l'effet de notre charge, le graphène, puisque le taux de fibres affecte de manière prépondérante les propriétés mécaniques et le comportement en usinage. Comme nous visons une utilisation à haute performance, le taux volumique de fibres doit être au-delà de 60 %.
3. Une expérimentation peu coûteuse. L'utilisation du graphène étant encore à son balbutiement dans le domaine des composites FRP, il est préférable de voir et quantifier son effet avec ce type d'essais préliminaires, avant de se lancer dans des méthodes très onéreuses (pré imprégné).

2.4.2 Qualité des composites

Tel que mentionné, la détermination du taux de fibres est importante, car il permet d'avoir une base commune pour pouvoir comparer les résultats. Nous savons que les fibres donnent les principales caractéristiques du composite. Contrôler et garantir un taux de fibres constant est donc primordial.

2.4.2.1 Calcul du taux de fibres de nos plaques avec l'épaisseur

En connaissant les caractéristiques physiques de nos fibres (masse surfacique σ_f , masse volumique des fibres ρ_f) ainsi que les spécificités de nos plaques (nombre de plis nb_{plis} , surface, épaisseur e de nos plaques), nous pouvons calculer le taux volumique de fibres grâce à la relation suivante :

$$v_f = \frac{\sigma_f \cdot nb_{plis}}{e \cdot \rho_f} \quad (2.5)$$

La démonstration de ce résultat est disponible à l'annexe I.2. Nos fibres de carbone unidirectionnelles TC-09-U ont les propriétés suivantes :

- $\sigma_f = 320 \text{ g.m}^{-2}$
- $\rho_f = 1,81 \text{ g.cm}^{-3}$

Nos plaques comportant 14 plis pour une épaisseur finale de quatre millimètres, le taux volumique de fibres v_f de nos plaques est donc :

$$v_f = \frac{320 \cdot 10^{-6} \cdot 14}{4 \cdot 1,81 \cdot 10^{-3}} \quad (2.6)$$

$$v_f = 0,619 \approx 62 \% \quad (2.7)$$

2.4.2.2 Variation du taux de fibres en fonction de l'épaisseur

Dans le but de montrer l'importance de maîtriser l'épaisseur, nous allons la faire varier et pour observer son impact sur la variation du taux de fibres v_f .

En faisant la différence de deux échantillons de même concentration, mais de même taux de fibres (v_f et v'_f) dû à une différence d'épaisseur (e et e'), la relation suivante est mise en évidence :

$$\begin{aligned}\frac{v'_f - v_f}{v_f} &= \left(\frac{\sigma_f \cdot nb_{plis}}{e' \cdot \rho_f} - \frac{\sigma_f \cdot nb_{plis}}{e \cdot \rho_f} \right) \cdot \frac{e \cdot \rho_f}{\sigma_f \cdot nb_{plis}} \\ &= \frac{\sigma_f \cdot nb_{plis}}{\rho_f} \cdot \left(\frac{1}{e'} - \frac{1}{e} \right) \cdot \frac{e \cdot \rho_f}{\sigma_f \cdot nb_{plis}}\end{aligned}\quad (2.8)$$

$$\boxed{\frac{v'_f - v_f}{v_f} = \frac{e - e'}{e'}}$$

Dans notre cas, voici le résultat sur un graphique (Figure 2.15) :

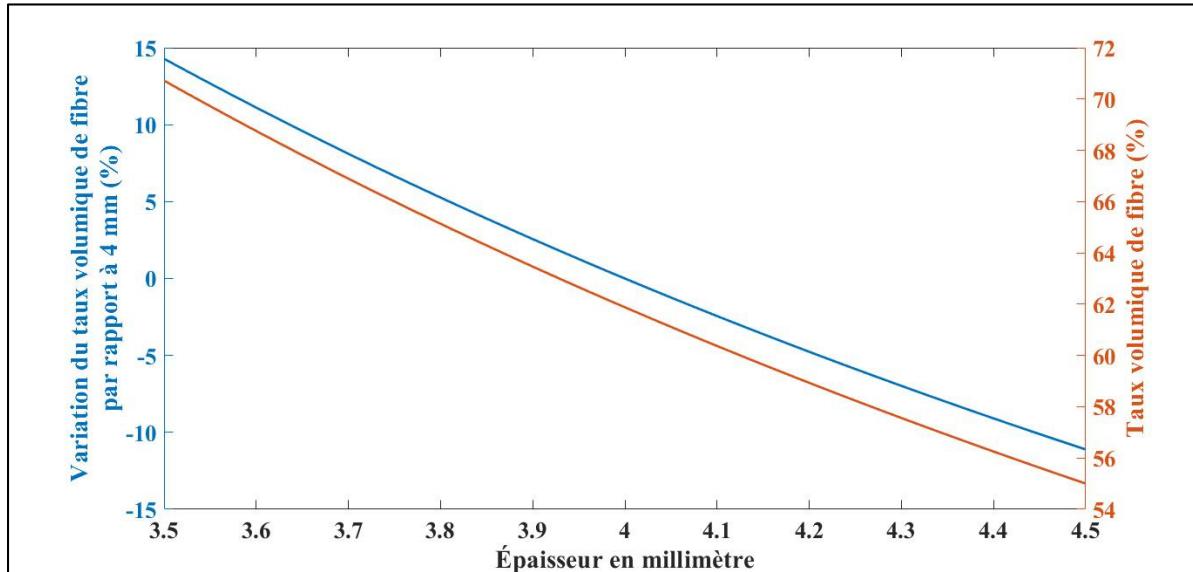


Figure 2.15 Variations du taux volumique de fibre en fonction de la différence d'épaisseur

On peut voir sur la Figure 2.15 que le taux volumique de fibres est très sensible aux petites variations d'épaisseur. Un contrôle dimensionnel, notamment sur l'épaisseur est donc primordial afin de mener à bien l'intégrité de nos résultats.

2.4.2.3 Utilisation de l'intelligence artificielle pour le calcul du taux de vide

L'apprentissage automatique (« machine learning ») a été utilisé pour la détection du vide dans les stratifiées CFRP. Pour ce faire, le logiciel libre « open source » de traitement et d'analyse d'images ImageJ (distribution Fiji) a été utilisé (Schindelin, 2012). Pour mener les mesures du taux de vide, le module d'extension « Trainable Weka Segmentation » basé sur un algorithme exploitant la segmentation d'image et à de la classification supervisée a été employé (Arganda-Carreras, 2017).

Trois échantillons par plaques, soit 18 échantillons au total, ont été prélevés afin d'avoir une analyse fiable des taux de vide de chaque plaque. Chacun de ces échantillons a été mis dans un moule avec de la résine, positionné de manière à pouvoir observer sa tranche (Figure 2.16). Une fois la résine réticulée, un polissage est effectué à l'aide d'une polisseuse automatique jusqu'à l'obtention du très bon fini de surface afin de prendre les photos les plus nettes possible par la suite. Pour ce faire, la plus petite force de pression entre l'échantillon et le disque abrasif a été appliquée, soit 20 Newtons. Il est très important de ne pas avoir d'égratignures sur la surface, car cela impacte fortement sur la qualité des résultats. Ainsi, les disques abrasifs ont été changés fréquemment en diminuant le temps d'utilisation au fur et à mesure que la taille des grains diminuait (plusieurs minutes pour les grains les plus gros et environ trente secondes pour les grains les plus petits). Plus la taille de grain diminue, plus on utilise de disques abrasifs.



Figure 2.16 a) Moule utilisé, b) échantillon final

Après le polissage des échantillons, une multitude d'images (une quarantaine par échantillon) ont été prises avec un grossissement de 50x puis assemblées pour n'en donner qu'une seule grâce à un logiciel de retouche, de traitement et de dessin assisté par ordinateur (ici Adobe Photoshop). Tout le fond de l'image est retiré et seul le stratifié reste. C'est ce qui sera analysé par l'outil d'apprentissage automatique (Figure 2.17).

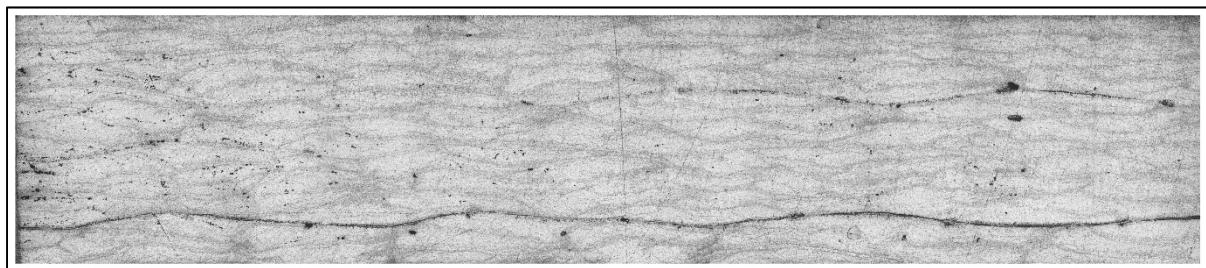


Figure 2.17 Plaque 3 (3%wt), images fusionnées du microscope, X50

Pour entraîner le logiciel, on sélectionne sur l'image quelques zones représentant le composite et le vide (Figure 2.17). Puis on active l'apprentissage automatisé et on obtient une image des zones considérées comme du vide ou du composite. On corrige les zones fausses et on recommence jusqu'à qu'il n'y ait plus d'erreur visible. Nous recommençons cette même procédure avec une nouvelle image pour laquelle le logiciel n'a jamais été confronté et on regarde les erreurs produites en les corrigeant. Nous procédons ainsi jusqu'à ce que le logiciel ne commette plus d'erreur. Ainsi, le logiciel de traitement d'image ImageJ a été entraîné à partir d'une dizaine d'échantillons fabriqués au préalable afin de vérifier le bon fonctionnement de l'approche et avoir une base d'entraînement pour l'apprentissage automatique.

Comme nous pouvons le voir ci-dessous, une image est obtenue après un tel traitement (Figure 2.18 a). Cette image obtenue est passée en noir et blanc afin de faire apparaître les vides en blanc et le composite en noir (Figure 2.18 b). Ainsi le logiciel de traitement d'image ImageJ peut faire le quotient des pixels blanc sur noir (vide sur composite) et donc d'obtenir le taux de vide. Chaque plaque a été testée trois fois pour confirmer la tendance des résultats.

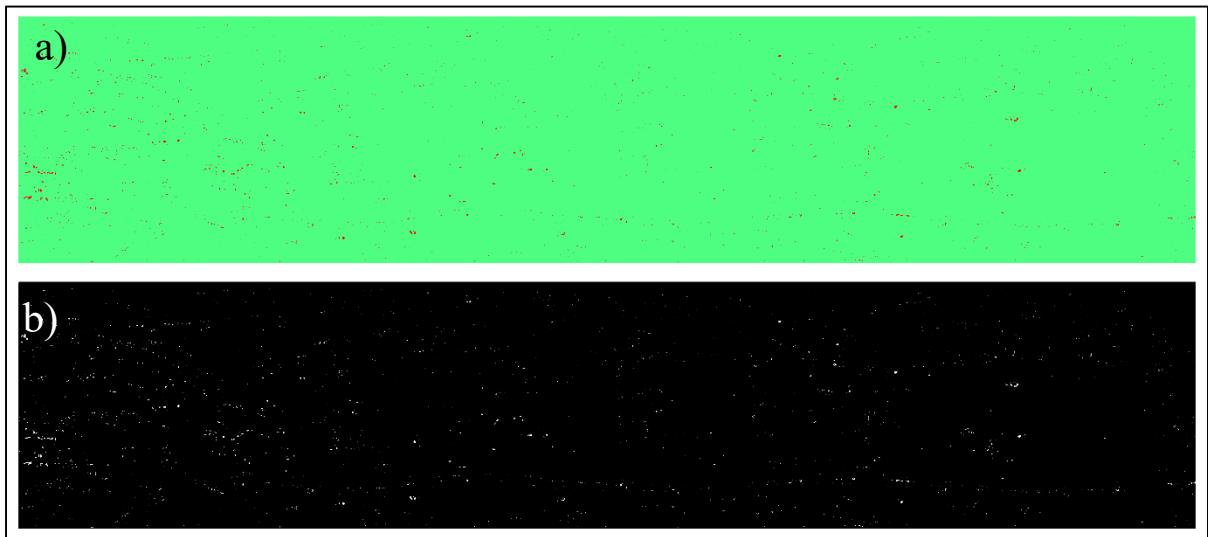


Figure 2.18 a) Image traitée par ImageJ, b) Image obtenue pour comptabiliser le taux de vide

2.4.3 Détermination d'un procédé de mise en forme approprié

Les sous-sections suivantes décrivent les différentes méthodes de mise en œuvre qui ont été expérimentées afin de garantir les exigences imposées à la section 2.4.1 ci-dessus. La plus grande difficulté lors de cette étape cruciale de fabrication des plaques en composite est de pouvoir garantir une bonne homogénéité des particules de graphène au sein du composite. Le taux de fibres est également un paramètre important qu'il faut savoir répéter pour pouvoir comparer et analyser correctement les résultats.

2.4.3.1 Infusion

L'infusion est une méthode de fabrication très intéressante, car elle permet une grande reproductibilité sans dégagement de composé organique volatile. Mais en contrepartie, cette technique demande beaucoup de préparation et à chaque fabrication de plaques beaucoup de matériel consommable est utilisé. Nous avons fait un premier essai avec cette méthode de fabrication pour voir si toutes les contraintes étaient respectées. Pour ce faire nous avons utilisé

de la fibre de verre qui permettait de mettre en évidence, par transparence, le graphène qui est noir.

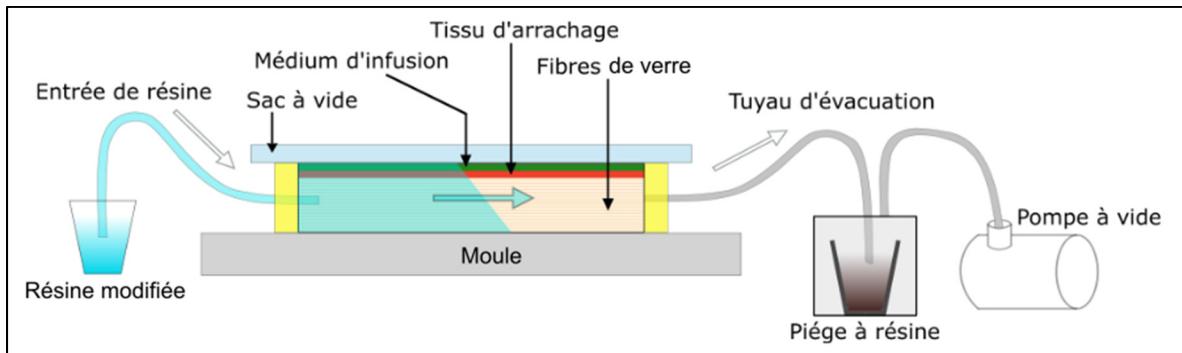


Figure 2.19 Schéma du montage d'infusion

Il s'est avéré que nos particules de graphène se trouvant dans notre résine époxy ont été filtrées dès l'entrée de la résine par le tissu d'arrachage. Une très mauvaise répartition des charges au sein des plaques a pu être constatée, car le graphène ayant traversé le tissu d'arrachage s'est retrouvé uniquement sur les plis du dessus de la plaque (Figure 2.20).

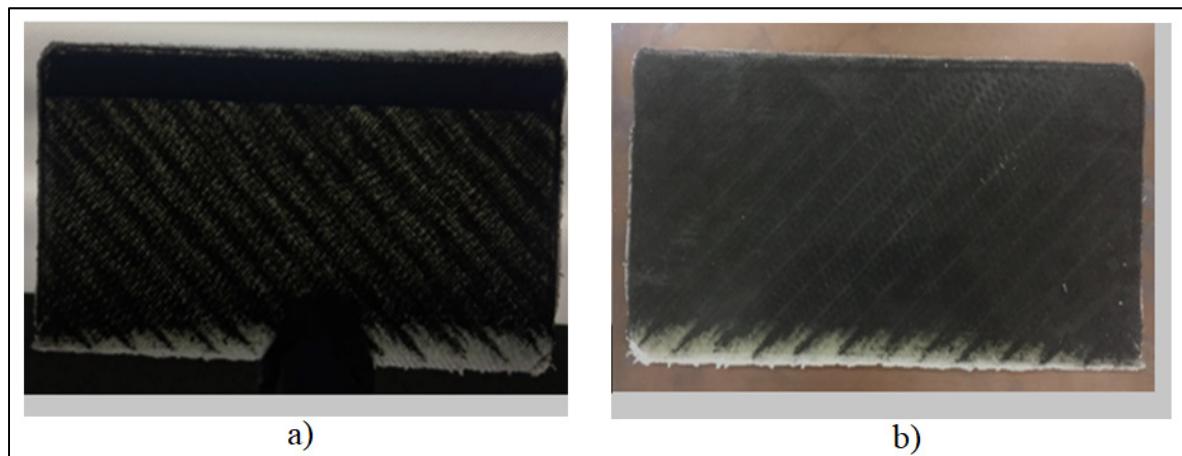


Figure 2.20 GFRP fabriqué par une infusion avec du graphène, dimension 30×15 centimètres, a) plaque mise à la lumière, b) plaque posée sur une table

Avec ce résultat, on peut facilement comprendre que cette méthode de fabrication n'a pu être retenue.

2.4.3.2 Moulage par transfert de résine (RTM)

La technique de moulage par transfert de résine a pu être testée grâce à la collaboration avec le centre de développement des composites du Québec (CDCQ) de Saint-Jérôme. Cette méthode consiste à injecter sous pression la résine dans un moule qui contient le renfort (ici fibres de verre) fermé où le vide est maintenu. Le résultat final était assez concluant (Figure 2.21).

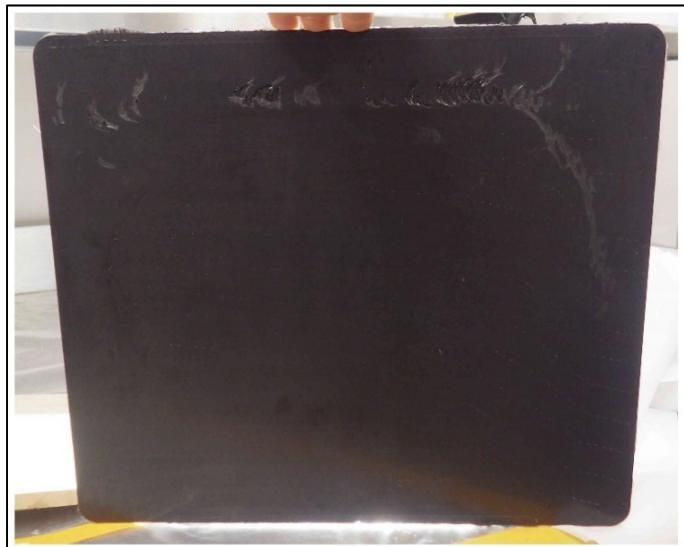


Figure 2.21 Moulage par transfert de résine (RTM) réalisé au CDCQ, dimension 30×30 centimètres

Pour les mêmes raisons qu'énoncées précédemment, cette plaque a été faite avec des fibres de verre. Comme nous pouvons aisément le constater, la lumière ne passe pas au travers de la plaque. Cependant on peut noter un léger glissement de fibres. Cette anomalie de fabrication aurait pu être corrigée en augmentant le nombre de fibres et en diminuant le débit de la résine modifiée injectée. Néanmoins, ce type de mise en œuvre n'a pas été retenu, car il est difficile d'être certain de la bonne homogénéisation du graphène au sein de la plaque bien que celle-ci soit tout de même assez opaque et de manière homogène.

2.4.3.3 Moulage au contact (classique)

Le moulage au contact consiste à étaler la résine à l'aide d'une spatule sur chaque pli disposé un à un. Un rouleau débulleur est utilisé pour imprégner les fibres et par la même occasion retirer un maximum d'air (taux de vide) qui se crée inévitablement lors de ce processus. Puis l'ensemble est placé sous vide avec du feutre de drainage pour absorber l'excédent de résine. Cette technique garantit théoriquement une bonne dispersion des charges, car on les ajoute sur chaque pli de manière manuelle. Cependant, l'agilité et l'expérience de l'opérateur jouent énormément sur l'épaisseur finale, le taux de fibres et le taux de vide. Le résultat final n'était pas celui escompté. L'épaisseur finale du composite variait trop en fonction de l'épaisseur du feutre de drainage. De plus, on peut noter que la surface des fibres au contact du feutre de drainage était sèche avec des irrégularités (Figure 2.22). Aux vues de tous ces inconvénients rencontrés, cette façon de faire n'a pas été retenue.



Figure 2.22 Face supérieure du composite qui s'est retrouvé sèche.

2.4.3.4 Moulage au contact (sous presse)

Suite à l'expérience précédente du moulage au contact, nous avons pensé pouvoir régler ce problème d'épaisseur en mettant notre installation sous presse.

Ainsi :

- La presse : permet de contrôler l'épaisseur et donc de contrôler le taux de fibres.
- Le vide : sert à retirer le maximum de bulles d'air et maintenir en position le montage au complet.

Pour ne pas mobiliser et solliciter la presse sur une trop longue durée, nous avons chauffé les plateaux de presse à 66°C pendant trois heures afin d'accélérer la réticulation comme préconise la fiche technique de la résine époxy utilisée. Des cales d'ajustement permettent de garantir une épaisseur uniforme. La pression appliquée est de 1,5 MPa.

■ Moulage avec feutre

Dans un premier temps, nous avons mis le montage du moulage au contact tel quel dans la presse. L'épaisseur était mieux maîtrisée, mais la différence d'épaisseur était toujours trop importante. Nous avons constaté que cela était toujours dû au feutre de drainage comme nous le montre la Figure 2.23 suivante.

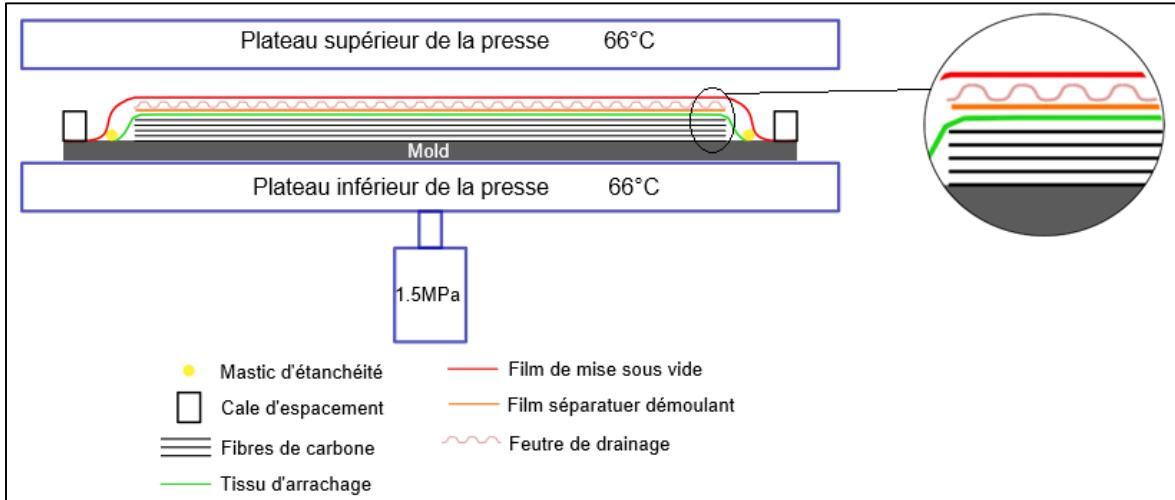


Figure 2.23 Schéma du moulage au contact sous presse

En plus de cette variation d'épaisseur persistante nous avons eu beaucoup de mal à démoluer les plaques tests, malgré les traitements mis en abondance d'une couche primaire (Sealer GP) et d'un agent démoulant (EnviroShield).

Vu l'épaisseur de nos plaques finales (près de quatre millimètres), une petite variation d'épaisseur engendre une grande variation dans le taux de fibre (voir section 2.4.2.2). Cette méthode a donc été rejetée.

✚ Moulage sans feutre

Pour remédier aux problèmes de démolage et d'épaisseur persistants, des solutions ont été trouvées. Le feutre drainant a finalement été enlevé de sa place initiale, sur le dessus des fibres. Dorénavant, il se positionne sur le contour du moule pour absorber l'excédent de résine. Pour que cette configuration fonctionne, le film de mise sous vide englobe l'entièreté du moule. Concernant le démolage, une feuille de téflon est mise en dessous et au-dessus des fibres. Le démolage et la surface obtenue est très satisfaisant. Pour obtenir une surface équivalente sur les deux faces et éviter de marquer le composite, le tissu d'arrachage a été enlevé et remplacé lui aussi par une feuille de téflon Figure 2.24.

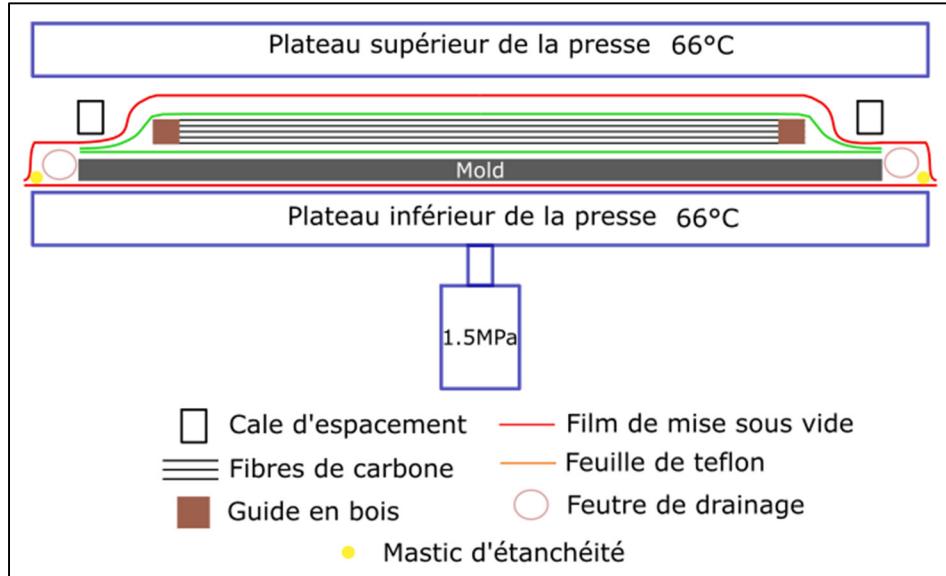


Figure 2.24 Dispositif final

Avec toutes ces améliorations, un autre problème a été mis en évidence. Un glissement de fibres était toujours présent. Pour y remédier, des guides en bois avec des canaux ont été disposés autour des fibres comme sur la Figure 2.25 b). De plus, la pression de 1,5 MPa est augmentée petit à petit en palier pour éviter de presser trop rapidement les fibres, et ainsi prévenir tout glissement pouvant subvenir lors de cette étape.

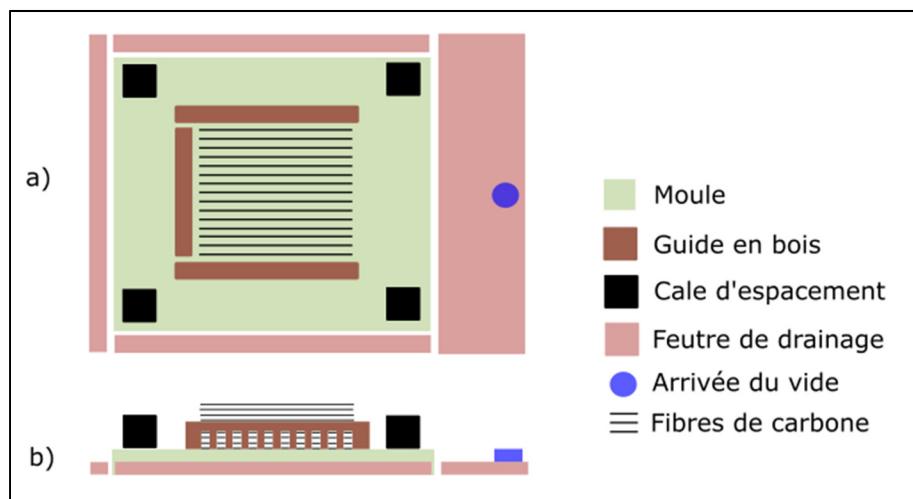


Figure 2.25 Dispositif final : a) vue de haut. b) vue de profil

Cette méthode répond à toutes les contraintes énoncées (voir section 2.4.1) et elle donne un bon résultat visuel, c'est donc elle qui a été naturellement retenue (Figure 2.26).

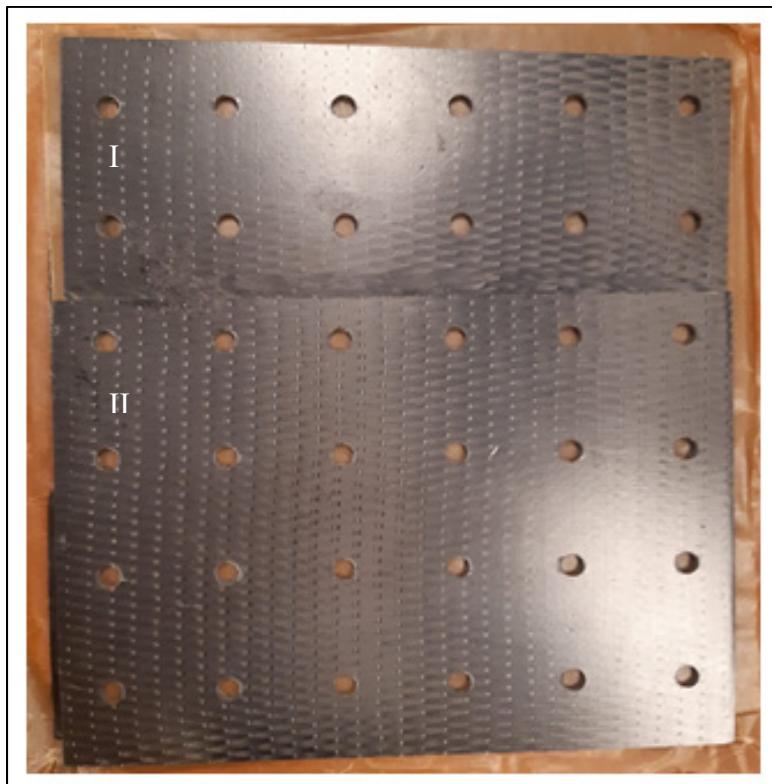


Figure 2.26 Plaques CFRP contenant 0,25 %wt de graphène trouées pour être fixées sur la table d'usinage,
I) Plaque de droite (D), dimension 10×30 centimètres;
II) Plaque de gauche (G), dimension 20×30 centimètres

L'ensemble des essais et des procédés réalisés sont récapitulés au Tableau 2.5. Plusieurs essais ont été nécessaires pour arriver au procédé final.

Tableau 2.5 Récapitulatif de tous les essais

Procédés	Infusion	RTM	Moulage au contact (sous vide)		
			Classique (sans presse)	Avec presse	
				Déterminer le procédé de fabrication et le maîtriser	Avec le dispositif final
Détails	Ø	• Réalisé au CÉGEP de Saint-Jérôme.	Ø	<ul style="list-style-type: none"> Différents montages (disposition des matériels utilisés pour le moulage contact); Différentes configurations du feutre drainant pour trouver la disposition optimale; Différentes techniques de démoulage. 	<ul style="list-style-type: none"> • Avec le moule en acier. • Avec le moule en plastique.
Nombres de plaques	1	1	2	3	6
Remarques	Mauvaise dispersion, le graphène est présent uniquement sur les premiers plis supérieurs.	Bonne dispersion a priori, mais impossible de confirmer les résultats.	Épaisseur très variable due à la viscosité de la résine modifiée qui fluctue en fonction du pourcentage %wt de graphène incorporé.	Problèmes de sécheresses des surfaces extérieures, grosses variations d'épaisseurs, problèmes lors du démoulage, travail sur répétabilité.	<p>Toutes les plaques ont été rejetées suite aux taux de fibres et aux essais mécaniques.</p> <p>Ayant obtenu un taux fibres acceptables.</p>

2.4.4 Procédé de fabrication retenu des stratifiés CFRP

Tel que mentionné, nos laminés finaux sont composés de quatorze plis pour une épaisseur théorique de quatre millimètres. Dans les faits, même avec nos cales d'épaisseur de quatre millimètres, nos laminés ont une épaisseur un peu plus faible, de l'ordre de 3,86 millimètres. Dans ces conditions, le taux volumique de fibres théoriques est de 65 %.

La méthode utilisée pour leur fabrication est la dernière mise en œuvre décrite à la section précédente, soit un moulage au contact suivi d'une mise sous presse à une pression de 1,5 MPa et une température de 66°C pendant trois heures. S'en suit une post cuisson à 66°C pendant six heures, à un rythme d'augmentation de température de dix degrés par heure (four Despatch). Cette étape nous garantit une bonne homogénéisation de la réticulation au sein de nos plaques. Les étapes principales sont rappelées dans la Figure 2.27 ci-dessous.



Figure 2.27 Processus de fabrication des plaques CFRP

Tel que déjà mentionné, deux tailles de laminés ont été réalisées par concentration car le moule utilisé n'était pas assez grand pour fabriquer des plaques de 12×12 pouces, correspondant aux dimensions du montage d'usinage utilisé (Tableau 2.6).

Tableau 2.6 Récapitulatifs des plaques fabriquées

		Stratifiés en CFRP			
Graphène (%wt)	0,00	0,25	3,00		
Nomenclature	I	Ibis	II	IIbis	III
Dimensions (cm)	21,5 $\times 30$	11,5 $\times 30$	21,5 $\times 30$	11,5 $\times 30$	21,5 $\times 30''$

La dimension finale des plaques constituées est supérieure à 12×12 pouces. Cela est fait intentionnellement pour retirer les bords. Un exemple de plaques obtenues est présenté à la Figure 2.26.

La quantité de résine théorique utilisée pour chaque pli ($W_{m/pli}$) peut être déduite grâce à des calculs dont la démonstration est faite en annexe I.3. On a :

$$W_{m/plis} = (e \cdot \rho_f - \sigma_f \cdot nb_{plis}) \cdot \frac{\rho_m}{\rho_f} \cdot S_f \cdot \frac{1}{nb_{plis}} \quad (2.9)$$

Avec :

$\rho_m = 1,1 \text{ g.cm}^{-3}$, densité de la matrice ; $\rho_f = 1,81 \text{ g.cm}^{-3}$, densité des fibres ; $e = 4 \text{ mm}$, épaisseur de plaque finale ; $nb_{plis} = 14$, nombre de plis.

La quantité de résine dépend de la surface S_f des plaques. Nous avons deux dimensions de plaques pour chaque concentration de graphène, soit :

 Plaques I, II, III de $8,5'' \times 12''$

En conservant les mêmes paramètres de l'équation (2.6) page 57 et en ajoutant :

- $S_f = 658 \text{ cm}^2 (8,5'' \times 12'')$, surface des fibres utilisées.

Ce qui donne théoriquement :

$$W_{m/plis} = 8 \text{ g} \quad (2.10)$$

 Plaques Ibis, IIbis, IIIbis de $4,6'' \times 12''$

En conservant les mêmes paramètres de l'équation (2.6) page 57 et en ajoutant :

- $\rho_m = 1,1 \text{ g.cm}^{-3}$, densité de la matrice,
- $S_f = 356 \text{ cm}^2 ((4,6'' \times 8'')$, surface des fibres utilisées.

Ce qui donne théoriquement :

$$W_{m/plis} = 5 \text{ g} \quad (2.11)$$

Par sécurité nous mettons deux fois plus de résine par plis, soit un peu plus de quinze et dix grammes respectivement. La résine est pesée à chaque fois et nous mettons au minimum onze grammes. Pour le premier et le dernier pli, quatre fois plus de résine a été ajoutée afin d'être certain de l'imprégnation (vingt grammes). De la résine était ponctuellement ajoutée pour être certain de la bonne imprégnation des fibres. Il y a des pertes inévitables lors de la fabrication, il faut donc prévoir plus de résine. Notre quantité de résine époxy de départ était de deux cent cinquante grammes.

2.5 Instrumentation pour les essais d'usinage

Cette section décrit les caractéristiques et les divers outils utilisés lors de l'usinage. Les protocoles d'usinage ont été décrits précédemment dans la section 2.1 et sont disponible en annexe ANNEXE II et ANNEXE III.

2.5.1 Machine-outil à commande numérique (CNC)

L'usinage se fait avec la fraiseuse CNC trois axes Huron *K2x10*. Voici ses principales caractéristiques (Tableau 2.7) :

Tableau 2.7 Caractéristiques principales de centre d'usinage Huron *K2x10*

	Constructeur	Huron Graffenstaden
	Vitesse de rotation maximale	28 000 rpm
	Puissance	40 kW
	Couple	50 N.m
	Avance de coupe	30 m.min ⁻¹
	Aspiration de poussière	Oui

2.5.2 Outil de coupe et acquisition de sa température pendant l'usinage

L'outil utilisé est en PCD. C'est un des outils considérés comme le plus adapté pour l'usinage des composites. Voici les caractéristiques de l'outil (Tableau 2.8) :

Tableau 2.8 Caractéristiques de l'outil PCD utilisé

	Revêtement	PCD
	Diamètre de coupe	9,52 mm (3/8")
	Diamètre de l'outil	9,52 mm (3/8")
	Profondeur de coupe	19,05 mm (3/4")
	Nombre de flûtes	2
	Angle d'hélice (β)	0°
	Angle de coupe	0°

Les conditions de coupe sont choisies afin d'être optimales pour l'outil. Ces paramètres sont tirés de l'étude de (Bérubé, 2014) et sont :

- ✚ Vitesse de coupe : $400 \text{ m.} \text{min}^{-1}$,
- ✚ Avance par tour : $0,254 \text{ mm.} \text{rev}^{-1}$.

Deux dispositifs sont utilisés pour le relevé de température de cet outil durant l'usinage. L'un utilise des thermocouples posés directement sur l'outil alors que l'autre utilise d'une caméra thermique.

2.5.2.1 Utilisation des thermocouples

Le porte-outil de ce centre d'usinage est équipé d'un système wifi pour relever les données de température (Figure 2.28). Ce porte-outil ne permet pas l'utilisation de la CNC dans tout son domaine exploitable. La vitesse de la broche est limitée à $12\,000 \text{ RPM}$.

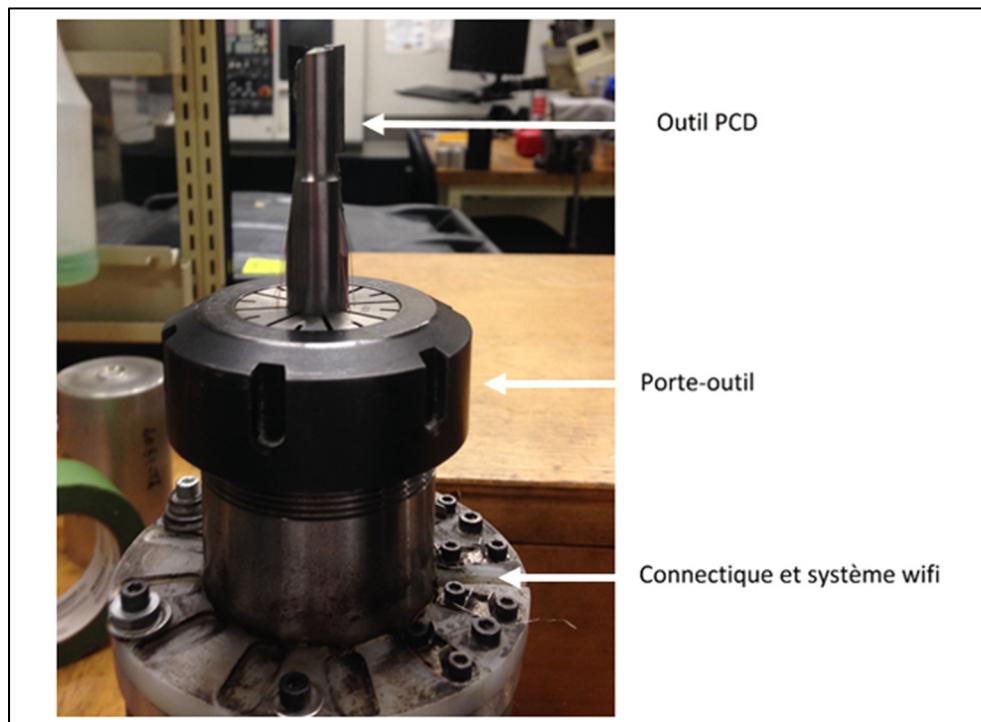


Figure 2.28 Outil PCD équipé de thermocouples montés sur le porte-outil

Équiper les outils avec les thermocouples est un processus délicat et qui doit être fait le plus soigneusement possible. La question de l'endroit où fixer les thermocouples sur l'outil s'est posée. (Mullier, 2014) a montré par retour d'expérience que la température de coupe ainsi que le flux de copeaux ont tendance à vouloir faire décrocher les thermocouples. Il finit par déterminer une distance pour laquelle les thermocouples tiennent sans être trop loin de la zone de coupe. Cette distance est de 1,7 millimètre. Comme le matériau composite ainsi que l'outil utilisés sont différents de ceux employés par (Mullier, 2014), un test a été réalisé sur une chute de plaque carbone/époxy, avec un outil PCD et des thermocouples fixés de manière à se situer au milieu de la zone de coupe. Il s'est avéré que les thermocouples sont restés correctement fixés. Voici les différentes étapes requises pour la pose des thermocouples.

✚ Les thermocouples

Ils sont de type K. Un des fils est en chrome-nickel et l'autre en Aluminium-nickel. Ils sont soudés par arc (Figure 2.29). Chaque thermocouple constitué a été vérifié visuellement (Figure 2.29) et à l'aide d'un multimètre en mode ohmmètre afin de vérifier la continuité électrique. Ainsi par effet Seebeck, en ayant la tension aux bornes du thermocouple, on peut remonter à la température.

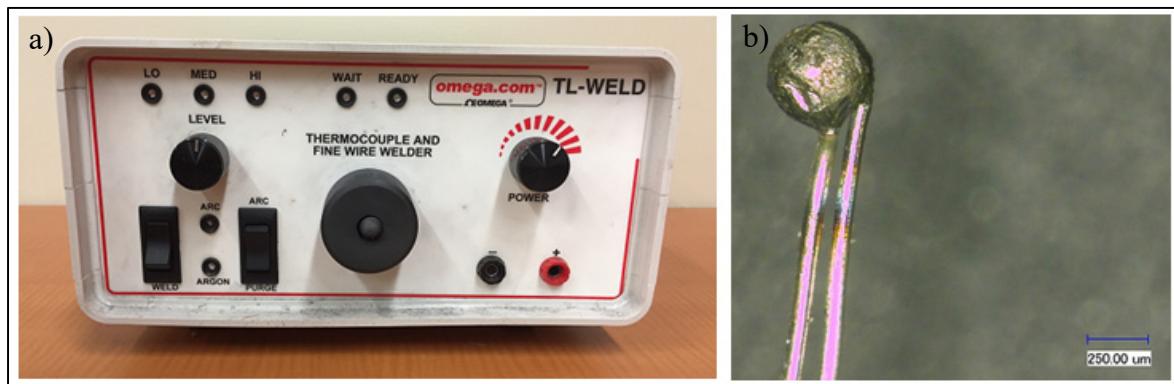


Figure 2.29 a) Poste de soudage, b) thermocouple grossissement 200x

Durant les actions qui suivent, un point de colle entre l'outil et le thermocouple est nécessaire pour maintenir en place ce dernier.

■ Ciment thermique :

Il permet une conduction thermique entre le thermocouple et l'outil.

■ Époxy :

Il permet de maintenir le ciment thermique et le thermocouple. Il a la caractéristique de résister aux hautes températures.

2.5.2.2 Utilisation de la caméra thermique

Une caméra thermique permet l'utilisation de tout le potentiel de la Huron. Elle se trouve fixée à la broche de l'outil afin d'être toujours en focus sur l'outil et la zone de coupe et ainsi avoir les températures les plus exactes possible. Le montage final de la caméra thermique dans l'enceinte de la CNC est illustré à la Figure 2.1.

Une caméra thermique permet de déduire la température à partir du rayonnement de la théorie du corps noir. Chaque corps émet un spectre continu de fréquence d'ondes électromagnétiques. En fonction de sa température, son pic d'émissivité varie. À température ambiante, le spectre atteint son maximal dans les infrarouges. Plus la température est chaude, plus le maximum du spectre émis aura une fréquence élevée. Cependant, le spectre émis par le corps (ϵ) peut être affecté par la transmissivité (τ) et la réflectivité (ρ) d'autres corps composant son environnement (Figure 2.30). Ces trois phénomènes sont reliés par la relation suivante (2.12) :

$$\rho + \tau + \epsilon = 1 \quad (2.12)$$

Dans notre gamme de température, nous savons théoriquement que nous restons dans un intervalle de température dont le pic d'émissivité restera encore dans l'infrarouge. Notre matériau composite ne laisse également pas passer cette gamme de fréquences, on peut donc considérer que la transmissivité τ est nulle.

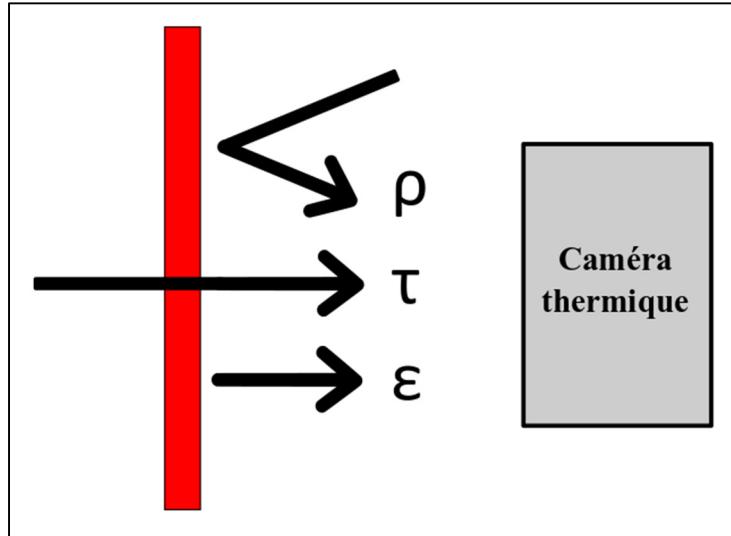


Figure 2.30 Fonctionnement d'une caméra thermique

Ainsi, il ne reste qu'à définir l'émissivité pour en déduire la réflexivité (2.13).

$$\rho = 1 - \epsilon \quad (2.13)$$

Pour avoir les résultats les plus fiables possible, il faut tout d'abord calculer la température de réflexivité de la pièce où se trouvent les essais. Pour ce faire, une feuille d'aluminium froissée puis déplié est insérée à l'endroit où les mesures sont faites. Ce montage permet de réfléchir la chaleur ambiante dans toutes les directions et notamment vers la caméra Figure 2.31. Cette opération doit être effectuée avant chaque opération de mesure.

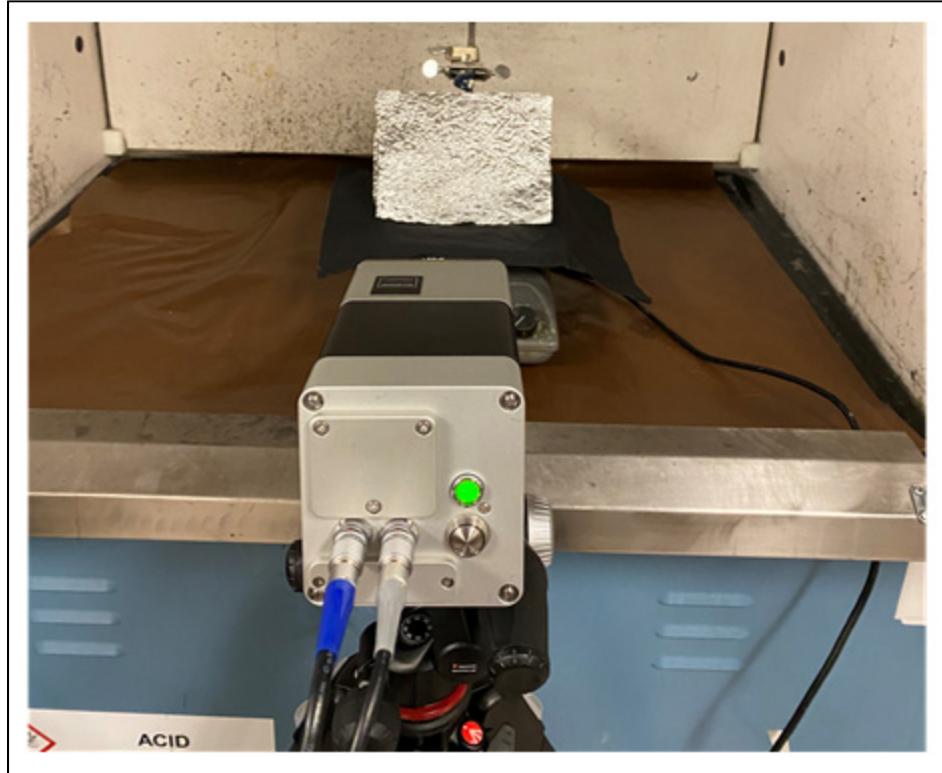


Figure 2.31 Mesure de la réflexion ambiante

Une calibration a été effectuée afin de calculer l'émissivité de l'outil de coupe utilisé. La procédure de la norme (E07 Committee, 2018) a été suivie. L'émissivité a été calculée en plaçant l'outil et les différentes plaques étudiées à des températures différentes en attendant bien l'équilibre thermique. Puis il faut faire correspondre la température donnée par le thermomètre et celui de la caméra thermique (Figure 2.33).

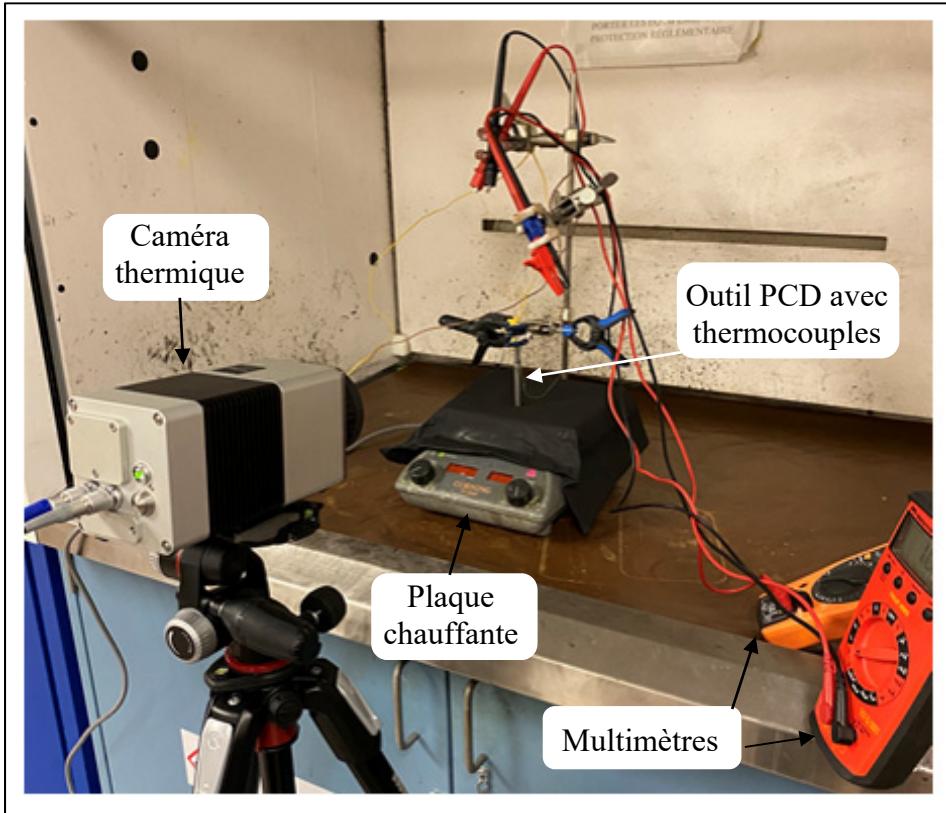


Figure 2.32 Montage afin de calculer l'émissivité de l'outil PCD utilisé

Plusieurs mesures ont été effectuées à différentes températures afin de voir l'évolution de l'émissivité. Le tableau ci-dessous récapitule les températures observées ainsi que l'émissivité associée Tableau 2.9.

Tableau 2.9 Valeurs expérimental permettant le calcul de l'émissivité de l'outil PCD utilisé

Mesure	1	2	3	4	5	Moyenne de l'émissivité
Plaque chauffante (°C)	400	550	400	550	400	
Thermocouple 1 (°C)	109	136	103	136	101	
Thermocouple 2 (°C)	110	136	104	135	102	
Moyenne température (°C)	109,5	136	130,5	135,5	101,5	
Émissivité associée	0,20	0,20	0,21	0,21	0,21	

Le facteur d'émissivité ϵ retenu est 0,21 car on ne peut pas ajuster ce facteur au millième près. La Figure 2.33 ci-dessous est une capture d'écran de l'image obtenue par la caméra thermique lors du premier relevé de mesure de température. Ici, le facteur d'émissivité retenu est de 0,20, ce qui a donné la température moyenne de 110,4°C. Il y a donc un degré d'écart avec les thermocouples dont la moyenne affiche 109,5°C. En mettant un facteur d'émissivité à 0,19 ou 0,21, l'écart de température était encore plus flagrant. Afin d'améliorer les mesures, les températures ont été relevées en faisant la moyenne d'une surface d'outil que l'on aperçoit en pointillé sur la tête de l'outil (Figure 2.33). Cette surface a été choisie, car elle se situe sur la partie acier de l'outil (moins de réflexion que la partie diamant) mais également sur la zone de coupe tout en étant assez éloignée de la source de chaleur afin d'éviter toute réflexion qui fausserait les mesures (Figure 2.33).

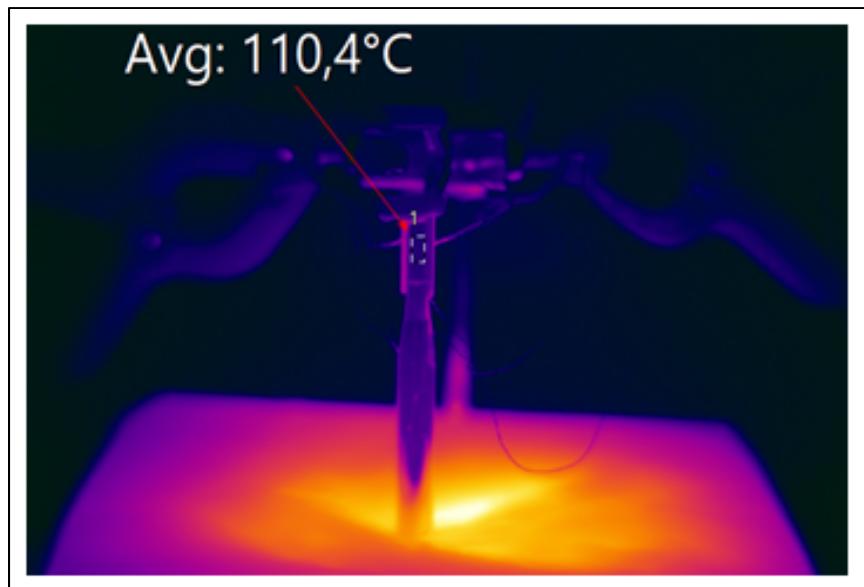


Figure 2.33 Exemple d'image thermique obtenue avec la caméra sur l'outil en PCD, ici la température visée est de 109,5 °C

Afin de limiter la réflexion des plaques composite sur le capteur de la caméra thermique et de fausser les résultats obtenus, une peinture en spray noir mat résistante à la température a été

appliquée. Le dispositif utilisé est illustré Figure 2.34. L'ensemble de la procédure pour déterminer la réflexivité et la même que précédemment expliqué pour l'outil PCD.

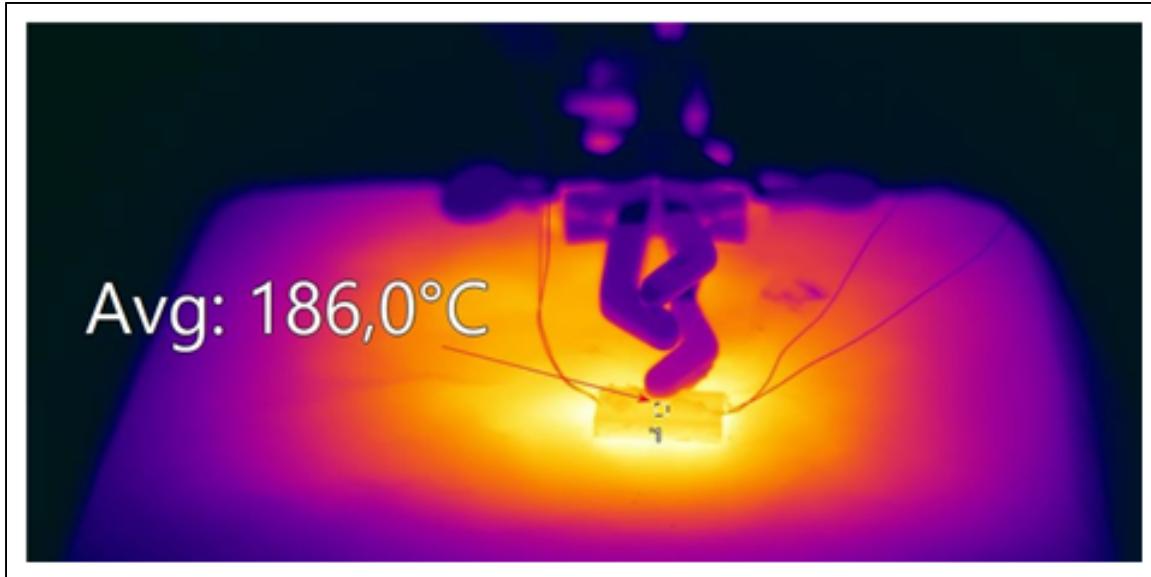


Figure 2.34 Exemple d'image thermique obtenue avec la caméra sur le CFRP, ici la température visée est de 186°C (mesure 3 de la face supérieure avec revêtement noir)

Le Tableau 2.10 ci-dessous recense toutes les mesures effectuées. On peut noter qu'un des thermocouples (thermocouple 1) n'a pas fonctionné durant les mesures de l'émissivité de la face supérieure du composite.

Tableau 2.10 Valeurs expérimentales permettant le calcul de l'émissivité des CFRP

Mesure		1	2	3	4	
Face supérieure	Plaque chauffante (°C)	100	200	300	400	
	Thermocouple 1 (°C)	Ø	Ø	Ø	Ø	
	Thermocouple 2 (°C)	72	129	186	237	
	Moyenne température (°C)	72	129	186	237	
Côté du composite	Émissivité associée	0,90	0,91	0,93	0,95	Moyenne émissivité
	Thermocouple 1 (°C)	62	112	157	202	
	Thermocouple 2 (°C)	58	108	155	200	
	Moyenne température (°C)	60	110	156	201	
Émissivité associée		0,92	0,90	0,93	0,95	0,93

Les facteurs d'émissivité retenus pour les expérimentations en usinage sont : 0,92 pour la face supérieure et 0,93 pour le côté du composite.

2.6 Montage d'usinage

Une table dynamométrique Kistler (Figure 2.35) permet de relever les efforts de coupe. Elle se compose de quatre capteurs piézoélectriques qui enregistrent selon les trois axes orthonormés (x, y, z). Cette table dynamométrique se compose de quatre capteurs qui donnent cinq relevés de forces : Fx_{12} , Fx_{34} , Fy_{14} , Fy_{23} et Fz . Ainsi, pour avoir les forces totales selon l'axe \vec{x} (Fx) et \vec{y} (Fy), il faut faire la somme de chacune de ses composantes, soit :

$$Fx = Fx_{12} + Fx_{34} \quad (2.14)$$

$$Fy = Fy_{14} + Fy_{23} \quad (2.15)$$

La figure ci-dessous (Figure 2.35) montre le repère qu'utilise la table dynamométrique.

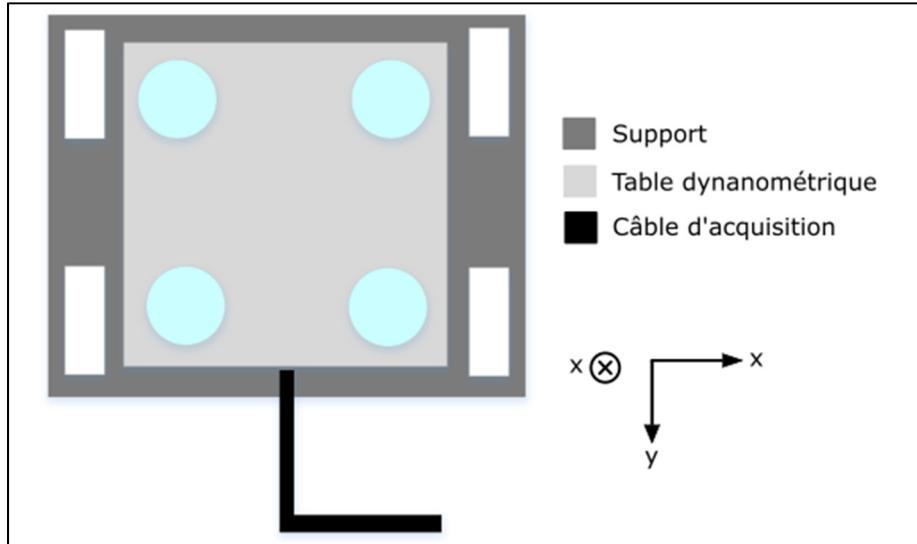


Figure 2.35 Schéma de la table dynamométrique Kistler avec repère

L'outil faisant un rainurage de la droite vers la gauche, une moyenne négative selon l'axe \vec{x} est à prévoir selon le repère. De plus, la force d'avance sera l'opposée de F_x ($F_{avance} = -F_x$). Sur cette table dynamométrique, une table d'usinage versatile peut être montée. Dans cette recherche, la configuration suivante a été retenue (Figure 2.36).

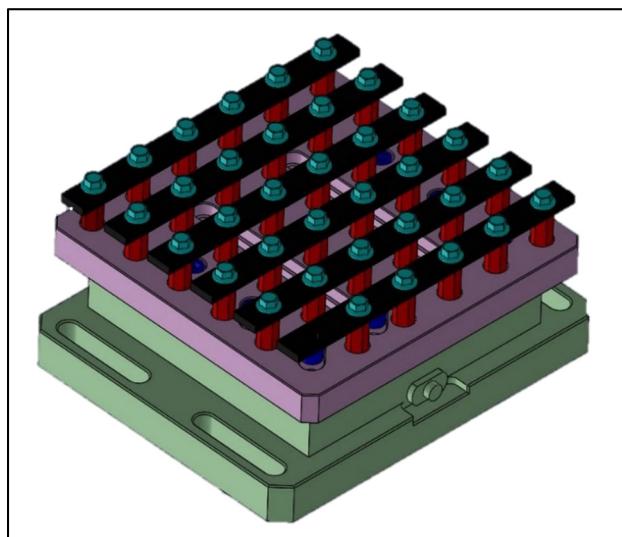


Figure 2.36 Table d'usinage utilisée
Tirée de Youssef Essaghir (Essaghir, 2020)

Ce montage permet d'obtenir une longue distance de coupe et de pouvoir enregistrer les efforts de coupe.

2.7 Acquisition des données

L'acquisition des données est faite à une fréquence d'échantillonnage de 48 kHz , ce qui est le maximum disponible. Cela permet de pouvoir faire toutes les analyses souhaitées sans contraintes ainsi que pour toutes reprises ultérieures des travaux, notamment pour faire correctement du traitement de signal.

CHAPITRE 3

ANALYSE DES RÉSULTATS D'USINABILITE DES LAMINES CARBONE / EPOXY ET DES PLAQUES EN EPOXY MODIFIEE

Dans ce chapitre, l'analyse de toutes les données sera effectuée, y compris en donnant un aspect critique sur les résultats obtenus, mais également sur les aspects techniques à prendre en compte pour obtenir des résultats plus aboutis. Ce chapitre se découpe en quatre parties principales : la qualité des composites, les températures, les forces de coupe, l'usure d'outil de coupe et la rugosité de surface des zones coupées.

3.1 Qualité des composites

La qualité des laminés en CFRP obtenue a été déterminée à partir de deux méthodes différentes, soit par l'épaisseur de même que le traitement d'image par apprentissage automatique.

Pour rappel les plaques terminant par G (comme P01G) représentent les plaques de gauche et ont une dimension de 30×20 centimètres. Les plaques terminant par D (comme P01D) représentent les plaques de droite et ont une dimension de 30×10 centimètres (vu précédemment section 2.1.2, Figure 2.8, Figure 3.1).

3.1.1 Taux volumique de fibres par l'épaisseur

En relevant l'épaisseur sur les chutes des plaques CFRP après usinage, les taux de fibres ont été calculé (méthode vue au 2.4.2.1). Trente-six mesures ont été effectuées par concentration, trois mesures par chutes restantes d'usinage (six par plaque, deux plaques par concentration). Les résultats obtenus par cette méthode sont récapitulés dans le Tableau 3.1 ci-dessous :

Tableau 3.1 Taux volumique de fibre obtenu par l'épaisseur

Pourcentage	0%wt		0,25%wt		3%wt	
Plaque : Gauche (G) / Droite (D)	P01G	P01D	P02G	P02D	P03G	P03D
Moyenne	64,28%	64,58%	64,25%	65,27%	61,99%	63,42%
Écart type	0,40%	0,52%	0,48%	0,47%	0,73%	0,48%
Moyenne par concentration	64,43%		64,76%		62,70%	
Écart type	0,48%		0,69%		0,96%	

Nous pouvons observer que l'ensemble des plaques ont un taux de fibres supérieur à 62%. L'écart maximum de taux de fibres obtenu est de 3,28 % (P02D versus P03G). L'écart type de l'ensemble des laminés est de 1,15 %. Les plus petits taux de fibres sont obtenus avec la concentration en graphène la plus grande, ce qui se comprend car la résine devenait bien plus visqueuse. Ainsi l'imprégnation était moins facile et prenait plus de temps et pour une même pression donnée. De plus, la presse chassée moins la résine, les dimensions finales se retrouvaient donc légèrement supérieures.

Tableau 3.2 Épaisseurs des différentes plaques fabriquées

Pourcentage	0%wt		0,25%wt		3%wt	
Plaque	P01G	P01D	P02G	P02D	P03G	P03D
Moyenne (mm)	3,85	3,83	3,85	3,79	3,99	3,90
Écart type (mm)	0,02	0,03	0,03	0,03	0,05	0,03
Moyenne par concentration (mm)	3,84		3,82		3,95	
Écart type (mm)	0,03		0,04		0,06	

Effectivement comme le montre le Tableau 3.2, les laminés avec le plus grand pourcentage de graphène ont les plus grandes épaisseurs. L'écart le plus grand entre les différentes plaques fabriquées est de vingt centièmes de millimètres ce qui fait un écart relatif maximal de 5,3 %. Comme vu précédemment (2.4.2.2), compte tenu de la faible épaisseur de nos plaques, une différence d'épaisseur influe énormément sur le taux de fibre final.

3.1.2 Taux volumique de fibres par analyse d'images de composites par l'apprentissage automatique (« machine learning »)

Après usinage des CFRP, trois échantillons par plaque ont été découpés tel que montré à la Figure 3.1. Les faces qui ont été polies et analysées sont situées vers l'intérieur des plaques, tel indiqué par les flèches à la Figure 3.1.

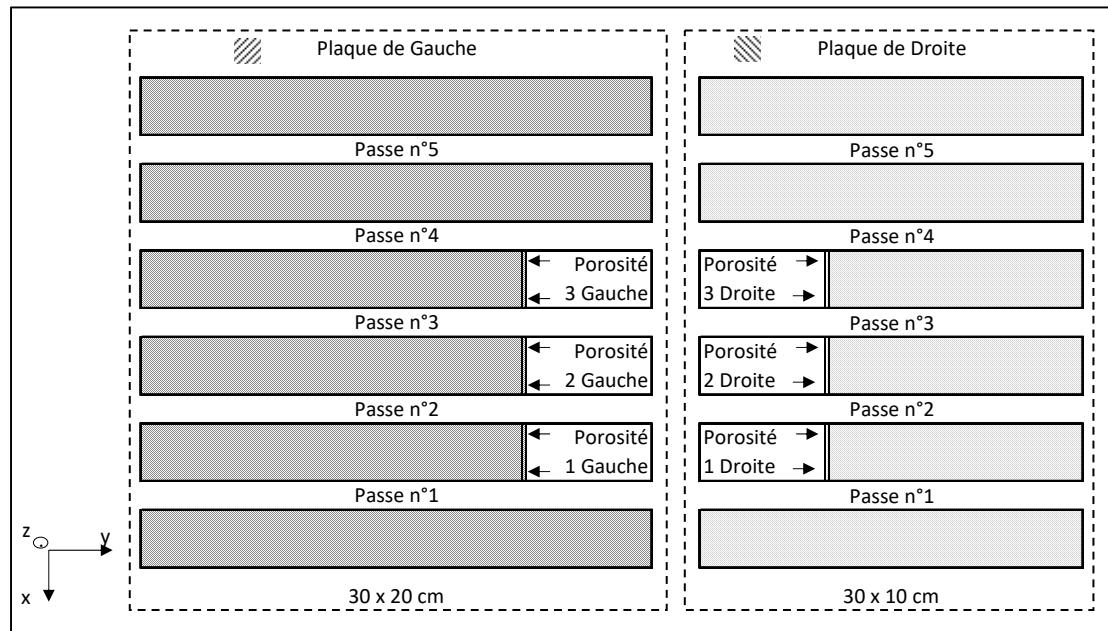


Figure 3.1 Schéma de la disposition des échantillons de porosité (CFRP)

Tel que détaillée au chapitre précédent (2.4.2.3), la méthode par l'apprentissage automatique a permis de calculer les taux de vide. Pour rappel, trois échantillons par plaque ont été réalisés (2.4.2.3). Le Tableau 3.3 ci-dessous résume l'ensemble des résultats donnés par ce procédé.

Tableau 3.3 Taux de fibre par analyse d'images par apprentissage automatique

Pourcentage		0%wt		0,25%wt		3%wt	
Plaque		P01G	P01D	P02G	P02D	P03G	P03D
Moyenne	Vides (%)	1,04%	0,88%	0,97%	0,67%	0,64%	0,35%
	Composite (fibres + matrice) (%)	98,96%	99,12%	99,03%	99,33%	99,36%	99,65%
Écart type		0,07%	0,15%	0,11%	0,15%	0,10%	0,13%
Taux de vide par concentration (%)		0,96%		0,82%		0,50%	
Écart type		0,14%		0,20%		0,19%	

Le taux de vide y est relativement faible car le maximum obtenu est de 1,04 %. Cela indique que la méthode de fabrication donne des composites sans trop de vide et donc assez répétables. On peut observer la tendance nette suivante : le taux de vide diminue avec l'augmentation de la concentration du graphène. On constate la même tendance concernant la taille des plaques. Pour une même concentration, c'est la plaque la plus petite qui a le taux de vide le plus bas.

3.1.3 Résumé

D'un point de vue global, en tenant compte de la méthode de fabrication, nous avons une bonne homogénéité du taux de fibre qui est de plus relativement important et un taux de vide très bas sur l'ensemble des plaques fabriquées. La méthode de fabrication des laminés utilisée semble donc convenable.

3.2 Températures

L'ensemble des températures vont être étudiées dans les sous-sections qui suivent. Dans chacune de ces sous-sections, les plaques en résines modifiées seront d'abord étudiées puis celles des CFRP. Pour rappel, comme présenté dans la Figure 3.2 ci-dessous, un seul a été utilisé sur deux zones de coupe.

Les plaques en époxy ont été usinées sur la région de coupe 2 (RC2) où se trouve les thermocouples. Cela permet d'avoir la température d'usinage la plus proche de la réalité. Les CFRP ont été usinés sur la région de coupe 1 (RC1) en dessous des thermocouples. Cette configuration permet d'éviter de perdre les thermocouples sous l'abrasivité des fibres de carbone et la montée en température. L'ordre d'usinage s'est fait de la concentration la plus élevée à la plus basse.

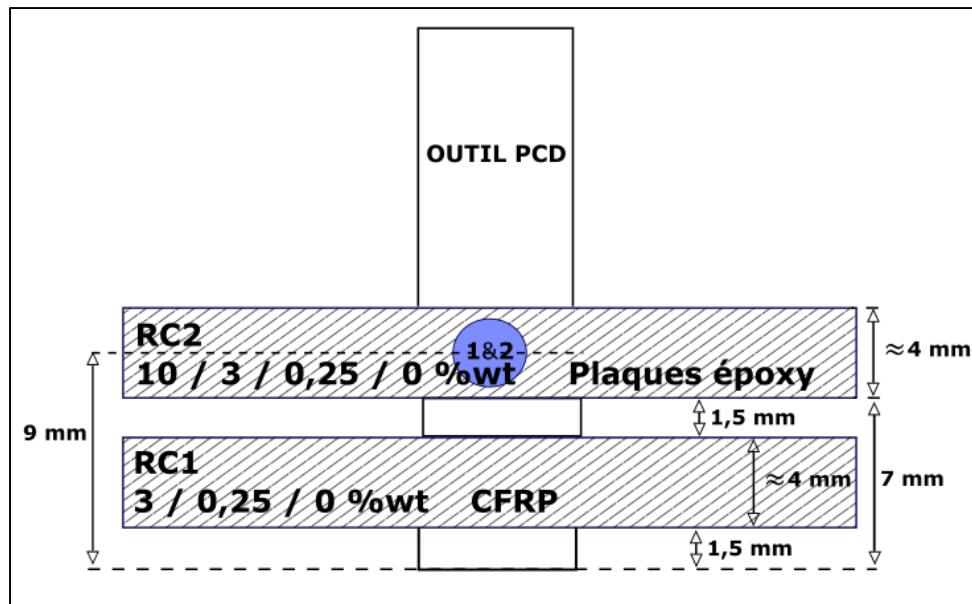


Figure 3.2 Zones de coupe et ordre de passage

3.2.1 Thermocouples sur les outils

Plaques en époxy

La Figure 3.3 est une représentation graphique de la température enregistrée lors du rainurage des quatre plaques en époxy. Les quatre enregistrements ont les mêmes tendances. On peut le distinguer nettement lorsque l'outil sort de la plaque avant de revenir usiner une nouvelle passe car cela se caractérise par une baisse de température pendant quelques secondes avant que celle-ci ne remonte.

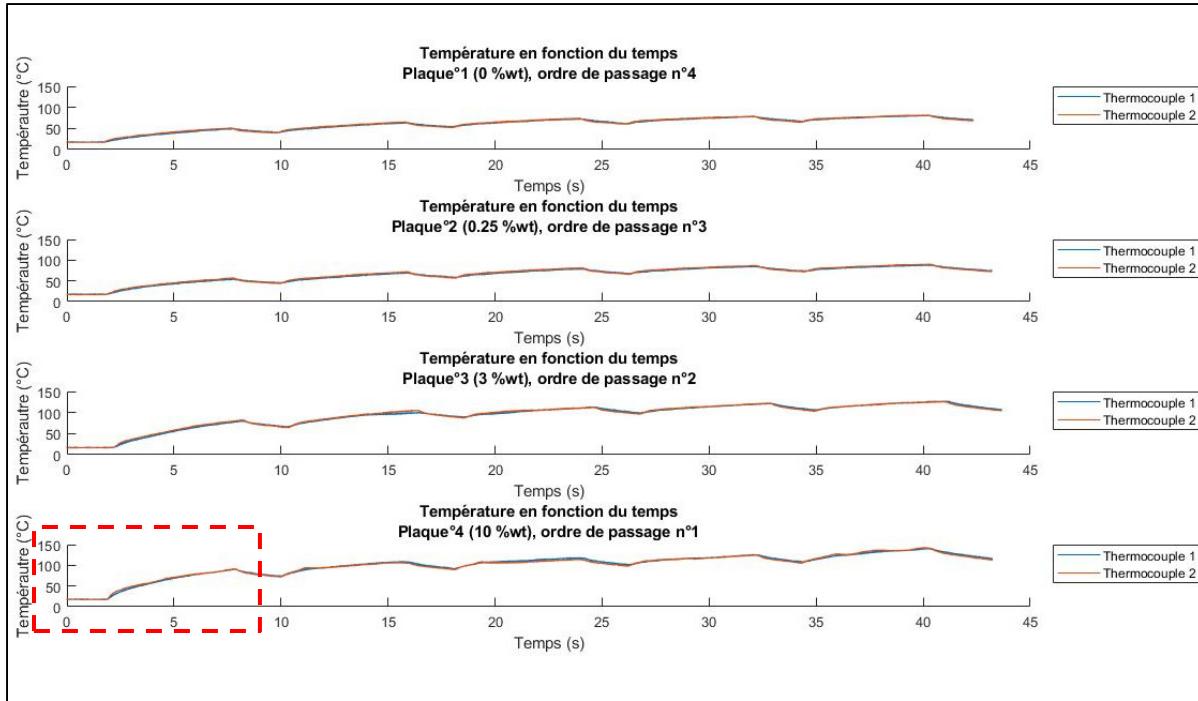


Figure 3.3 Températures en fonction du temps, plaques en époxy

La Figure 3.4 est un agrandissement du rectangle en pointillé rouge de la Figure 3.3. On y distingue quatre intervalles distincts. Le premier intervalle (I) correspond à la température enregistrée qui correspond celle du laboratoire d'usinage (19 degrés Celsius). Dès qu'il y a un changement de pente au point A, l'intervalle deux (II) marque l'entrée de l'outil de coupe dans la plaque CFRP. Tant que l'outil usine, la température augmente jusqu'au point de rupture B marquant la sortie de l'outil. Le troisième intervalle (III) représente l'intervalle de temps que met l'outil avant d'entrer à nouveau dans la matière au point C. On remarque que la température ne cesse de diminuer pendant cet intervalle. Le dernier intervalle (IV) représente la prochaine passe d'usinage.

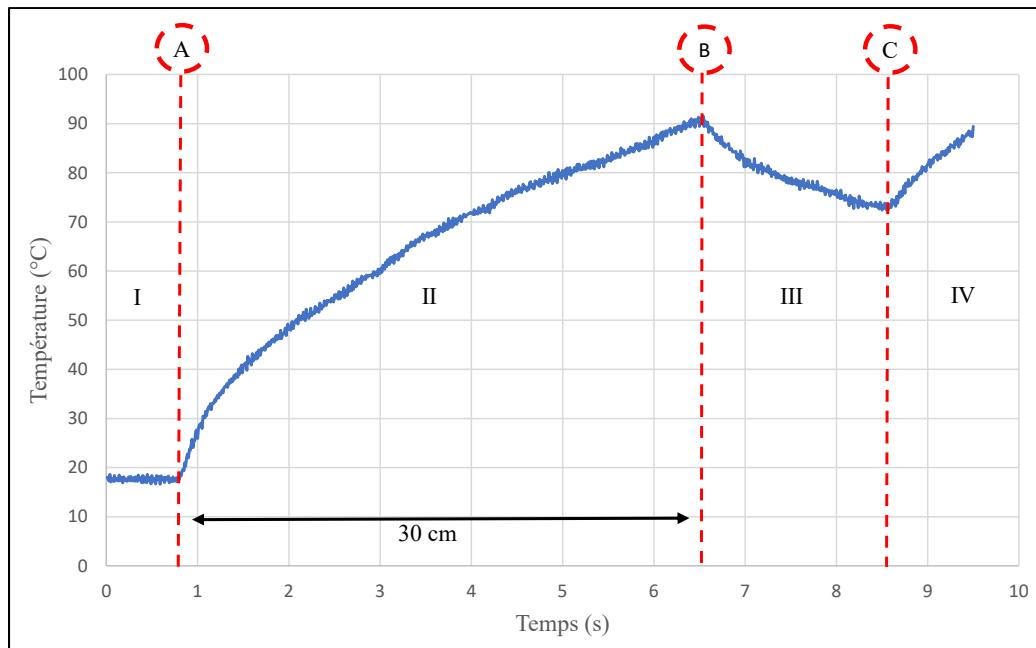


Figure 3.4 Description des courbes de température, Plaque 4 10%wt époxy

En superposant les courbes présentées Figure 3.3, nous pouvons établir que plus la concentration en graphène augmente, plus la température augmente, et ce de manière flagrante, et ce dès les premières passes (Figure 3.5). On peut observer entre la plaque à 0%wt et 10%wt un écart de température près de 40°C jusqu'à la quatrième passe (120 centimètres de longueur de coupe). Pour la dernière passe, l'écart se creuse jusqu'à 60°C.

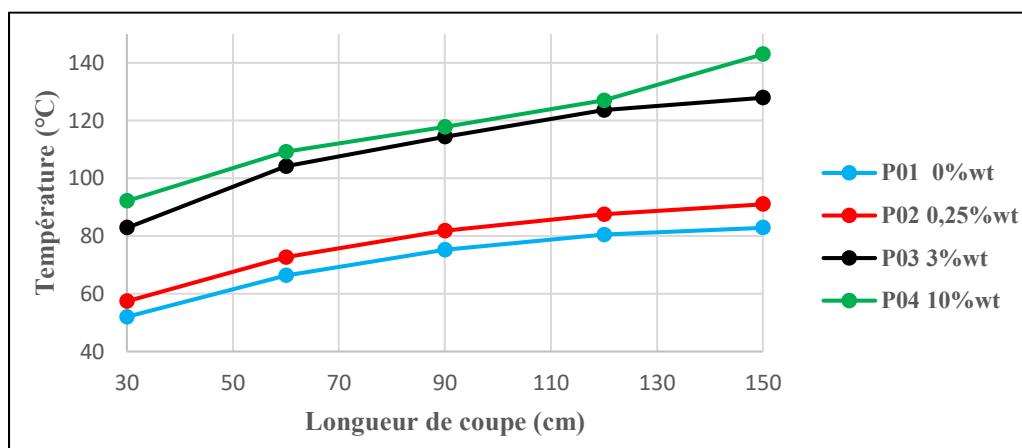


Figure 3.5 Températures maximales des passes en fonction de la distance de coupe, plaques en époxy

On peut remarquer qu'il semble y avoir un seuil qui fait augmenter drastiquement la température. Ce seuil est situé à une concentration entre 0,25 et 3%. Les concentrations 0 et 0,25%wt ont une différence pratiquement constante de plus de 5°C avec la même tendance. Les températures de ces concentrations semblent converger vers un plateau de température qui se situerait proche de 90°C. Pour ce qui est des concentrations 3 et 10%wt, elles évoluent dans une tranche de température plus élevée.

Plaques en CFRP

La mesure de température relevée lors de l'usinage des CFRP a été bruitée sans véritable raison apparente (Figure 3.6). De même qu'avec les plaques en époxy, plus la concentration de graphène est grande, plus les températures le sont aussi. On peut également observer l'entrée et la sortie de l'outil pour les différentes passes avec une chute de température. On peut noter que le thermocouple 1 a lâché au cours de la première passe de la dernière plaque usinée (passage n°3). Le thermocouple 2 de cette même plaque semble aussi s'être décroché au cours de la dernière passe. Ce dernier relevé de température n'est donc pas très représentatif.

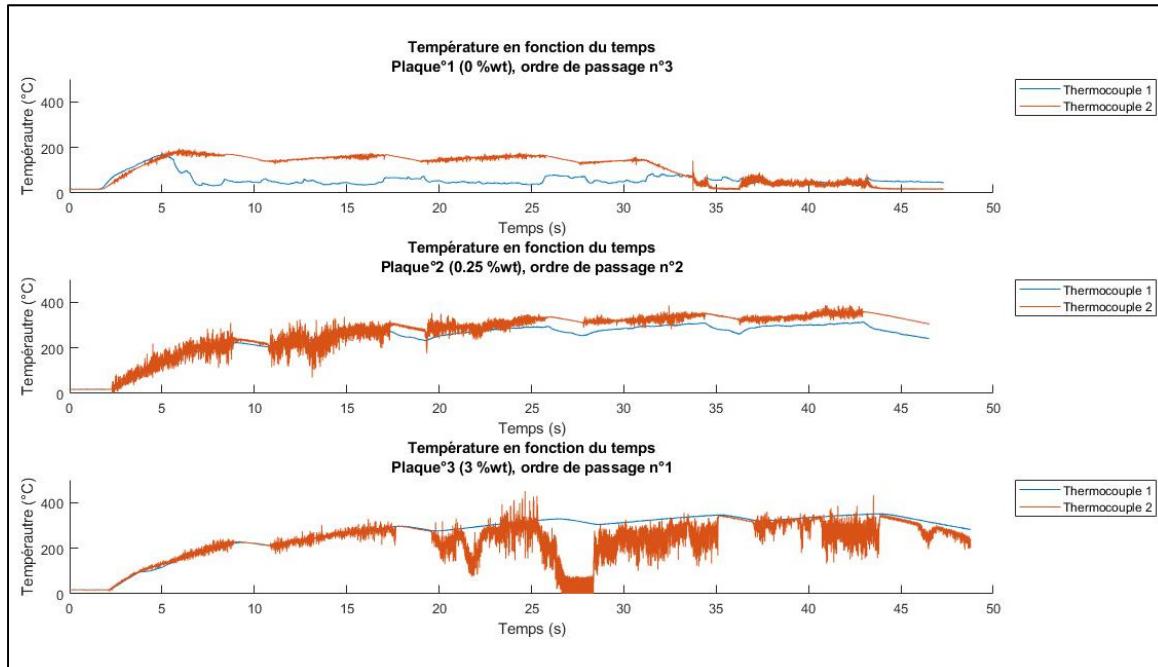


Figure 3.6 Températures en fonction du temps, plaque en CFRP

Naturellement, pour la suite de l'analyse, un seul des deux thermocouples pour chaque essai a été retenu à chaque fois, celui présentant le moins de bruit (thermocouple 1 pour les plaques 3 et 2) et celui ayant tenu jusqu'au bout (thermocouple 2 de la plaque 1). Ainsi les températures maximales ont pu être retenues et tracées (Figure 3.7).

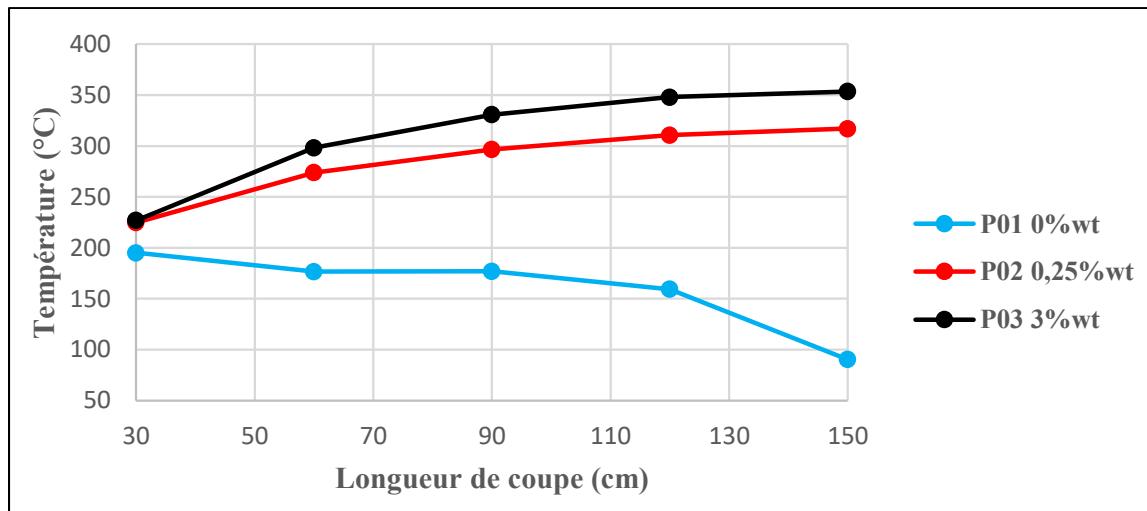


Figure 3.7 Températures maximales des passes en fonction de la distance de coupe

Comme le montre la Figure 3.7, la température augmente également avec les passes à l'exception du stratifié sans graphène pour lequel où la température décroît avec la distance. Comme écrit précédemment, la dernière température relevée pour ce stratifié (0%wt) a une température qui chute brusquement. Cette donnée est à considérer avec une certaine réserve car les thermocouples ont lâché. Les températures des plaques contenant du graphène ont une tendance similaire. Lors de la première passe, leur température est presque identique (autour de 230°C) et semble converger vers une température maximale différente : 330°C pour la plaque 2 (0,25%wt) et 350°C pour la plaque 3 (3%wt). On peut noter que dès la deuxième passe (soixante centimètres de longueur de coupe), il y a un écart de température de près de 30°C entre la plaque sans graphène et les autres. Cet écart ne fera que de s'amplifier au cours de la distance usinée.

3.2.2 Comparatif

En faisant la moyenne des températures maximales de chaque passe et en superposant les températures obtenues pour les plaques en résine modifiée et les CFRP, nous obtenons la Figure 3.8 suivante.

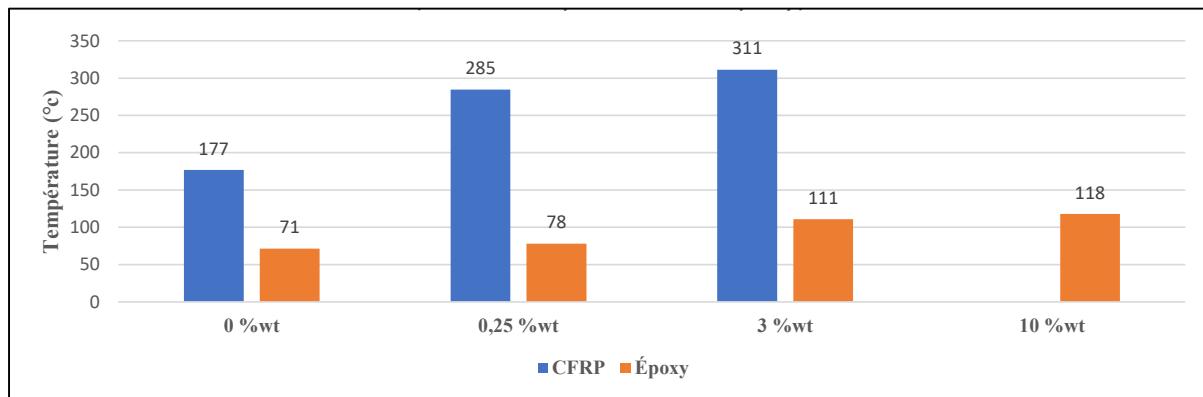


Figure 3.8 Moyennes des températures maximales des passes en fonction des plaques (thermocouples CFRP et époxy)

Pour les deux natures de composite fabriqué (époxy modifiée et CFRP), nous pouvons observer que la température augmente avec la concentration en graphène. Sans surprise, les températures sont plus élevées en présence de fibres avec le plus grand écart de température observé de 150°C entre la plaque à 0 et 3%wt. Il est légitime d'affirmer que le graphène fait croître la température de l'outil lors de l'usinage.

Bien que le graphène améliore thermiquement les propriétés thermique dans les nanocomposites, il en augmente aussi les propriétés mécaniques (Lentzakis et al., 2017). Il apporte également un gain de ténacité non négligeable (Atif, Shyha, & Inam, 2016). Les deux derniers points semblent donc l'emporter sur l'aspect thermique (Figure 3.8).

3.3 Caméra thermique

L'ensemble des émissivités a été calculé au préalable avant tout usinage avec la méthodologie expliquée à la section 2.5.2.2. Le focus de la caméra a évidemment été fait sur l'outil, plus précisément sur les zones de coupe, soit la région de coupe 1 pour les CFRP et la région de coupe 2 pour les plaques en résine modifiée (voir Figure 3.2).

3.3.1 Mesures de températures sur l'outil

En analysant les données de la caméra thermique, il a été remarqué que la température relevée sur l'outil dépend énormément de l'endroit visé sur l'outil. En effet, l'outil comporte un revêtement de diamant polycristallin qui est une surface très réfléchissante. Son émissivité est donc proche de zéro contrairement à la partie métallique qui est de 0,21 (Figure 3.9). On observe donc une différence de température entre ces deux parties qui est flagrante lorsque l'outil sort de la plaque, soit entre chaque passe comme on peut le voir à la Figure 3.10.

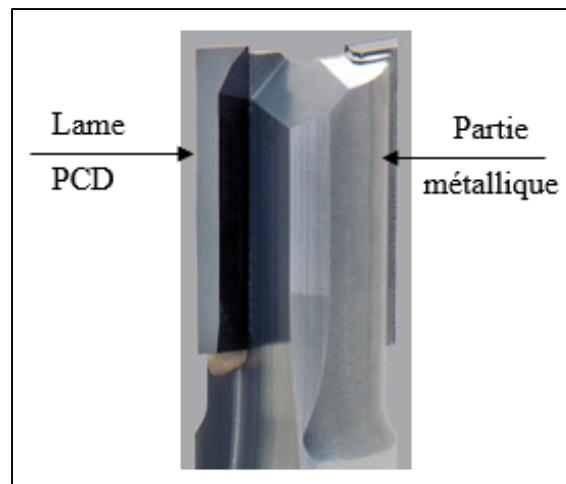


Figure 3.9 Différentes parties de mesures de température sur l'outil de coupe

Les mesures ont été faites là sur les zones de coupe et sur le côté métallique de l'outil. Ainsi les températures les plus réalistes ont pu être relevées. Durant l'usinage, les copeaux créent du

bruit sur l'image de la caméra thermique car un « nuage/brouillard » se forme autour de l'outil, ce qui influe inévitablement sur la température enregistrée.

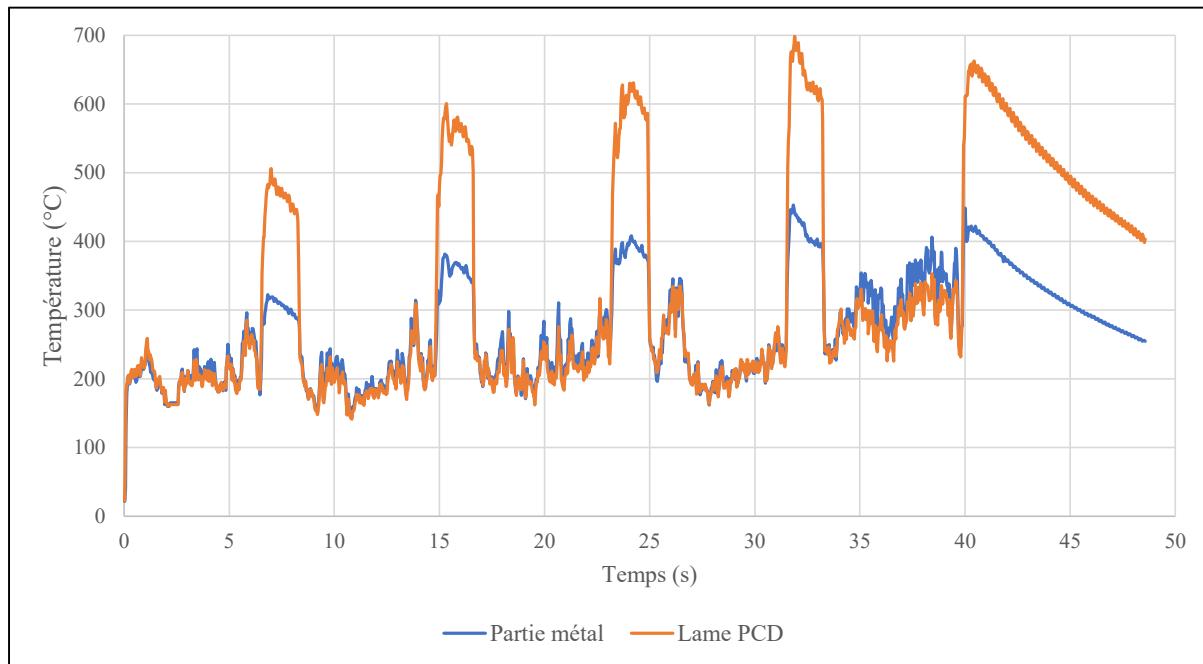


Figure 3.10 Comparaison des températures sur deux différentes parties de l'outil PCD

✚ Plaques en époxy

Les graphiques de températures obtenues (Figure 3.11) diffèrent de ceux obtenus précédemment (Figure 3.3) avec les thermocouples. On peut retrouver tout de même une tendance commune pour la plaque 1 (0%wt) et 2 (0,25%wt) qui suit le même schéma que celui obtenu avec les thermocouples. De ce qui est des plaques 3 (3%wt) et 4 (10%wt), les variations y sont très différentes. Les températures de la plaque 4 (10%wt) restent dans une tranche de température de 110°C à 160°C. Quant à la plaque 3 (3%wt), la température finit par décroître de manière significative, passant de 160°C à 70°C, ce qui n'a pas été observé avec les thermocouples. On peut noter que ces températures sont globalement supérieures à celles obtenues avec les thermocouples fixés sur l'outil de coupe.

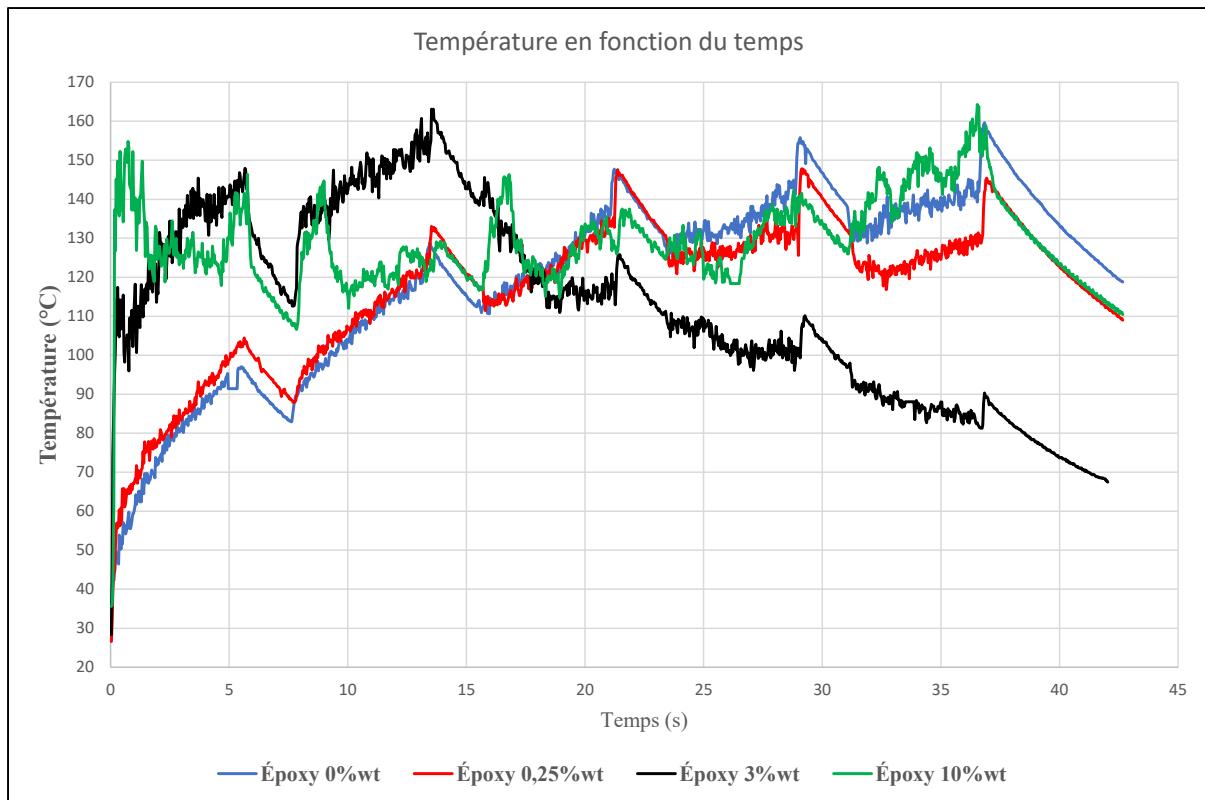


Figure 3.11 Températures en fonction de la concentration en graphène, résine modifiée

Les copeaux ont donc bien influencé sur le relevé de température à travers de la caméra. Cependant nous pouvons assez bien déceler l'entrée et la sortie de l'outil de coupe dans les plaques, qui se manifestent également par une baisse puis une montée soudaine en température.

✚ Plaques en CFRP

De ce qui est du graphique de température des plaques CFRP (Figure 3.12 ci-dessous), on retrouve une allure de la montée en température plus réaliste. Les températures restent dans une même enveloppe d'évolution sans réelle démarcation. Comme indiqué précédemment, les copeaux lors de l'usinage ont bruité les mesures.

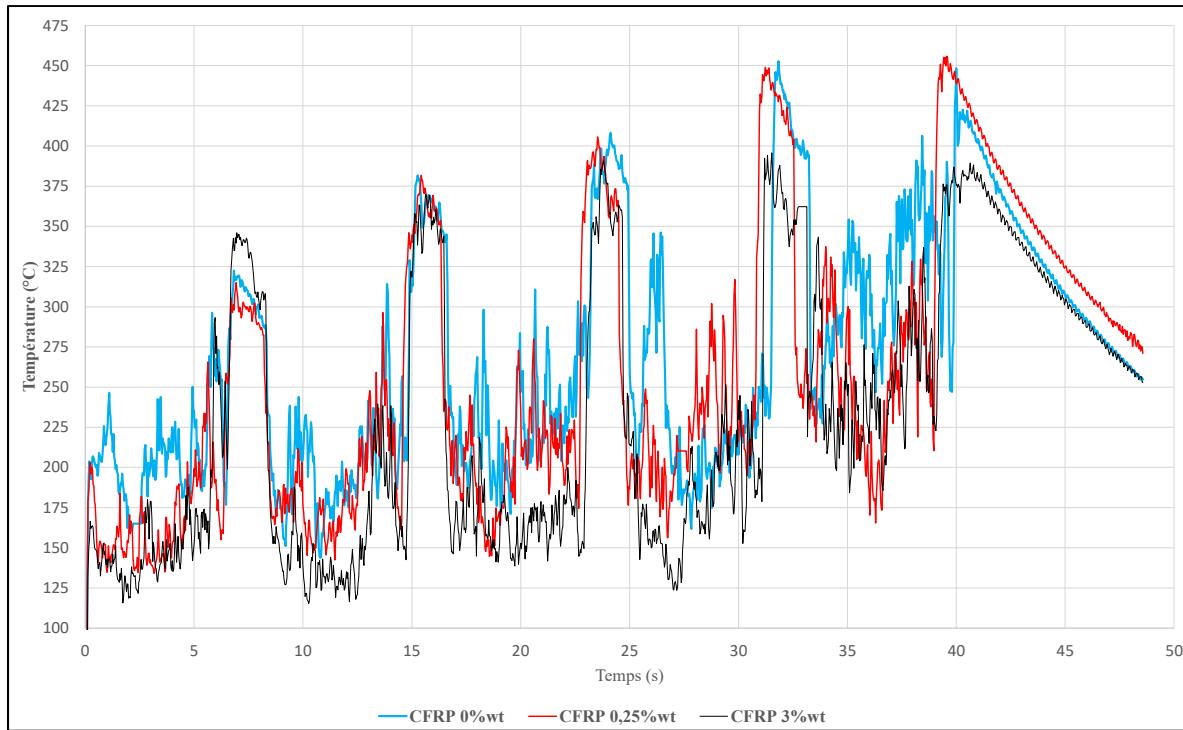


Figure 3.12 Températures en fonction de la concentration en graphène (CFRP)

Néanmoins, la plaque 3 (3%wt) se distingue par des températures plus basses que les autres lors de la dernière passe (Figure 3.13). On peut également noter, comme avec les températures enregistrées avec les thermocouples, que la température augmente avec la longueur de coupe.

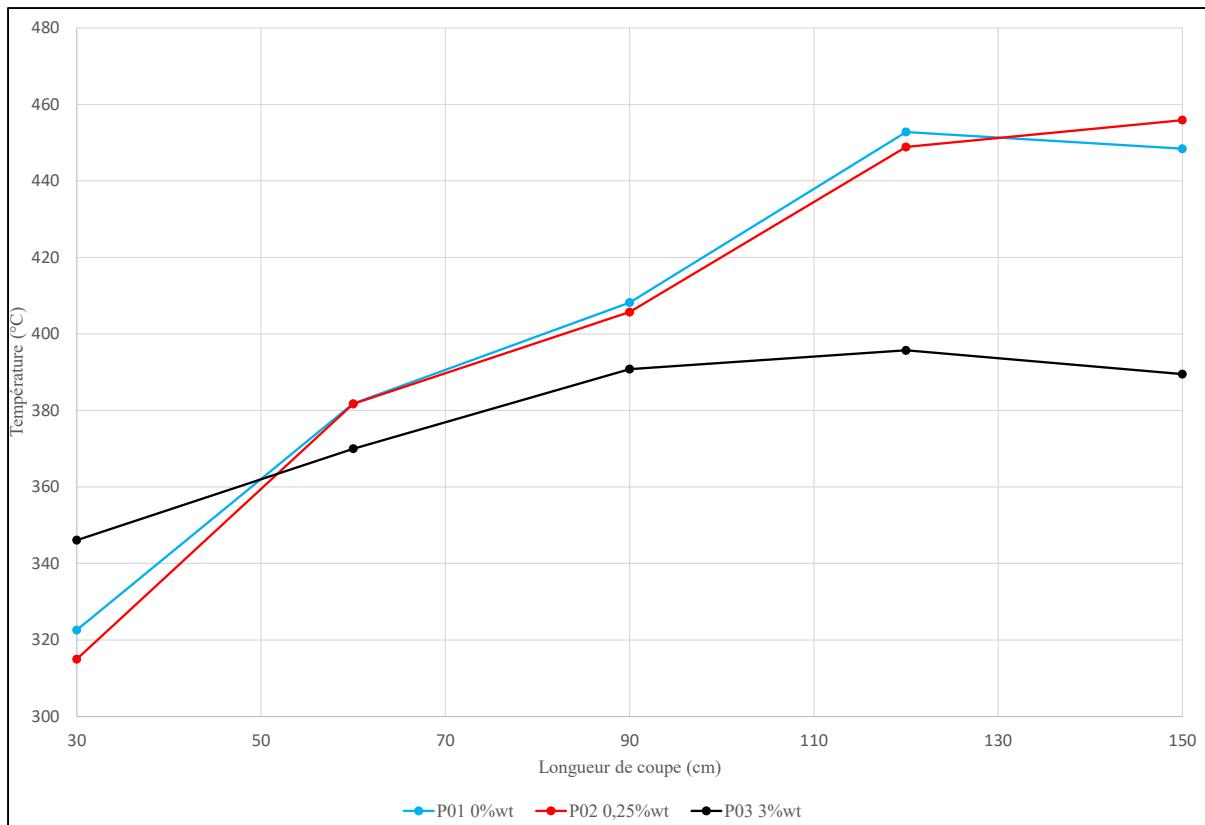


Figure 3.13 Températures maximales en fonction de la concentration en graphène (CFRP)

3.3.2 Résumé des températures de l'outil entre les thermocouples et la caméra thermique

La Figure 3.14 ci-dessous superpose les températures moyennes maximales des thermocouples et de la caméra thermique pour les plaques en époxy modifiée et les CFRP. Les températures de la caméra thermique sont systématiquement plus élevées. Les températures pour les CFRP ont des tendances opposées. En effet, pour les deux premières plaques (P01 et P02), les températures sont pratiquement identiques contrairement à P03 qui a une température moyenne plus basse. L'opposé a été trouvé avec les thermocouples. Concernant les plaques époxy, les tendances se retrouvent, néanmoins l'augmentation de la température avec l'augmentation de la concentration en graphène est moins importante avec la caméra thermique.

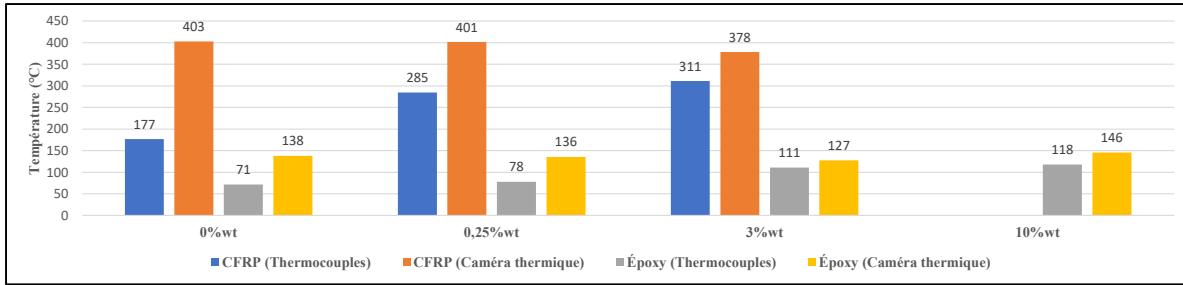


Figure 3.14 Températures moyennes maximales des passes en fonction de la concentration en graphène (CFRP et époxy)

3.3.3 Mesure de température sur les plaques

Malgré les copeaux qui bruent inévitablement les mesures, la température a été relevée sur les plaques à l'endroit où l'usinage se fait, non loin de l'outil de manière à être le plus près de la zone de focus et toujours sur la plaque lorsque l'outil sort de celle-là entre chaque passe.

Plaques en époxy

Après exploitation des données, la Figure 3.15 est obtenue. Au début la température est plus élevée avec les concentrations en graphène les plus élevées (P03 3%wt et P04 10%wt), mais diminue nettement avec la distance usinée. Après analyse de la Figure 3.16, représentant les températures maximales en fonction de la longueur de coupe, il y a une diminution de 21 degrés entre la première et la dernière passe de la plaque P03 (3%wt). C'est cette concentration qui obtient la meilleure performance pour les plaques époxy. A priori, passé un certain seuil le graphène peut faire diminuer la température au fil de la distance usinée. Comme observé avec les prises de température sur l'outil de coupe (caméra thermique et thermocouple), les deux premières plaques (P01 et P02) sont très proches et ont les températures les plus basses.

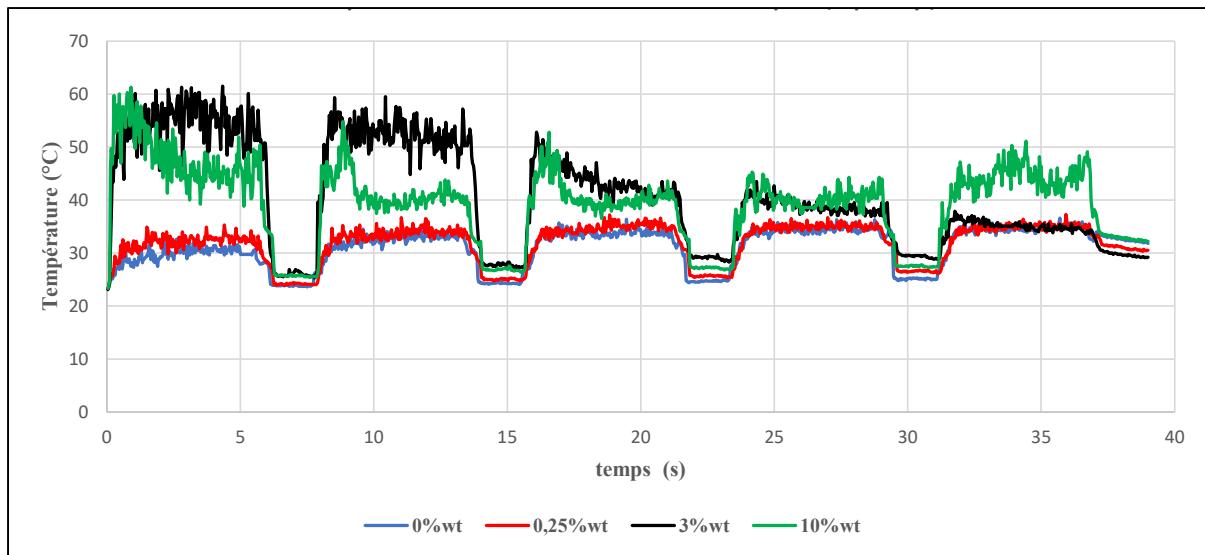


Figure 3.15 Températures de la zone de coupe en fonction du temps (résine modifiée)

Cependant, il faut prendre en considération les copeaux. En effet lors de l’usinage, les copeaux obstruaient la lentille au fur et à mesure de l’usinage. Il se peut que les températures soient faussées quelque peu. Pour éliminer au maximum l’effet des copeaux sur les résultats analysables (P03 et P04), les températures maximums ont été relevées lorsque l’outil sortait de la plaque (Figure 3.16). Ainsi il n’y avait plus de nuage de copeaux entre la caméra et l’outil lors de l’acquisition de ces températures.

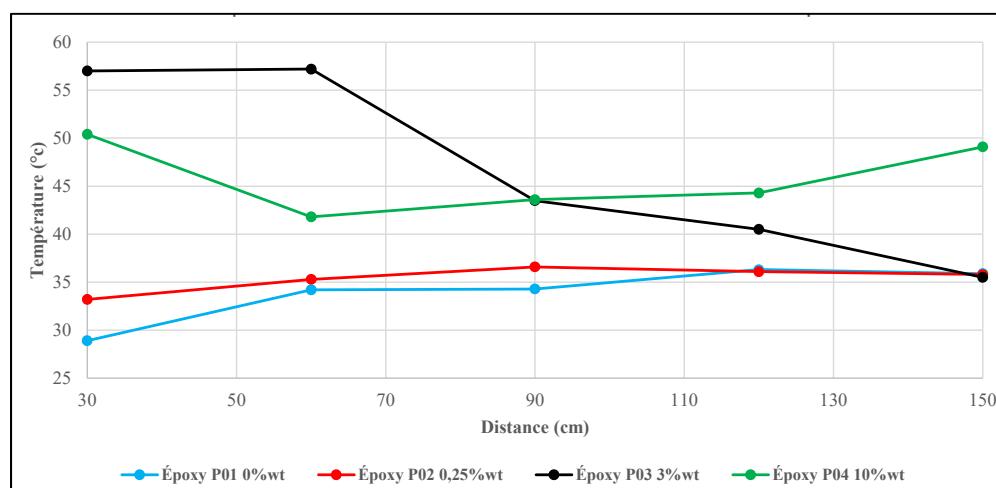


Figure 3.16 Températures maximales dans la zone de coupe en fonction de la longueur de coupe, époxy

Plaques en CFRP

Les courbes brutes issues de la caméra thermique (Figure 3.17) montrent des tendances pochent de celles obtenues par les thermocouples. Les copeaux lors de l'usinage des CFRP sont de nature différente de celle de l'époxy. Ils ressemblent plus à de la poussière, ce qui n'a pas obstrué la lentille. Cependant, un nuage de poussière était tout de même présent entre la caméra et les plaques usinées.

Pour analyser au mieux ces courbes, comme fait précédemment, les températures maximums sont relevées lorsque l'outil sort des plaques entre chaque passe.

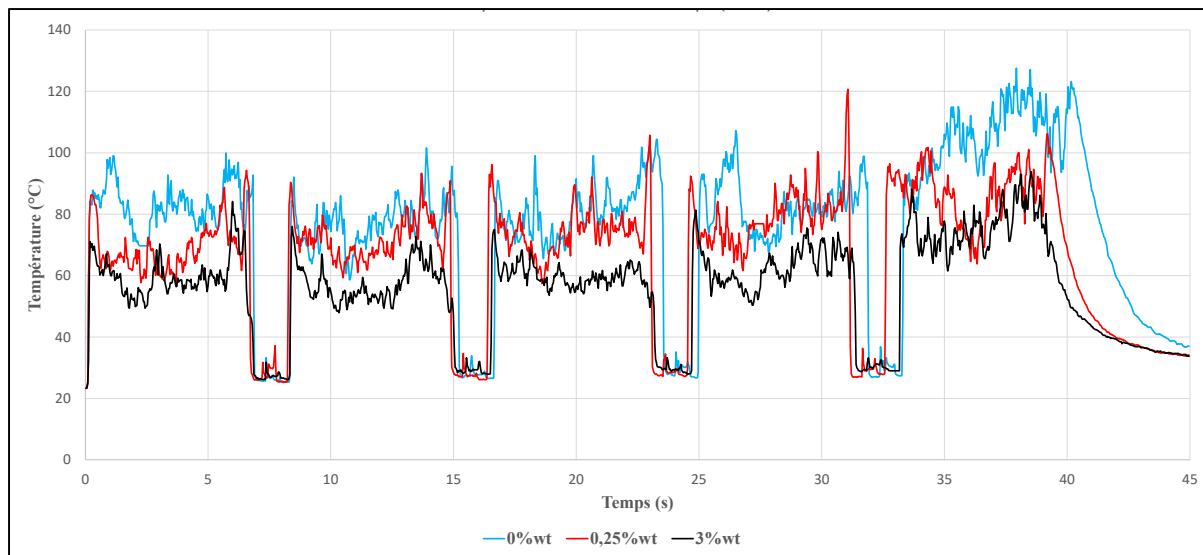


Figure 3.17 Températures en fonction de la concentration en graphène (CFRP)

Ainsi, comme le montre la Figure 3.18 ci-dessous, une augmentation de la température des plaques se manifeste avec la diminution de la concentration en graphène. Ainsi les températures les plus hautes sont obtenues avec la plaque 1 (0%wt) et les températures les plus basses avec la plaque 3 (3%wt). Les températures ont tendance à croître avec la longueur de coupe.

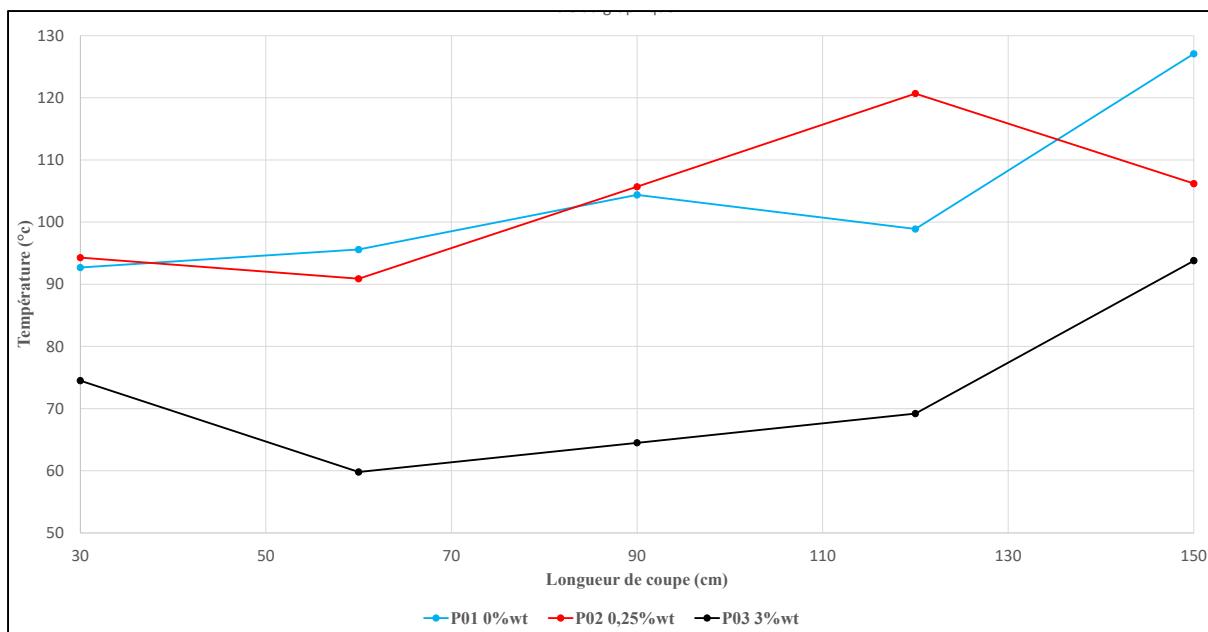


Figure 3.18 Températures maximales dans la zone de coupe en fonction de la longueur de coupe (CFRP)

La dissipation d'énergie lors de l'usinage de CFRP avec un outil PCD se fait majoritairement par les copeaux (J. Y. Sheikh-Ahmad, Almaskari, & Hafeez, 2019). Le graphène, au-delà d'une certaine concentration permettrait aux copeaux de prendre plus d'énergie et donc d'avoir une température plus basse dans la zone de coupe.

3.4 Forces de coupe

Les forces de coupe ont été relevées sur 100 rotations d'outil au milieu des plaques. Cependant, de gros bruits ont été observés sur l'axe z. Cela se manifeste par d'importantes dérives de la force lors de chaque passe (Figure 3.19). Selon Bérubé et Delahaigue (Bérubé, 2014) (Delahaigue, 2015), l'outil utilisé dans cette étude ne génère que très peu de force axiale (angle d'hélice nul). Ainsi, cette section présente les composantes de force d'avance et tangentielles. Toutes les forces ont été relevées sur 100 rotations d'outils au milieu des plaques usinées.

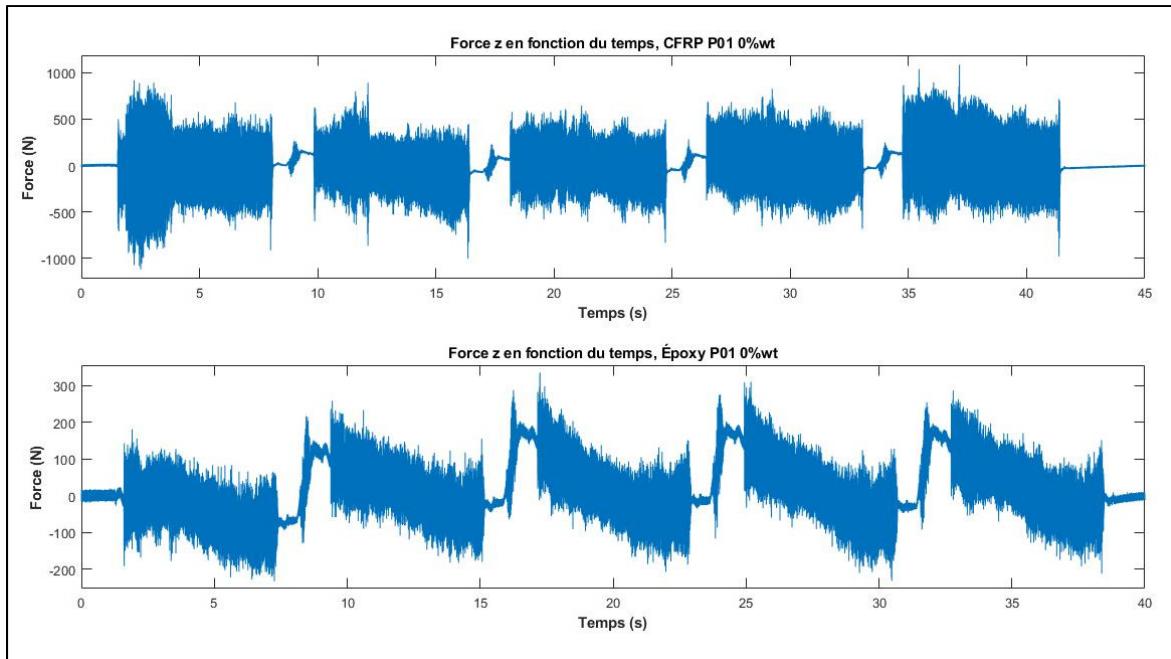


Figure 3.19 Force Z en fonction du temps

✚ Plaques en époxy

Les forces d'avance relevées sont très basses, quelle que soit la concentration en graphène (Figure 3.20). Ces valeurs sont proches de la précision de la table dynamométrique. Il est difficile avec de telles valeurs de dégager une influence du graphène sur les forces.

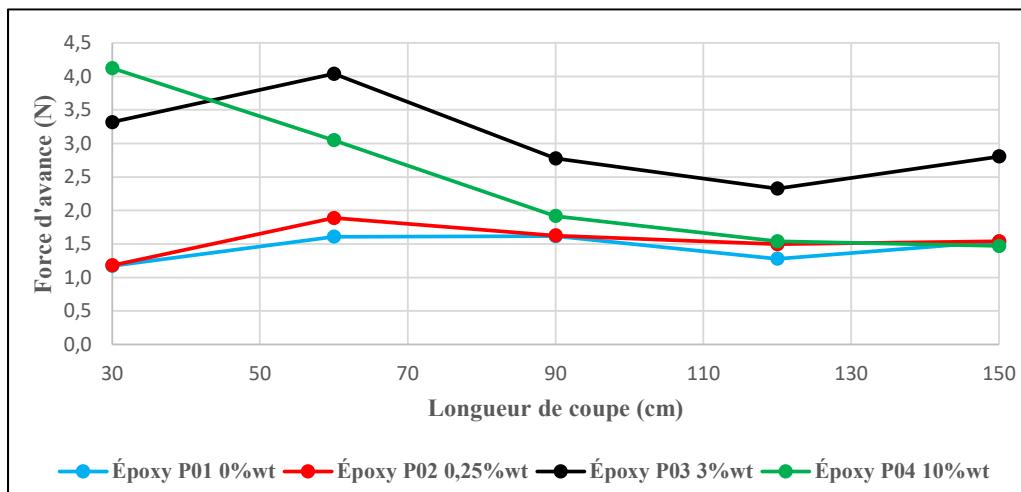


Figure 3.20 Force d'avance moyenne sur 1000 rotations d'outil en fonction des passes (époxy)

Concernant les forces tangentielles (Figure 3.21), les forces relevées sont pour certaines plus élevées que les forces d'avance. Néanmoins, une tendance se dégage ; plus la concentration en graphène augmente, plus les forces tangentielles augmentent.

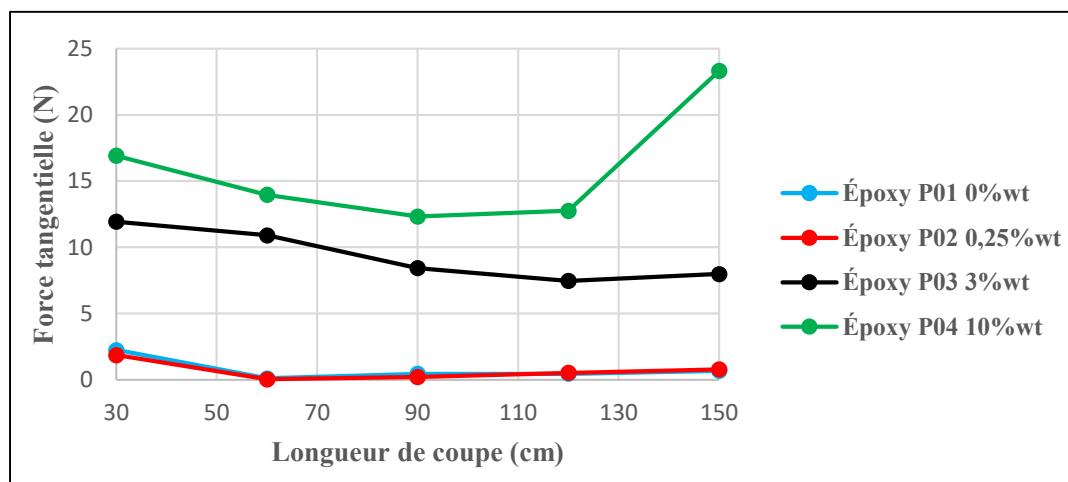


Figure 3.21 Force tangentielle moyenne sur 100 rotations d'outil en fonction des passes (époxy)

La Figure 3.22 ci-dessous confirme que pour toutes les concentrations de graphène les forces d'avance sont non significatives, tout comme les forces tangentielles pour les concentrations de 0%wt et 0,25%wt. En revanche, les forces tangentielles augmentent avec le pourcentage de graphène pour les concentrations de 3%wt et 10%wt.

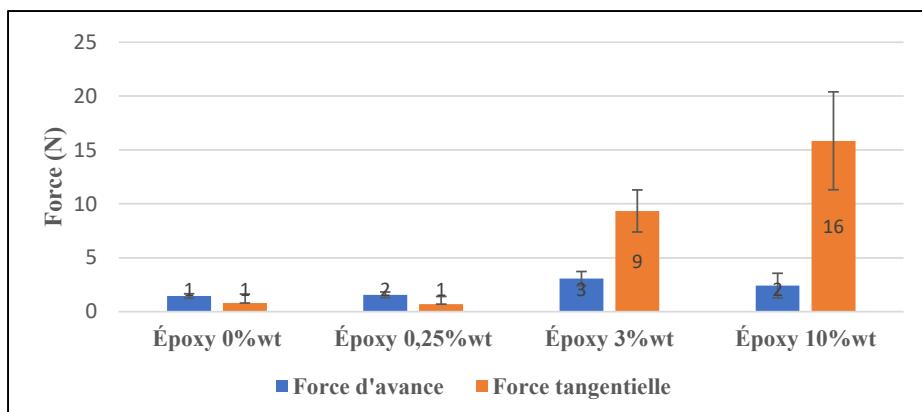


Figure 3.22 Force d'avance et force tangentielle moyenne sur 100 rotations d'outil en fonction des passes (Époxy)

✚ Plaques en CFRP

Comme attendu, les forces d'avance au sein des CFRP sont bien plus élevées (Figure 3.23). En revanche, on peut facilement constater que plus la concentration en graphène est élevée, plus les forces sont faibles. Ici, la plaque contenant 3%wt de graphène a une force d'avance bien en dessous des deux autres concentrations. Lors de la première passe d'usinage (30 centimètres de longueur de coupe), la différence entre P01 0%wt et P03 3%wt est de 70 newtons pour finir à 50 newtons lors de la dernière passe (150 cm de longueur de coupe). Les tendances sont opposées à celle de la température, puisqu'on avait vu que plus la concentration de graphène est élevée, plus les températures le sont (Figure 3.7). On peut également constater que la force d'avance augmente avec la longueur de coupe ce qui est normal, car l'usure de l'outil de coupe et la température augmentent (Teti, 2002).

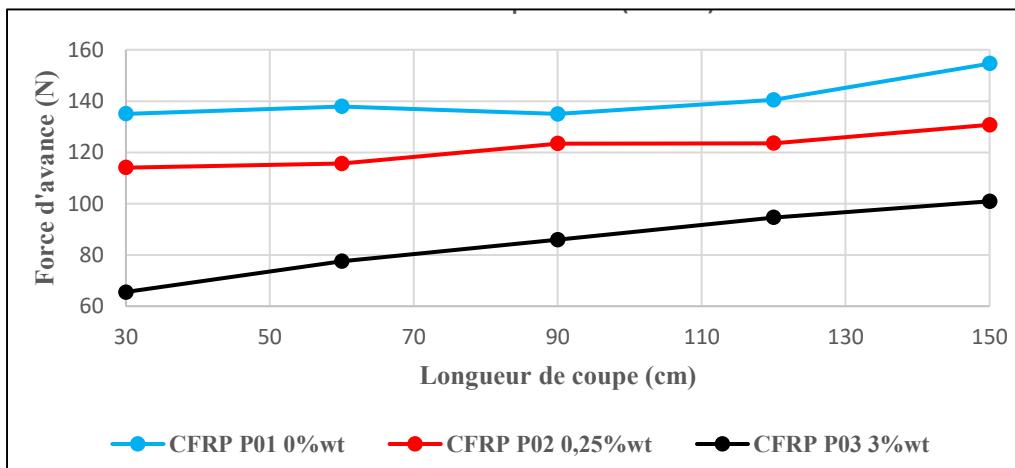


Figure 3.23 Force d'avance moyenne sur 1000 rotations d'outil en fonction des passes (CFRP)

En ce qui concerne les forces tangentielles (Figure 3.24), nous trouvons des tendances opposées à celles des forces d'avance. Cette fois-ci, plus la concentration en graphène est importante, plus les forces tangentielles le sont, exactement comme avec l'époxy (Figure 3.21).

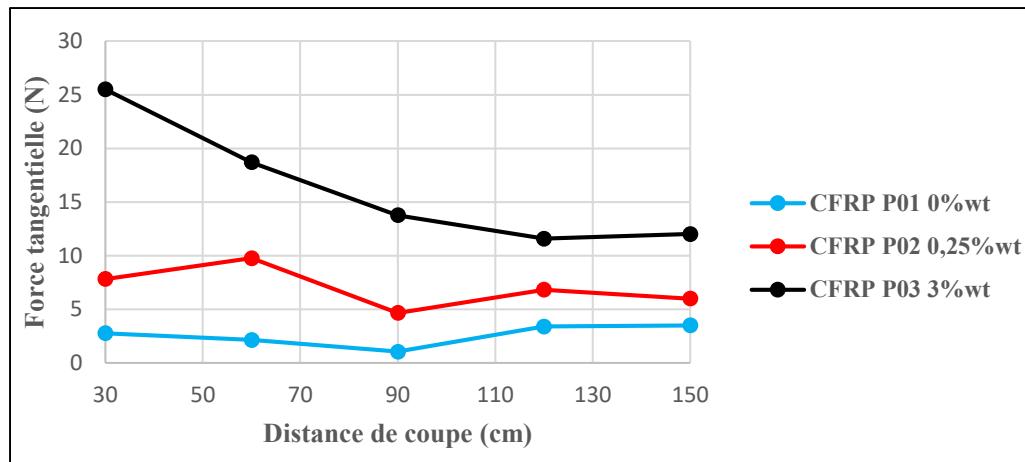


Figure 3.24 Force tangentielle moyenne sur 100 rotations d'outil en fonction des passes (CFRP)

En faisant la moyenne des forces de coupe par concentration de graphène des mesures précédentes (Figure 3.23 et Figure 3.24), la Figure 3.25 est obtenue. La force d'avance décroît nettement avec le pourcentage de graphène. L'écart le plus important est obtenu entre 0 et 3 %wt de graphène où une diminution de 40% est observée. Les forces tangentielles sont bien moins élevées que les forces d'avance, mais elles semblent bien augmenter avec le pourcentage de graphène. À noter que la première concentration a une force tangentielle très faible, de l'ordre de la précision de la table dynamométrique. Son relevé n'est donc pas précis.

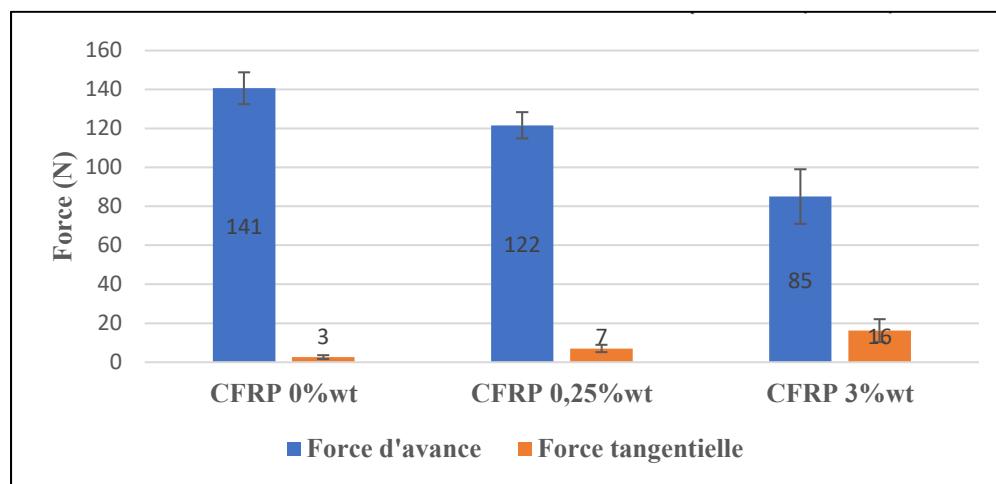


Figure 3.25 Force d'avance et force tangentielle moyenne sur 100 rotations d'outil en fonction des passes (CFRP)

3.5 Usure d'outil

Comme envisagé, l'usinage des plaques en époxy n'a causé aucune usure apparente. L'usure de l'outil PCD utilisé n'a pas subi d'usure anormale ou de défaut lors de l'usinage des plaques en CFRP comme en atteste la face de coupe (Figure 3.26 a). On peut y observer une légère décoloration sur la hauteur de la double flèche qui correspond à une usure légère (Figure 3.26 a). Concernant les plaques en CFRP, l'usure n'a été visible que lors de la dernière plaque usinée sans être très marquée. L'usure en dépouille V_B des deux flûtes est de 50 et 51 micromètres, c'est ce qui est situé entre les flèches à la Figure 3.26 b).

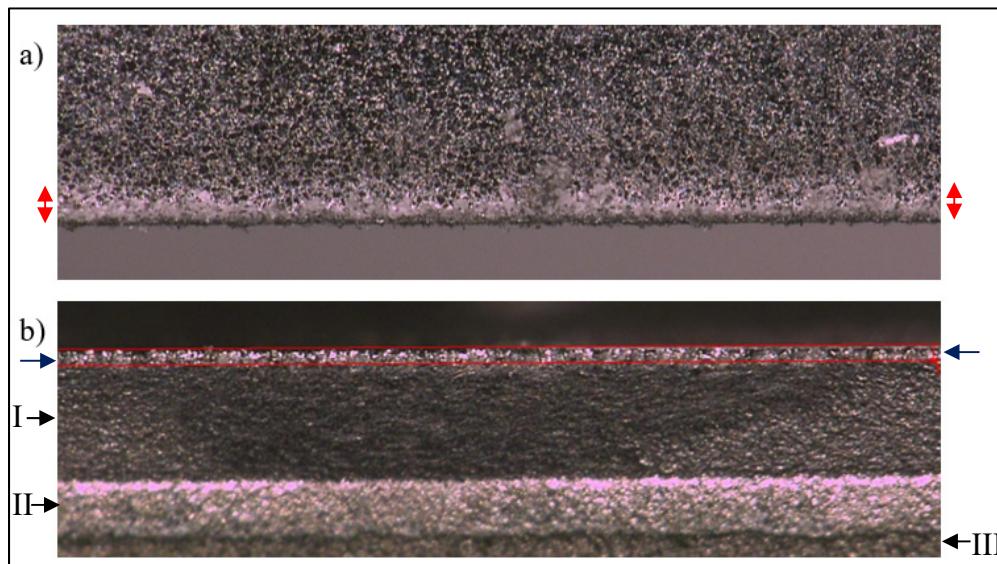


Figure 3.26 Usure de l'outil, dernier usinage CFRP 0%wt, grossissement 100x, a) face de coupe, b) face de dépouille 50 μ m d'usure

L'usure constatée en face de dépouille est uniforme et bien inférieure au critère de fin de vie de l'outil V_B qui est de 0,3 millimètre. Sur la Figure 3.26 b, nous pouvons distinguer le revêtement PCD (I), l'interface PCD outil (II) et la partie métallique de l'outil (III).

3.6 Rugosité

La rugosité a été relevée uniquement sur les plaques en CFRP, au milieu de chaque échantillon de passe et sur la face en opposition comme expliqué précédemment à la Figure 2.3 (section 2.1). Une fois les mesures regroupées, nous obtenons la Figure 3.27 ci-dessous. La rugosité a tendance à augmenter avec la longueur de coupe.

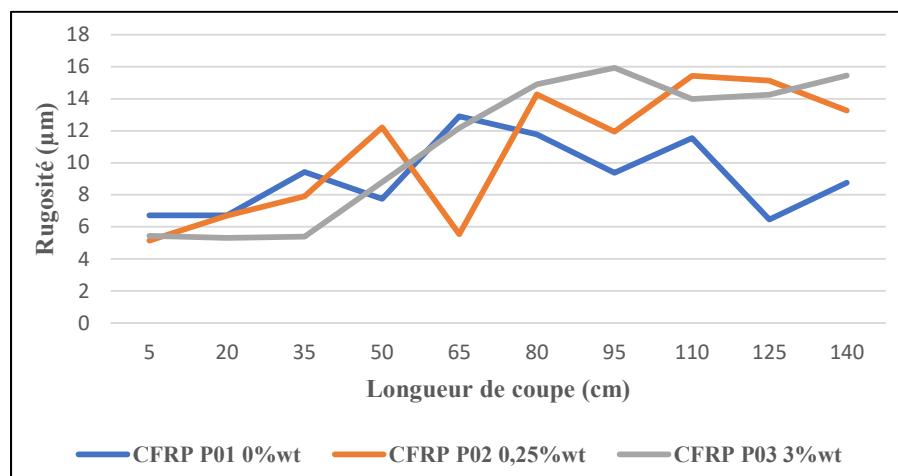


Figure 3.27 Rugosité en fonction de la longueur de coupe

Les longueurs de coupe semblent néanmoins trop courtes pour confirmer cette tendance et dégager plus d'information. Aucune brûlure de matrice n'a été observée sur les CFRP au niveau de la zone de coupe. Les paramètres du profilomètre (Mitutoyo SJ-410) utilisé ont été sélectionnés en accord avec la norme ISO 4284-1997 détaillée dans le Tableau 3.4 ci-dessous.

Tableau 3.4 Réglages du profilomètre

Paramètre	Ra
Longueur d'échantillonnage	2,5 mm
Longueur d'onde limite (L_c)	2,5 mm / 8 mm
Nombre de mesures	8 / 3
Longueur d'évaluation	20 mm / 24 mm
Nombre de points	4000 / 4800

CONCLUSION

Cette étude a eu pour but d'étudier les effets du graphène lors de l'usinage sur la température de coupe. Pour mener à bien ce projet, une première investigation a été menée avec de la résine époxy modifiée, sans renfort, afin de voir le mieux possible l'effet du graphène. Une deuxième investigation s'est portée cette fois sur les CFRP, qui reflète au mieux les conditions finales d'utilisation. L'ensemble des résultats des expériences a permis d'arriver aux conclusions suivantes :

- La méthode de fabrication développée pour l'élaboration des CFRP donne des résultats très satisfaisants avec une bonne répétabilité. Le traitement d'image par l'apprentissage automatique, soit l'algorithme exploitant la segmentation d'image et la classification supervisée, du composite semble une bonne méthode pour mesurer le taux de vide.
- Les températures de coupe augmentent avec la concentration en graphène, autant pour les plaques en époxy que pour celles en CFRP.
- Les températures de la zone de coupe des plaques en CFRP relevées par la caméra thermique montrent bien une diminution avec l'augmentation de la concentration de graphène. En effet, les températures les plus basses ont été observées avec 3%wt. En revanche, pour les plaques en résine, les observations n'ont pu être concluantes dû aux copeaux obstruant la lentille.
- Le graphène dans les plaques CFRP fait donc diminuer la température dans la zone de coupe et augmente la température de l'outil. Le graphène influence donc le transfert de chaleur entre les CFRP et l'outil. Avoir la température de la zone de coupe est donc une information importante à traiter.
- Pour les CFRP, la force d'avance diminue nettement contrairement aux forces tangentialles qui tendent à augmenter avec l'augmentation en pourcentage du graphène. Cependant les forces d'avance sont bien plus élevées que les forces tangentialles.
- Pour les nanocomposites, la force d'avance est restée insignifiante quel que soit le pourcentage de graphène. Il en est de même pour les forces d'avance avec les concentrations de 0%wt et 0,25 %wt. Avec les concentrations de 3%wt et de 10 %wt, les forces tangentialles croissent avec le pourcentage de graphène.

- ✚ L'outil PCD n'a pas subi trop d'usure lors de l'usinage des CFRP ; pour une distance de coupe totale de quatre mètres cinquante, une usure totale de cinquante micromètres a pu être relevée. En revanche, comme attendu, aucune usure n'a pu être observée sur la zone de coupe de l'outil lors de l'usinage des plaques en résine modifiée pour une distance de coupe cumulée de six mètres.
- ✚ La rugosité des CFRP semble bien augmenter avec la distance de coupe.

En somme cette étude a permis de mettre en évidence les effets du graphène, notamment sur la température des plaques en CFRP. Malgré une augmentation de la température de l'outil avec la concentration de graphène, le contraire est observé sur la zone de coupe. Avec la plus grande concentration en graphène (3 %wt), la température la plus basse a été observée. De plus, une nette diminution des forces d'avance avec présence du graphène a pu être constatée. Cela montre bien l'intérêt que l'on peut apporter au graphène qui permet d'éliminer la chaleur générée dans l'usinage via l'outil et les copeaux. Ainsi la zone de coupe est exposée à des températures moins élevées, ce qui permet de diminuer les endommagements thermiques.

Cette étude a également innové autant du point de vue fabrication des échantillons que de leur usinage.

Concernant la fabrication des matériaux, mentionnons :

- ✚ Le développement d'une approche de mise œuvre des plaques CFRP afin de garantir d'une part une distribution homogène du graphène au sein du matériau, et d'autre part une répétabilité associée aux facteurs décrivant le comportement mécanique des matériaux composites (taux de fibres et taux de vide).
- ✚ L'utilisation d'une approche d'apprentissage automatisé pour calculer le taux de vide.

Concernant l'usinage des plaques, mentionnons :

- ✚ La mise en place et l'utilisation d'une caméra thermique au sein du centre d'usinage
- ✚ La conception de la table d'usinage pour permettre de nombreuses cinématiques afin d'élargir les possibilités d'expérimentation.

Pour conclure, le graphène influe sur la température de manière significative durant l'usinage. En effet, il tend à transférer plus de chaleur à l'outil tout en augmentant la dissipation thermique des matériaux. De plus, le graphène a montré une influence significative sur la réduction des efforts de coupe. En revanche, son impact sur la durée de vie de l'outil n'a pas pu être constaté. Cependant, l'outil de coupe PCD a eu une usure très uniforme et aucune dégradation anormale n'a été remarquée, ce qui est un bon présage. De même pour la rugosité du matériau usiné, au travers de cette étude, il n'a pas été possible de mettre en évidence l'effet du graphène, car la distance de coupe s'est avérée trop petite avec une usure d'outil relativement faible. La rugosité a donc un comportement plutôt aléatoire. Pour ces deux derniers points, augmenter la distance de coupe devrait permettre de tirer d'avantages d'informations.

Enfin, d'autres investigations devront être menées pour confirmer ces résultats et trouver plus précisément les pourcentages de graphène les mieux adaptés combinant les meilleurs résultats d'un point de vue d'usinage et mécanique.

RECOMMANDATIONS

Ce travail de recherche s'inscrit dans une démarche de l'amélioration de l'usinabilité des CFRP avec du graphène comme charge. Les résultats concluants obtenus nécessitent d'être approfondis. Voici une liste non exhaustive des axes à approfondir regroupés en trois catégories :

Amélioration du procédé :

- Envisager une collaboration avec le centre de développement des composites du Québec (CDCQ) pour fabriquer du préimprégné avec du graphène et/ou perfectionner la RTM. Cela permettra d'être au plus près des techniques industrielles pour une future industrialisation, mais également fabriquer des stratifiés plus facilement et plus rapidement.
- Augmenter encore la dispersion et diminuer la taille du graphène tout en amoindrissant les agglomérations au sein de la résine à l'aide de solvants ou de tensioactifs, cela permettrait possiblement d'exploiter au maximum les atouts du graphène
- Afin d'améliorer davantage l'homogénéité des plaques en CFRP, une augmentation de la pression sous la presse pour garantir une épaisseur plus uniforme pourrait s'avérer intéressante à tester. Cela nécessiterait l'utilisation de moules métalliques.

Analyse :

- Le calcul du taux de vide a été fait numériquement avec un grossissement de 50x. Pour augmenter la précision de ce taux et avoir le taux de fibre et le taux de matrice, un grossissement d'au moins 100x est nécessaire et peut s'avérer très intéressant.
- Utilisation du microscope confocal pour avoir plus de données pour la rugosité et une estimation de la surface et avoir de meilleurs résultats.

- Mesurer la conductivité thermique des CFRP pour élaborer un modèle numérique sur la dissipation d'énergie puis de valider celui-ci expérimentalement.

Usinage

- Le montage utilisé lors de l'usinage ne permet pas de faire de longues coupes dans la matière de manière ininterrompue, car les thermocouples ne tiendront pas. Or, faire de très longues coupes permettrait de mieux caractériser l'outil, les forces et la température de coupe ainsi que la rugosité. La caméra thermique a prouvé que son utilisation est viable. Seuls des ajustements du montage actuel doivent être menés, notamment sur le système d'aspiration afin d'éviter toute obstruction de la caméra thermique avec les copeaux pour garantir des mesures précises et fiables. Il sera ainsi possible de réaliser de longues coupes.

ANNEXE I

DÉMONSTRATIONS DE DIVERS CALCULS POUR LA CONCEPTION DES COMPOSITES

I.1 Démonstration pourcentage graphène

Dans cette section, trois démonstrations vont se succéder en fonction de ce que l'on cherche comme variables. On a toujours les variables suivantes :

- M_t : Masse totale [M],
- M_r : Masse résine [M],
- M_d : Masse durcisseur [M],
- M_g : Masse graphène [M],
- $M_{r,g}$: Masse résine avec du graphène [M].

On a les relations suivantes :

$$M_t = M_r + M_d + M_g \text{ avec } \begin{cases} M_{r,g} = M_r + M_g \\ M_d = 0,18 \cdot M_r \\ M_g = \%_{wt,g} \cdot M_t \end{cases} \quad (\text{A I-1})$$

I.1.1 Calculs des masses en fonction de M_r

Permet de calculer les différentes masses possibles en ne connaissant uniquement la masse de résine (M_r) initiale, typiquement, connaître la masse de graphène à mettre en fonction de la masse totale (M_t) et non la masse de résine (M_r). De plus on peut savoir toutes les masses que nous avons initialement et voir les pertes que l'on peut avoir durant les différentes étapes (mélange, transvasement, etc).

On connaît M_r , soit :

$$M_t = M_r + 0,18 \cdot M_r + \%_{wt,g} \cdot M_t$$

$$M_t = \frac{1,18 \cdot M_r}{1 - \%_{wt,g}}$$

(A I-2)

Ainsi,

$$M_g = \%_{wt,g} \cdot M_t$$

$$M_g = \frac{1,18 \cdot M_r \cdot \%_{wt,g}}{1 - \%_{wt,g}}$$

(A I-3)

I.1.2 Calculs des masses en fonction de $M_{r,g}$

Permet de calculer les différentes masses possibles lorsque l'on connaît la masse résine/graphène ($M_{r,g}$), typiquement, une fois le dégazage fait, juste avant l'ajout du durcisseur.

On connaît ($M_{r,g}$).

Soit,

$$\begin{aligned} M_t &= M_{r,g} - M_g + 0,18M_r + M_g \\ &= M_{r,g} + 0,18(M_{r,g} - M_g) \\ &= 1,18M_{r,g} - 0,18\%_{wt,g}M_t \end{aligned} \quad (A I-4)$$

$$M_t = \frac{1,18M_{r,g}}{1 + 0,18\%_{wt,g}}$$

Donc,

$$M_g = \%_{wt,g} M_t$$

$$M_g = \%_{wt,g} \cdot \frac{1,18 M_{r,g}}{1 + 0,18 \%_{wt,g}}$$

(A I-5)

Et,

$$M_r = M_{r,g} - M_g$$

$$= M_{r,g} - \%_{wt,g} \frac{1,18 M_{r,g}}{1 + 0,18 \%_{wt,g}}$$
(A I-6)

$$M_r = M_{r,g} \cdot \left(1 - \frac{\%_{wt,g} \cdot 1,18}{1 + 0,18 \%_{wt,g}} \right)$$

Ainsi,

$$M_d = 0,18 \cdot M_r$$

$$M_d = 0,18 \cdot M_{r,g} \cdot \left(1 - \frac{\%_{wt,g} \cdot 1,18}{1 + 0,18 \%_{wt,g}} \right)$$

(A I-7)

I.1.3 Calcul des masses en fonction de M_t

Cette sous-section fait la démonstration pour calculer les différentes masses possibles lorsque l'on connaît la masse totale (M_t). Cela permet de pouvoir décrire parfaitement la composition de nos plaques une fois celles-ci réalisées.

On connaît M_t .

Soit,

$$\begin{aligned}
 M_r &= M_t - M_d - M_g \\
 &= M_t - 0,18 \cdot M_r - M_t \cdot \%_{wt,g} \\
 M_r &= M_t \cdot \frac{1 - \%_{wt,g}}{1,18}
 \end{aligned} \tag{A I-8}$$

Et,

$$\begin{aligned}
 M_d &= 0,18 \cdot M_r \\
 M_d &= 0,18 \cdot M_t \cdot \frac{1 - \%_{wt,g}}{1,18}
 \end{aligned} \tag{A I-9}$$

Et de manière immédiate,

$$M_g = \%_{wt,g} \cdot M_t \tag{A I-10}$$

I.2 Démonstration, calcul du taux de fibres (v_f) avec l'épaisseur (e)

On cherche à déterminer le taux de fibres (v_f) avec l'épaisseur (e).

Les variables sont :

v_f : Taux volumique de fibre (ce que l'on cherche) [%];

W_f : Masse des fibres [M];

ρ_f : Masse volumique des fibres [$M \cdot L^{-3}$];

σ_f : Masse surfacique des fibres [$M \cdot L^{-2}$];

nb_{plis} : Nombre de plis considérés [\emptyset]

On a les relations suivantes :

$$v_f = \frac{V_f}{V_c} \text{ avec } \begin{cases} V_f = \frac{W_f}{\rho_f} \\ W_f = \sigma_f \cdot S_f \cdot nb_{plis} \\ V_c = S_f \cdot e \end{cases} \tag{A I-11}$$

Ainsi,

$$\begin{aligned}
 v_f &= \frac{W_f}{S_f \cdot e \cdot \rho_f} \\
 &= \frac{\sigma_f \cdot S_f \cdot n b_{plis}}{S_f \cdot e \cdot \rho_f} \\
 v_f &= \boxed{\frac{\sigma_f \cdot n b_{plis}}{e \cdot \rho_f}}
 \end{aligned} \tag{A I-12}$$

I.3 Démonstration, calcul de la masse de résine à utiliser pour le moulage contact

On cherche la masse de résine W_m . Les variables sont:

W_m : Masse de la résine (ce que l'on cherche) [M];

W_f : Masse des fibres [M];

W_c : Masse du composite [M];

W_m : taux massique de la résine [%];

w_f : taux massique de fibres [%];

v_m : taux de résine volumique [%];

v_f : taux de fibres volumique (calculé précédemment, voir I.2) [%];

ρ_f : Masse volumique des fibres [$M \cdot L^{-3}$];

ρ_m : Masse volumique de la résine [$M \cdot L^{-3}$].

On a les relations suivantes :

$$w_m = \frac{W_m}{W_c} \Rightarrow W_m = w_m \cdot W_c \text{ avec } \left\{ \begin{array}{l} w_m = v_m \cdot \frac{\rho_m}{\rho_c} \\ W_c = \frac{W_f}{w_f} \\ w_f = v_f \cdot \frac{\rho_f}{\rho_c} \\ \rho_c = \rho_f \cdot v_f + \rho_m \cdot v_m \\ v_m = 1 - v_f \end{array} \right. \tag{A I-13}$$

Ainsi,

$$\begin{aligned}
 W_m &= v_m \cdot \frac{\rho_m}{\rho_c} \cdot \frac{W_f}{w_f} \\
 &= (1 - v_f) \cdot \frac{\rho_m}{\rho_c} \cdot W_f \cdot \frac{\rho_c}{v_f \rho_f} \\
 W_m &= W_f \cdot \frac{(1 - v_f)}{v_f} \cdot \frac{\rho_m}{\rho_f}
 \end{aligned} \tag{A I-14}$$

En prenant en compte v_f calculé par l'épaisseur e (section I.2),

$$v_f = \frac{\sigma_f \cdot nb_{plis}}{e \cdot \rho_f} \tag{A I-15}$$

On a donc :

$$\begin{aligned}
 W_m &= W_f \cdot \frac{(1 - v_f)}{v_f} \cdot \frac{\rho_m}{\rho_f} \\
 &= (1 - \frac{\sigma_f \cdot nb_{plis}}{e \cdot \rho_f}) \cdot \frac{\rho_m}{\rho_c} \cdot W_f \cdot \frac{\rho_c}{\frac{\sigma_f \cdot nb_{plis}}{e \cdot \rho_f} \cdot \rho_f} \\
 &= \frac{(e \cdot \rho_f - \sigma_f \cdot nb_{plis})}{e \cdot \rho_f} \cdot \frac{\rho_m \cdot W_f}{\sigma_f \cdot nb_{plis}} \cdot e \\
 &= (e \cdot \rho_f - \sigma_f \cdot nb_{plis}) \cdot \frac{\rho_m}{\rho_f} \frac{e \cdot nb_{plis}}{e \cdot nb_{plis}}
 \end{aligned} \tag{A I-16}$$

$$W_m = (e \cdot \rho_f - \sigma_f \cdot nb_{plis}) \cdot \frac{\rho_m}{\rho_f} \cdot S_f$$

Si l'on veut par plis la quantité de résine, il faut diviser la masse finale de résine (W_m) par le nombre de plis (nb_{plis}), soit :

$$W_{m/plis} = W_m \cdot \frac{1}{nb_{plis}}$$

$$W_{m/plis} = (e \cdot \rho_f - \sigma_f \cdot nb_{plis}) \cdot \frac{\rho_m}{\rho_f} \cdot S_f \cdot \frac{1}{nb_{plis}}$$

(A I-17)

ANNEXE II

PROTOCOLE EXPÉRIMENTAL D'USINAGE : CFRP

But :

Étudier la température de coupe et l'usure d'outil lors de l'usinage de plaques comportant différente la proportion de graphène.

Ainsi il sera possible de répondre aux questions suivantes :

Est-ce qu'il y a des effets bénéfiques, la longueur de coupe est-elle plus importante, la température évolue-t-elle de la même manière, la température maximale observée est-elle la même ? Comment se comporte la rugosité ? Comment évolue l'usure d'outil.

La distance maximale estimée lors de la coupe et de quelque dizaine de mètres. Un outil sera considéré comme inutilisable lorsqu'il atteindra une usure de 0,3 millimètre. Théoriquement nous devrons observer trois fenêtres d'usure (Figure-A II-1) :

1. Au début, l'usure d'outil augmente assez rapidement (période de rodage, fenêtre 1, Figure-A II-1).
2. Après cette période, l'usure doit augmenter progressivement selon une pente relativement faible (fenêtre 2, Figure-A II-1).
3. Au-delà de cette zone, l'usure augmente drastiquement.

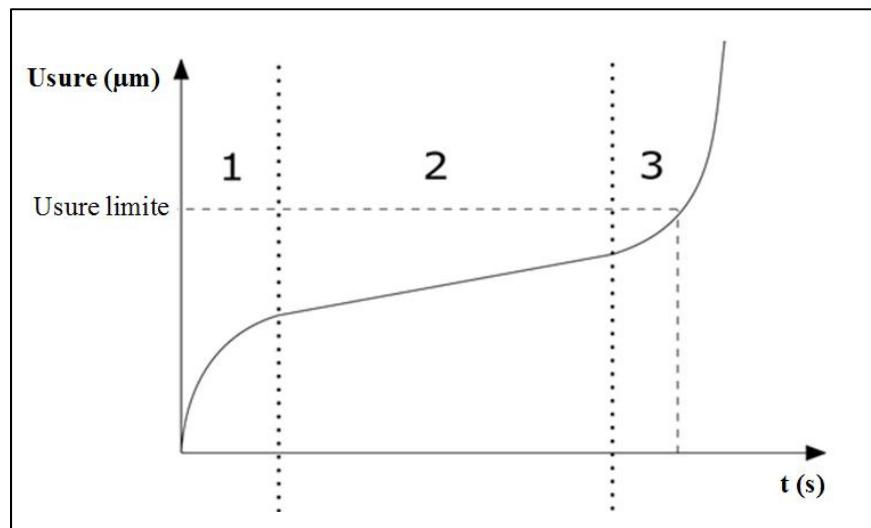


Figure-A II-1 Courbe usuelle de l'usure d'outil en fonction du temps d'utilisation

L'allure des courbes de ces trois fenêtres dépend principalement du type d'outil, des paramètres de coupe et de la matière usinée.

Protocole expérimental :

Le plan expérimental est le suivant (Tableau-A II-1) :

Tableau-A II-1 Plan expérimental

N°plaque	Graphène (%wt)
1	0
2	0,25
3	3

L'outil usine les différentes plaques CFRP uniquement sur la région de coupe 1 (Figure-A II-2). Ce montage permet d'épargner les thermocouples et de garantir normalement leur bonfonctionnement jusqu'à la fin des tests. L'interprétation des températures sera plus aisée, car toutes les plaques seront usinées sur la même région de coupe malgré que l'usure d'outil augmente. Cependant on pourra négliger ce facteur car l'outil usine trop peu de matière.

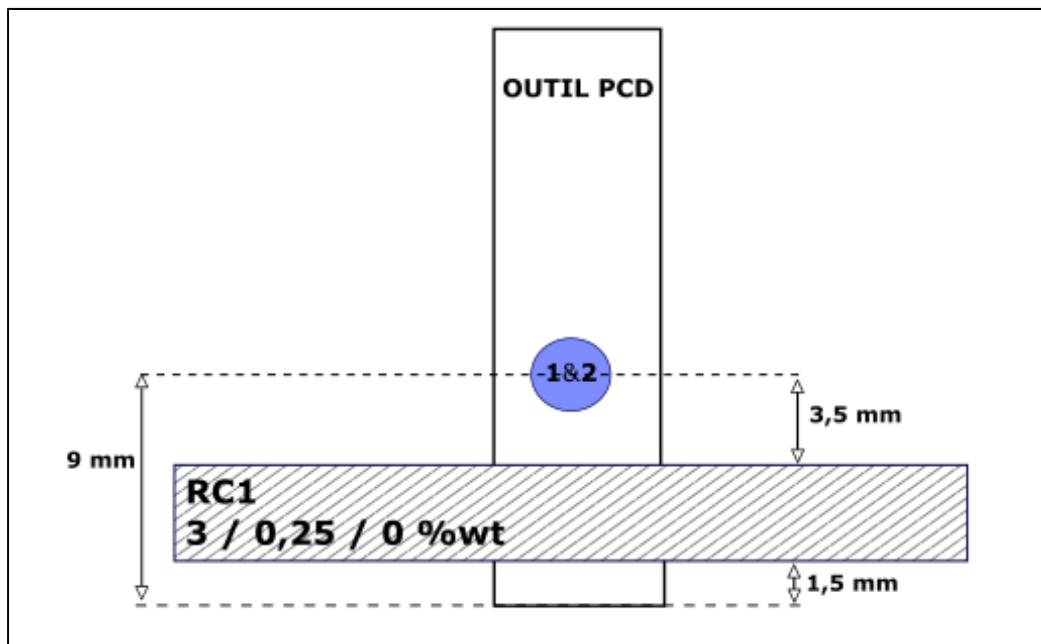


Figure-A II-2 Montage de l'outil, longue coupe

L'ordre de passage est 3, 0,25 et 0%wt (Figure-A II-2). Cet ordre permet de maximiser nos chances de marquer une différence nette entre nos plaques.

Par la suite, les analyses suivantes seront faites :

- ✚ La rugosité en opposition (meilleurs résultats) sera relevée au milieu de chaque passe, cela fait donc 5 relevés. Cette rugosité risque de beaucoup varier, car avec une telle distance, la température va monter jusqu'à de plus hautes températures et donc potentiellement affecter plus le matériau ;
- ✚ Une étude des forces sera également menée ;
- ✚ L'usure d'outil sera relevée à la fin de chaque usinage de plaque.

L'outil utilisé aura déjà été utilisé auparavant sur la région de coupe 2 lors de l'usinage des plaques en résine modifiées (Figure-A II-3).

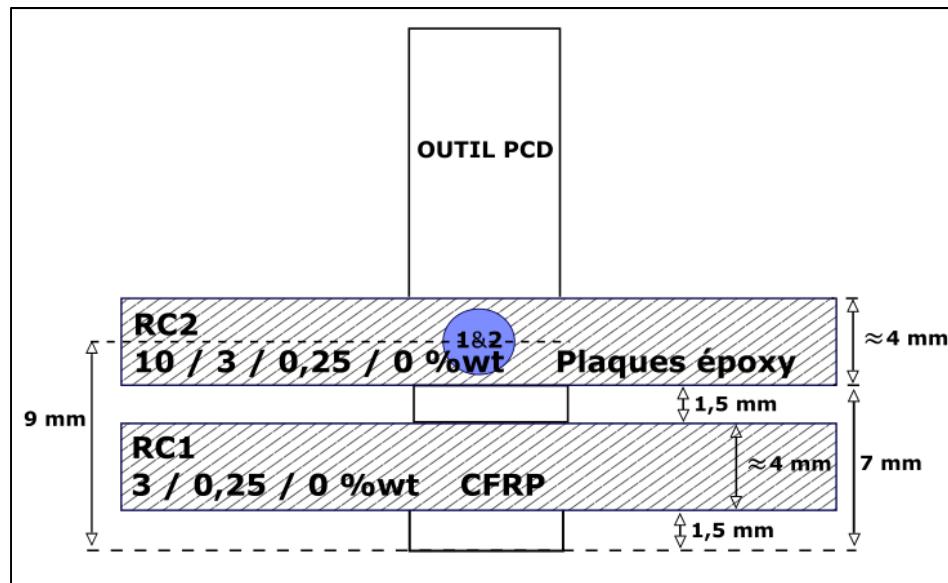


Figure-A II-3 Utilisation de l'outil PCD

Nota bene : Pour palier à l'incertitude des températures relevées par les thermocouples en utilisant uniquement un outil, l'usage de la caméra thermique sera très intéressant pour mesurer la température entre l'interface outil / CFRP. La longueur de coupe de l'outil est de 19 millimètres.

Montage des plaques dans le centre d'usinage :

Le montage utilisé sera monté sur la table dynamométrique Kysthler (Figure-A II-4). Les plaques de CFRP unidirectionnelles seront fixées sur cette installation de façon à usiner à 90 degrés les fibres.

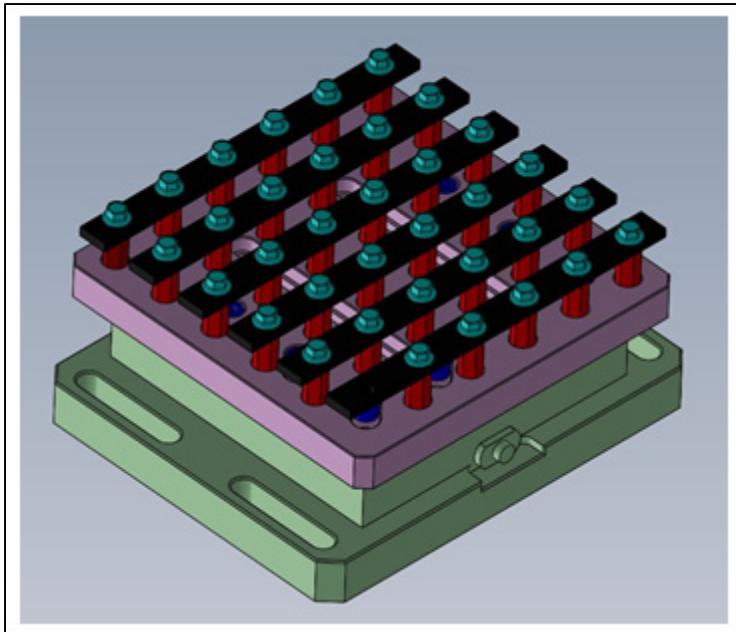


Figure-A II-4 Montage utilisé
Tirée de Essaghir (2020)

L'outil parcours les cinq passes qu'offre ce montage ainsi nous pouvons effectuer :

$$305^* \times 5^{**} = 1525 \text{ millimètres} \quad (A \text{ II-1})$$

$\approx 1,6 \text{ mètres de coupe}$

*largeur des plaques, **cinq passes possibles avec ce montage.

Paramètres de coupe :

Lorsque la broche est équipée du système d'acquisition de température, on ne peut pas dépasser les 12 000 RPM. Or, avec l'outil PCD utilisé d'un diamètre de 3/8 de pouces (9,525 millimètres, d_{outil}) et les paramètres de coupe optimaux, nous les dépassons.

- Paramètres de coupe optimaux :
 - Avance par tour $V_f = 0,254 \text{ mm.rev}^{-1}$,
 - Vitesse de coupe $V_c = 400 \text{ m.min}^{-1}$
- $$\Rightarrow RPM = 13\,367 \text{ tr.min}^{-1}.$$

Or,

$$RPM = \frac{V_c \cdot 1000}{\pi \cdot d_{outil}} \quad (\text{A II-2})$$

La vitesse de coupe est donc revue à la baisse (A II-2). Une rotation de broche à 11 900 tr.min^{-1} est tolérable. Cela permet d'avoir une marge de sécurité acceptable.

Ainsi on a :

- Paramètres de coupe finaux :
 - Avance par tour $V_f = 0,254 \text{ mm.rev}^{-1}$,
 - Vitesse de coupe $V_c = 356 \text{ m.min}^{-1}$
- $$\Rightarrow RPM = 11\,900 \text{ tr.min}^{-1}$$

Nota bene : Si l'utilisation de la caméra thermique est possible, elle pourra compléter les données des thermocouples. Il peut être envisageable dans un futur de retirer les thermocouples et de pouvoir utiliser les paramètres de coupe exacte.

Fréquence d'échantillonnage :

La fréquence d'échantillonnage se fera à 48 kHz, soit le maximum disponible.

Avec les paramètres de coupe retenus, l'outil parcourt $3022,6 \text{ mm.min}^{-1}$. Il faut donc 32 secondes d'enregistrement minimum pour couvrir les 1,6 mètre de coupe vue précédemment

(A II-1. Enregistrement possible des données jusqu'à 50 secondes, essayer de viser 45 secondes pour éviter tout problème.

Estimation du temps :

Il y aura trois passes à effectuer avec un relevé d'usure entre chaque plaque. Chaque essai a un temps d'usinage propre de 45 secondes maximales, mais pour d'éventuels imprévus, réserver la machine pour une demi-journée. Prévoir un temps pour l'installation de l'outil qui est équipé de thermocouples.

Récapitulatif :

- Longues coupes (nouveau damier) ;
- Relevé de la température et des forces et de l'émission acoustique sur de longues distances ;
- Relevé de l'usure d'outil entre chaque plaque ;
- 4 plaques $\approx 12 \times 12$ pouces x 4mm.
- Matériel utilisé :
 - Porte-outil relevé de température;
 - Table dynamométrique Kystler;
 - Capteur émissions acoustiques;
 - Caméra thermique;
 - Profilomètre.

Les capteurs émissions acoustiques sont monté (vis M6) à l'arrière des plaques gauche CFRP, au milieu des vis hexagonales comme montré sur la figure ci-dessous (Figure-A II-5).

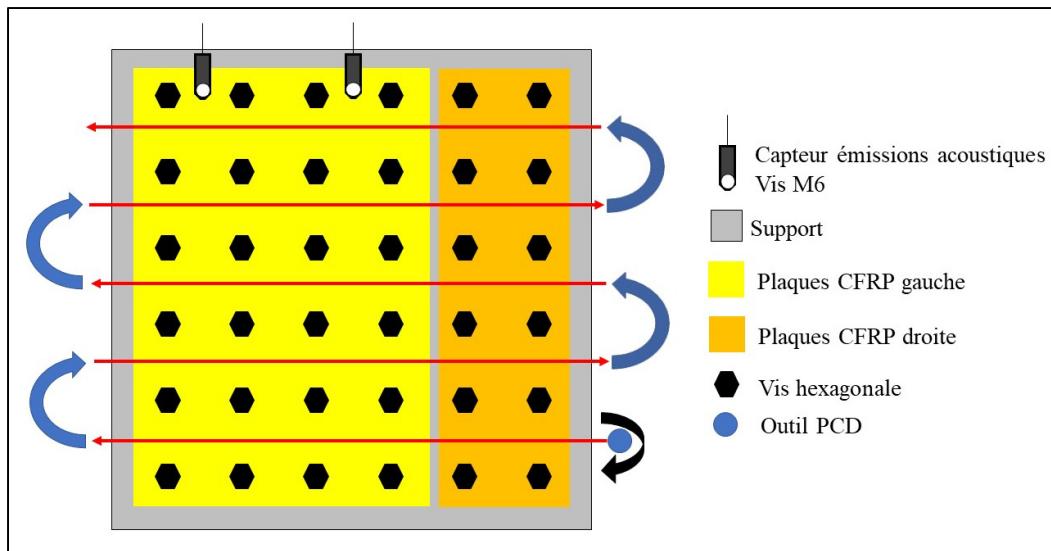


Figure-A II-5 Montage des capteurs émissions acoustiques

Nomenclature :

La nomenclature des différents fichiers suit la forme suivante :

- Acquisitions des données et usure d'outil (Tableau-A II-2) :

Tableau-A II-2 Exemple de nomenclature pour l'acquisition, avec la plaque 1

Acquisitions	Usure des outils	
data_P01_Lc_CFRP	P01_Lc_CFRP_Th1	_D_X_n _Fc_X_n
	P01_Lc_CFRP_Th2	_D_X_n _Fc_X_n

Numéro de plaque P0 (1-3) / Longue coupe Lc CFRP / Thermocouple Th (1-2) / Dépouille D, Face de coupe Fc / Grossissement X / Numéro photo n

- Numérotation des échantillons :

Numéro de plaque P0 (1-3) / Longue coupe Lc (1-5) / Up(U), Down(D)
Fiches nomenclatures ci-dessous.

Date :

Usinage CFRP**Plaque n°: 1 Graphène (%wt) : 0****Paramètres de coupe :**

Vitesse de coupe : 356 m/min Avance par révolution : 0,254 mm/révolution

Ordre de passage	Plaque n°:	Graphène (%wt) :
3	1	0
2	2	0,25
1	3	3

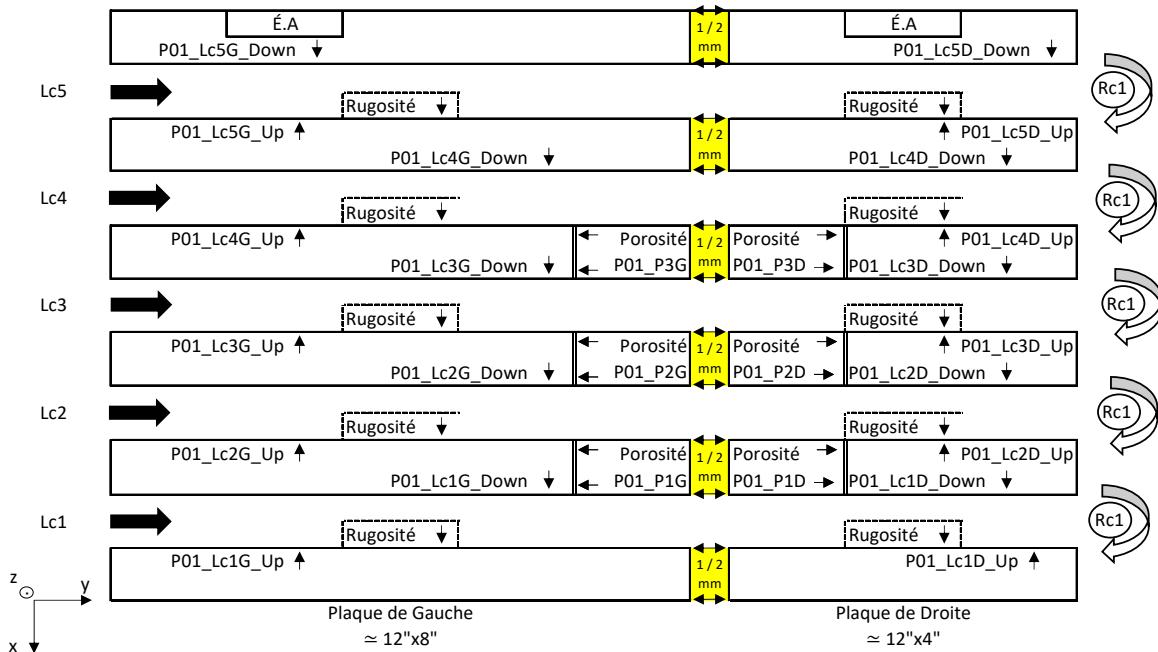
Nomenclature :

Th1 --> tâche argent

Acquisitions	Usure des outils	
data_P01_Lc_CFRP	P01_Lc_CFRP_Th1	_D_X_n _Fc_X_n
	P01_Lc_CFRP_Th2	_D_X_n _Fc_X_n

Explication :

Numéro de plaque P0 (1-3) / Longue coupe Lc CFRP / Thermocouple Th (1-2) / Dépouille D, Face de coupe Fc / Grossissement X / Numéro photo n

Observations / Remarques :**Nomenclature CFRP dessin :**

Explication : Numéro de plaque P0 (1-3) / Longue coupe Lc (1-5) / Plaque Gauche (G), Droite (D) / Up(U), Down(D)

Rugosité : Même nomenclature que la nomination des échantillons

É.A : Émission acoustique

Up = Opposition

Down = Avalant

Date :

Usinage CFRPPlaque n°: 2 Graphène (%wt) : 0,25Vitesse de coupe : 356 m/min Paramètres de coupe : Avance par révolution : 0,254 mm/révolution

Ordre de passage	Plaque n°:	Graphène (%wt) :
3	1	0
2	2	0,25
1	3	3

Nomenclature :

Th1 --> tâche argent

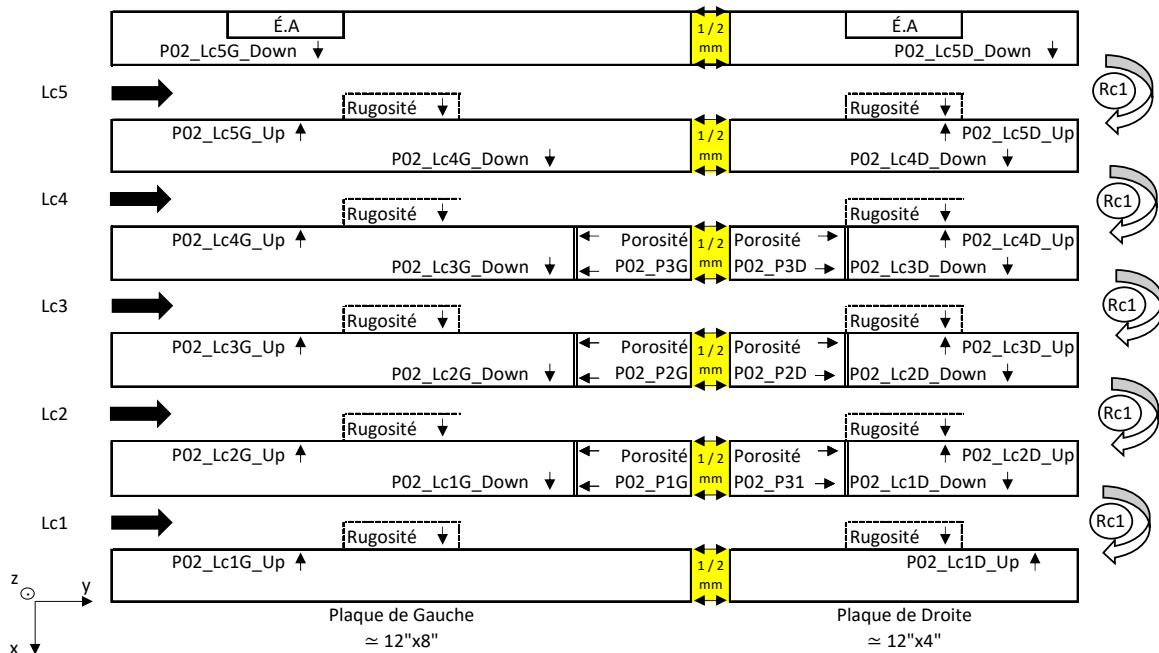
Acquisitions	Usure des outils
data_P02_Lc_CFRP	
	P02_Lc_CFRP_Th1 <u>_D_X_n</u> <u>_Fc_X_n</u>
	P02_Lc_CFRP_Th2 <u>_D_X_n</u> <u>_Fc_X_n</u>

Explication :

Numéro de plaque P0 (1-3) / Longue coupe Lc CFRP / Thermocouple Th (1-2) / Dépouille D, Face de coupe Fc / Grossissement X / Numéro photo n

Observations / Remarques :

Nomenclature CFRP dessin :



Explication : Numéro de plaque P0 (1-3) / Longue coupe Lc (1-5) / Plaque Gauche (G), Droite (D) / Up(U), Down(D)

Rugosité : Même nomenclature que la nomination des échantillons

É.A : Émission acoustique

Up = Opposition

Down = Avalant

Date :

Usinage CFRP**Plaque n°: 3** **Graphène (%wt) : 3****Paramètres de coupe :****Vitesse de coupe : 356 m/min** **Avance par révolution : 0,254 mm/révolution**

Ordre de passage	Plaque n°:	Graphène (%wt) :
3	1	0
2	2	0,25
1	3	3

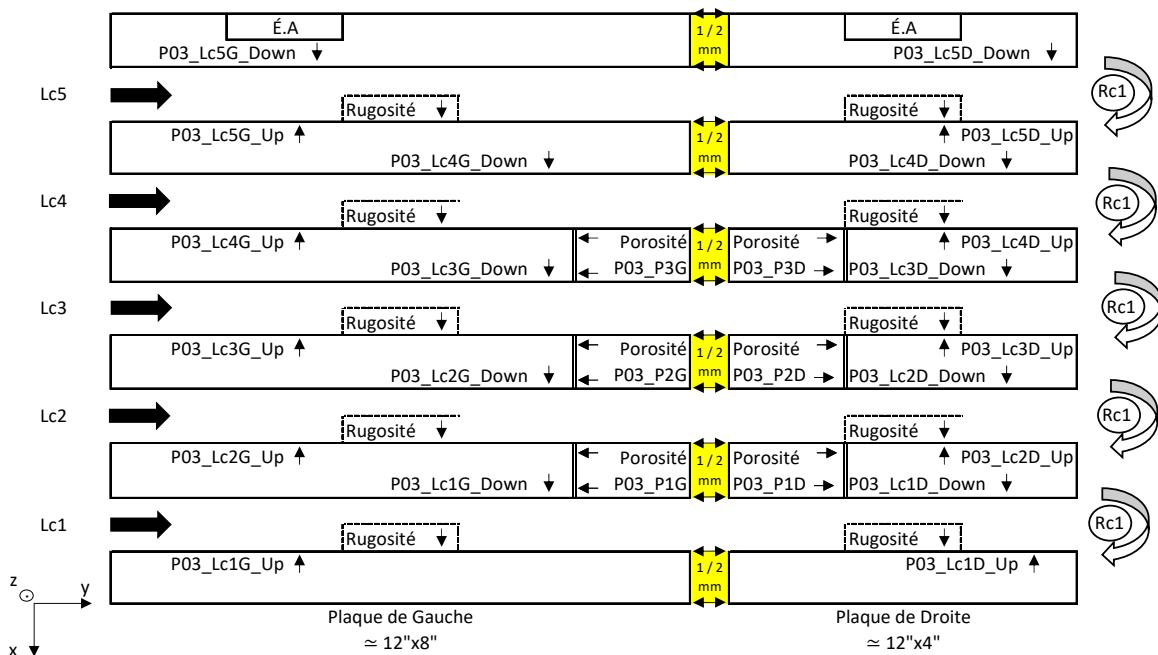
Nomenclature :

Th1 --> tâche argent

Acquisitions	Usure des outils	
data_P03_Lc_CFRP	P03_Lc_CFRP_Th1	_D_X_n _Fc_X_n
	P03_Lc_CFRP_Th2	_D_X_n _Fc_X_n

Explication :

Numéro de plaque P0 (1-3) / Longue coupe Lc CFRP / Thermocouple Th (1-2) / Dépouille D, Face de coupe Fc / Grossissement X / Numéro photo n

Observations / Remarques :**Nomenclature CFRP dessin :**

Explication : Numéro de plaque P0 (1-3) / Longue coupe Lc (1-5) / Plaque Gauche (G), Droite (D) / Up(U), Down(D)

Rugosité : Même nomenclature que la nomination des échantillons

É.A : Émission acoustique

Up = Opposition

Down = Avalant

ANNEXE III

PROTOCOLE EXPÉRIMENTAL D'USINAGE DES PLAQUES EN RÉSINES MODIFIÉES

But :

Étudier l'effet du graphène sur une plaque composé d'époxy sans fibre de renfort. L'usure d'outil sera considérée comme nulle car pas de fibres abrasives.

Nous voulons avec ces essais pouvoir :

- Déterminer la différence des efforts de coupe de plaque avec/sans graphène,
- Déterminer la différence de température de coupe de plaque avec/sans graphène.

Protocole expérimental :

Étant donné que l'usure d'outil est considérée comme nulle, un relevé d'usure en début et entre chaque usinage sera tout de même requis pour confirmer cette hypothèse. De plus, l'ensemble des plaques sera usiné au même endroit sur l'outil.

Le montage au complet se composera de la table dynamométrique Kistler avec le nouveau damier. Ce dispositif permettra de faire de longues coupes sans interruption (cinq longueurs). Cela nous permet d'avoir près de 1,6 m et d'avoir ainsi un relevé de température sur une distance relativement importante.

L'outil en diamant polycristallin (PCD, PolyCrystalline Diamond) ainsi que les thermocouples seront ajustés comme dans le schéma ci-dessous (Figure-A III-1) :

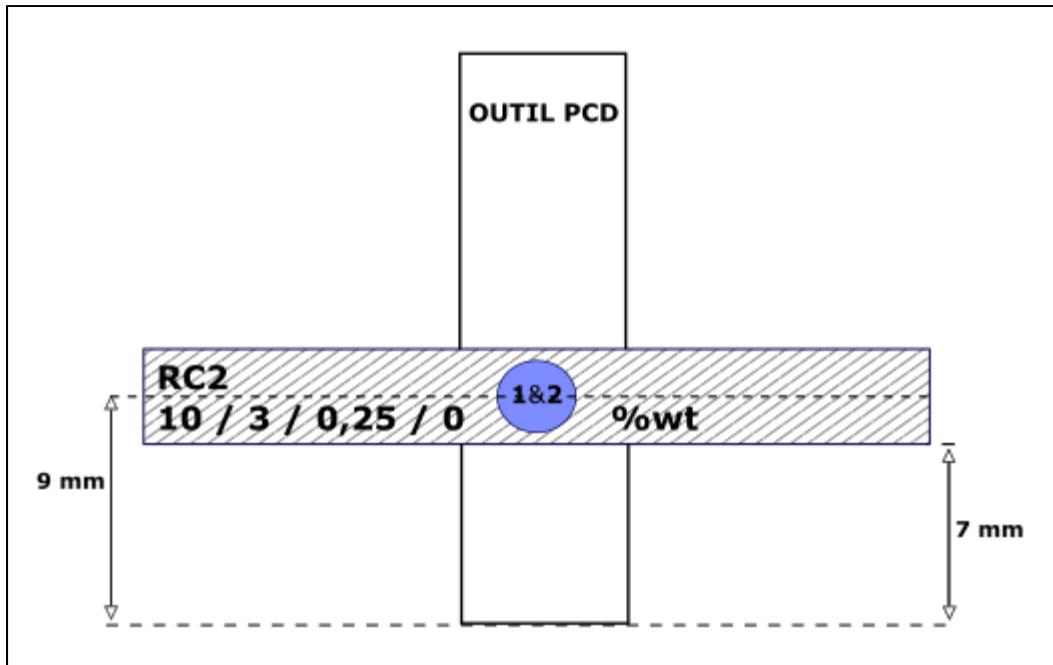


Figure-A III-1 Schéma usinage plaques époxy

Étant donné que les thermocouples sont situés à la même hauteur, et que l'usinage se fera de manière à avoir les thermocouples au milieu de la plaque à usiner, la température relevée sera la plus réaliste et la comparaison entre les plaques sera facilitée.

Quatre plaques unidirectionnelles seront usinées comportant chacune une concentration en graphène différente (Tableau-A III-1) :

Tableau-A III-1 Plan d'expérience

N°plaque	Graphène (%wt)
1	0
2	0,25
3	3
4	10

Ces plaques auront pour dimension 305×305 millimètres (soit 12×12 pouces) avec 4 millimètres d'épaisseur. Afin de respecter cette épaisseur, les plaques originelles seront plus

épaisses, 5 ou 6 millimètres. Elles seront donc surfacées au centre d'usinage pour atteindre la dimension souhaitée.

L'ordre de passage est 10, 3, 0,25 et 0%wt (Figure-A III-1). Cet ordre permet de maximiser nos chances de marquer une différence nette entre nos plaques.

Montage des plaques dans le centre d'usinage :

Le montage utilisé sera monté sur la table dynamométrique Kysthler (Figure-A III-2). Les plaques de CFRP unidirectionnelles seront fixées sur cette installation de façon à usiner à 90 degrés les fibres.

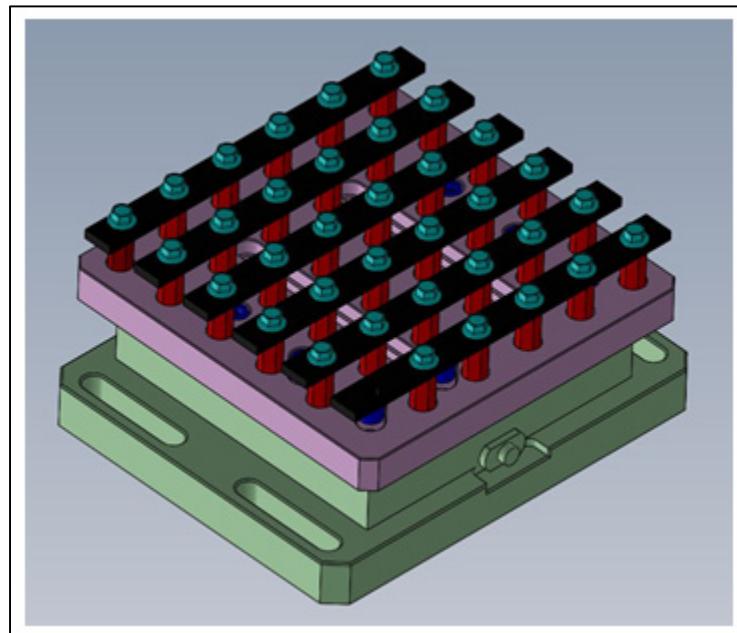


Figure-A III-2 Montage utilisé
Tirée de Essaghir (2020)

L'outil parcours les cinq passes qu'offre ce montage ainsi nous pouvons effectuer :

$$305^* \times 5^{**} = 1525 \text{ millimètres}$$

$\approx 1,6 \text{ mètres de coupe}$

(A III-1)

*largeur des plaques, **cinq passes possibles avec ce montage.

Paramètres de coupe :

Lorsque la broche est équipée du système d'acquisition de température, on ne peut pas dépasser les 12 000 RPM. Or, avec l'outil PCD utilisé d'un diamètre de 3/8 de pouces (9,525 millimètres, d_{outil}) et les paramètres de coupe optimaux, nous les dépassons.

■ Paramètres de coupe optimaux :

- Avance par tour $V_f = 0,254 \text{ mm.rev}^{-1}$,
- Vitesse de coupe $V_c = 400 \text{ m.min}^{-1}$,

$$\Rightarrow \text{RPM} = 13\,367 \text{ tr.min}^{-1}.$$

Or,

$$\text{RPM} = \frac{V_c \cdot 1000}{\pi \cdot d_{outil}} \quad (\text{A III-2})$$

La vitesse de coupe est donc revue à la baisse (A III-2). Une rotation de broche à $11\,900 \text{ tr.min}^{-1}$ est tolérable. Cela permet d'avoir une marge de sécurité acceptable.

Ainsi on a :

■ Paramètres de coupe finaux :

- Avance par tour $V_f = 0,254 \text{ mm.rev}^{-1}$,
- Vitesse de coupe $V_c = 356 \text{ m.min}^{-1}$,

$$\Rightarrow \text{RPM} = 11\,900 \text{ tr.min}^{-1}.$$

Fréquence d'échantillonnage :

La fréquence d'échantillonnage se fera à 48 kHz, soit le maximum disponible.

Avec les paramètres de coupe retenus, l'outil parcourt $3022,6 \text{ mm.min}^{-1}$. Il faut donc 32 secondes d'enregistrement minimum pour couvrir les 1,6 mètre de coupe vue précédemment (A III-2). Par précaution, tester et vérifier qu'on a 40 à 45 secondes d'enregistrement. Enregistrement possible des données jusqu'à 50 secondes, essayer de viser 45 secondes pour éviter tout problème.

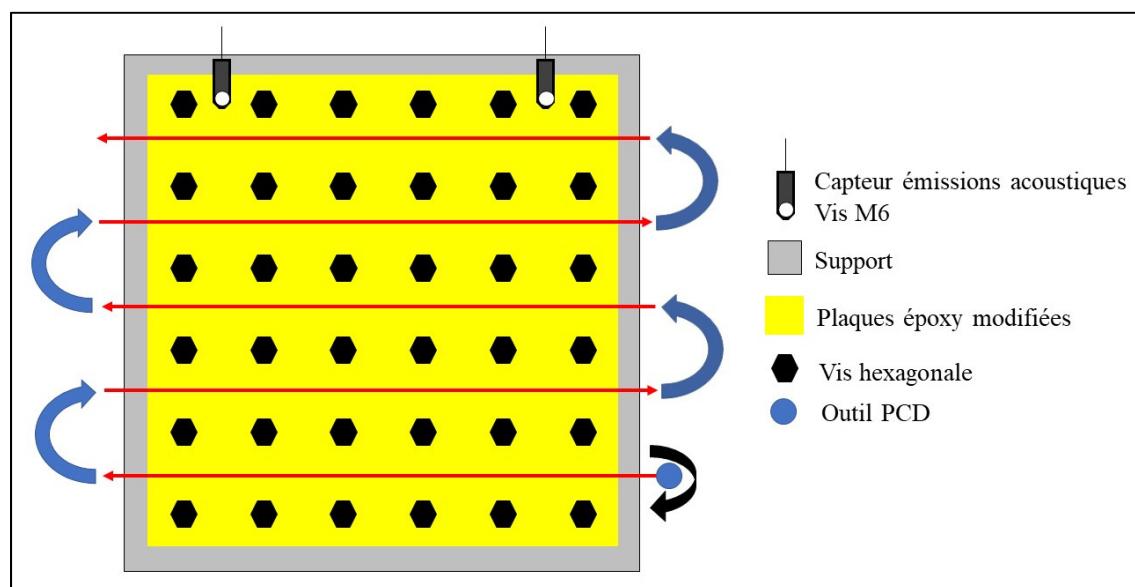
Estimation du temps :

Il y aura trois passes à effectuer avec un relevé d'usure entre chaque plaque. Chaque essai a un temps d'usinage propre de 45 secondes maximales, mais pour d'éventuels imprévus, réserver la machine pour une demi-journée. Prévoir un temps pour l'installation de l'outil qui est équipé de thermocouples.

Récapitulatif :

- ✚ Longues coupes (nouveau damier) ;
- ✚ Relevé de la température et des forces et de l'émission acoustique sur de longues distances ;
- ✚ Relevé de l'usure d'outil entre chaque plaque ;
- ✚ 3 plaques $\approx 12 \times 12$ pouces x 4mm (préalablement surfacées).
- ✚ Matériel utilisé :
 - Porte-outil relevé de température;
 - Table dynamométrique Kystler;
 - Capteur émissions acoustiques;
 - Caméra thermique;
 - Profilomètre.

Les capteurs émissions acoustiques sont monté (vis M6) à l'arrière des plaques gauche CFRP, au milieu des vis hexagonales comme montré sur la figure ci-dessous (Figure-A III-3).



Nomenclature :

La nomenclature des différents fichiers suit la forme suivante :

- Acquisitions des données et usure d'outil (Tableau-A III-2) :

Tableau-A III-2 Nomenclature Acquisitions

Acquisitions	Usure des outils
data_P01_Lc_Epoxy	P01_Lc_Epoxy_Th1
	P01_Lc_Epoxy_Th2

Numéro de plaque P0 (1-4) / Longue coupe Lc / Epoxy / Thermocouple Th (1-2) / Dépouille D, Face de coupe Fc / Grossissement X / Numéro photo n

- Numérotation des échantillons :

Numéro de plaque P0 (1-4) / Longue coupe Lc / variant de (1-6)

Fiches nomenclatures ci-dessous.

Usinage Époxy / Résine modifiée

Plaque n°: 1 Graphène (%wt): 0

Paramètres de coupe :

Vitesse de coupe : 356 m/min Avance par révolution : 0,254 mm/révolution

Ordre de passage	Plaque n°:	Graphène (%wt):
4	1	0
3	2	0,25
2	3	3
1	4	10

Nomenclature :

Th1 --> tâche argent

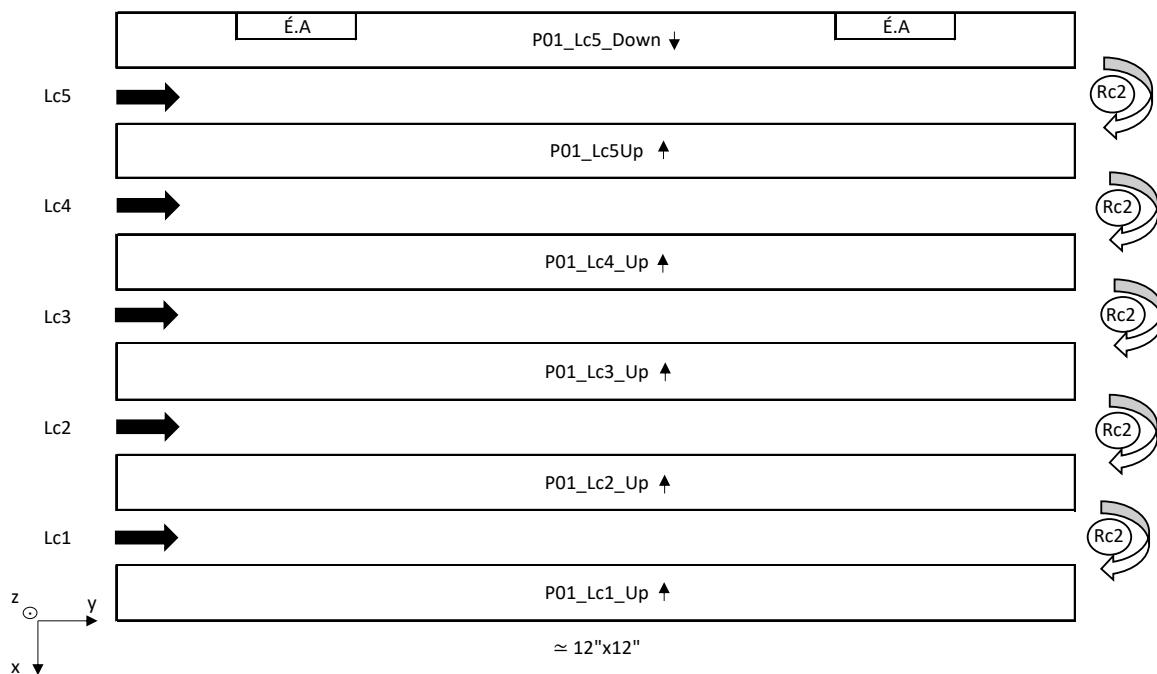
Acquisitions	Usure des outils
data_P01_Lc_Epoxy	
	P01_Lc_Epoxy_Th1 <u>D_X_n</u> <u>Fc_X_n</u>
	P01_Lc_Epoxy_Th2 <u>D_X_n</u> <u>Fc_X_n</u>

Explication :

Numéro de plaque P0 (1-4) / Longue coupe Lc / Epoxy / Thermocouple Th (1-2) / Dépouille D, Face de coupe Fc / Grossissement X / Numéro photo n

Observations / Remarques :

Nomenclature Époxy / Résine modifiée dessin :



Explication : Numéro de plaque P0 (1-4) / Longue coupe Lc / variant de (1-6)

É.A : Émission acoustique

Usinage Époxy / Résine modifiée**Plaque n°:** 2 **Graphène (%wt):** 0,25**Paramètres de coupe :****Vitesse de coupe :** 356 m/min **Avance par révolution :** 0,254 mm/révolution

Ordre de passage	Plaque n°:	Graphène (%wt) :
4	1	0
3	2	0,25
2	3	3
1	4	10

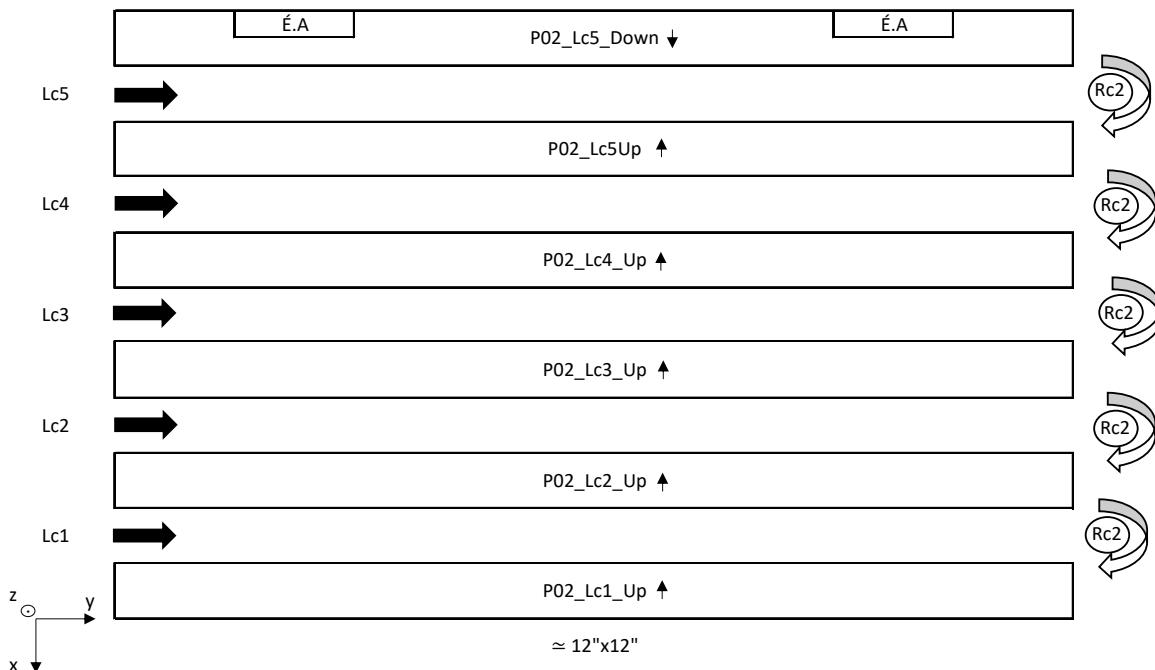
Nomenclature :

Th1 --> tâche argent

Acquisitions	Usure des outils
data_P02_Lc_Epoxy	P02_Lc_Epoxy_Th1
	P02_Lc_Epoxy_Th2

Explication :

Numéro de plaque P0 (1-4) / Longue coupe Lc / Epoxy / Thermocouple Th (1-2) / Dépouille D, Face de coupe Fc / Grossissement X / Numéro photo n

Observations / Remarques :**Nomenclature Époxy / Résine modifiée dessin :**

Explication : Numéro de plaque P0 (1-4) / Longue coupe Lc / variant de (1-6)

É.A : Émission acoustique

Usinage Époxy / Résine modifiée**Plaque n°:** 3 **Graphène (%wt):** 3**Paramètres de coupe :****Vitesse de coupe :** 356 m/min **Avance par révolution :** 0,254 mm/révolution

Ordre de passage	Plaque n°:	Graphène (%wt):
4	1	0
3	2	0,25
2	3	3
1	4	10

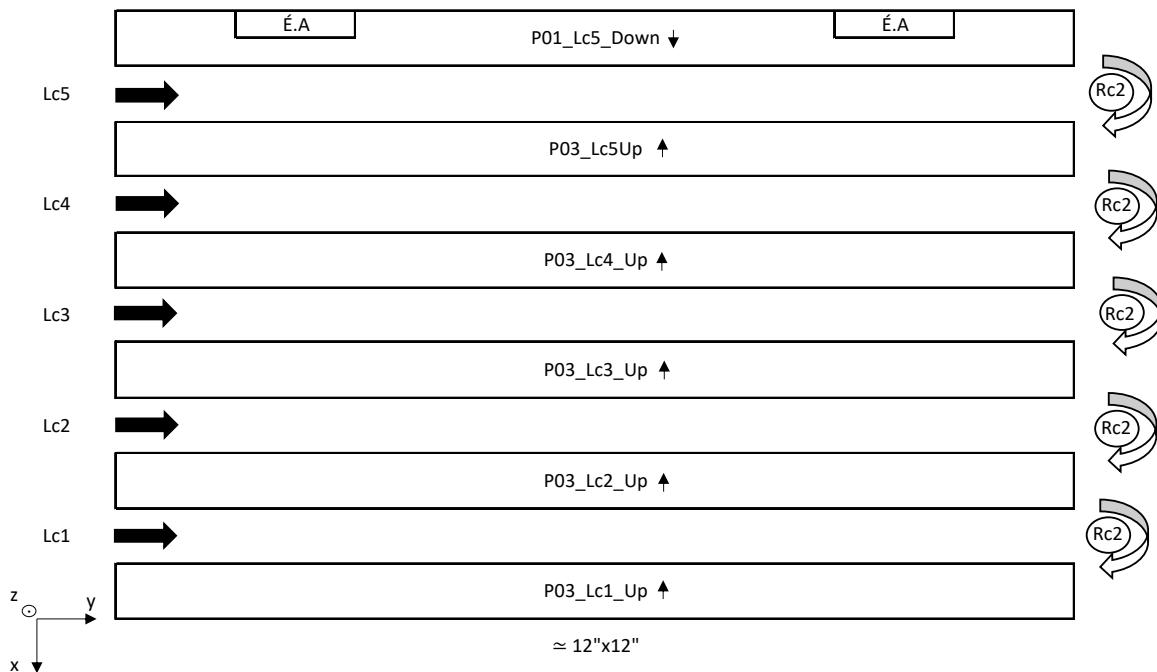
Nomenclature :

Th1 --> tâche argent

Acquisitions	Usure des outils
data_P03_Lc_Epoxy	
	P03_Lc_Epoxy_Th1 <u>D_X_n</u> <u>Fc_X_n</u>
	P03_Lc_Epoxy_Th2 <u>D_X_n</u> <u>Fc_X_n</u>

Explication :

Numéro de plaque P0 (1-4) / Longue coupe Lc / Epoxy / Thermocouple Th (1-2) / Dépouille D, Face de coupe Fc / Grossissement X / Numéro photo n

Observations / Remarques :**Nomenclature Époxy / Résine modifiée dessin :**

Explication : Numéro de plaque P0 (1-4) / Longue coupe Lc / variant de (1-6)

É.A : Émission acoustique

Usinage Époxy / Résine modifiée

Plaque n°: 4 Graphène (%wt) : 10

Paramètres de coupe :

Vitesse de coupe : 356 m/min Avance par révolution : 0,254 mm/révolution

Ordre de passage	Plaque n°:	Graphène (%wt) :
4	1	0
3	2	0,25
2	3	3
1	4	10

Nomenclature :

Th1 --> tâche argent

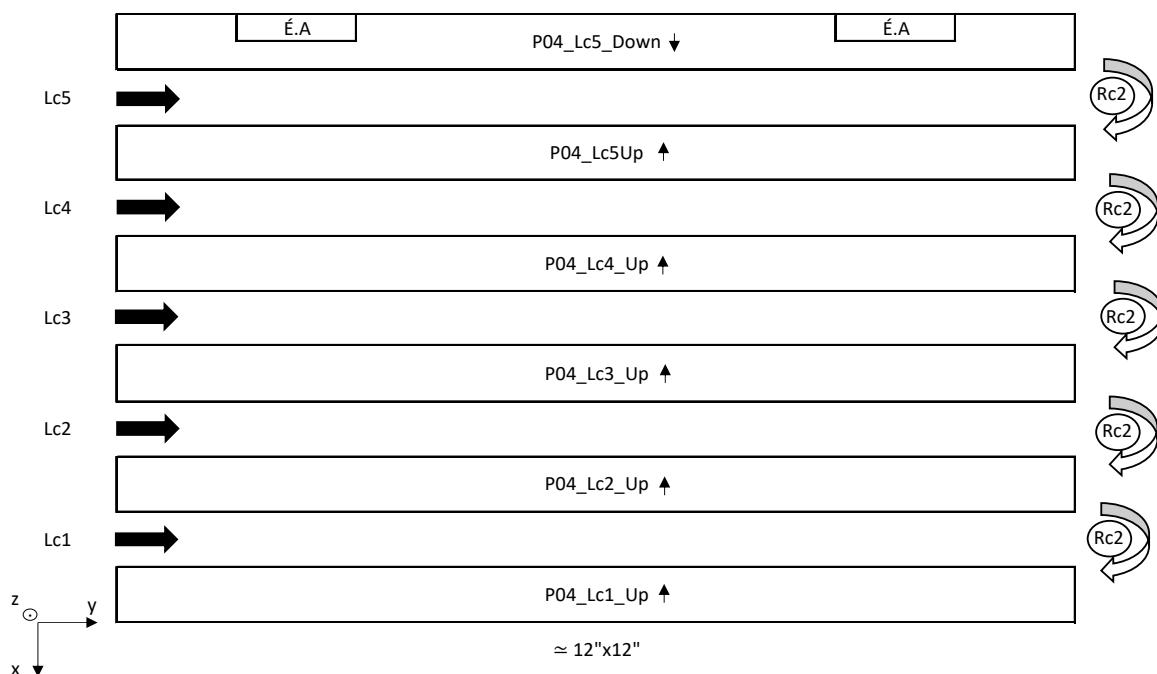
Acquisitions	Usure des outils	
	P04_Lc_Epoxy_Th1	D_X_n
	P04_Lc_Epoxy_Th2	Fc_X_n
data_P04_Lc_Epoxy		
		D_X_n
		Fc_X_n

Explication :

Numéro de plaque P0 (1-4) / Longue coupe Lc / Epoxy / Thermocouple Th (1-2) / Dépouille D, Face de coupe Fc / Grossissement X / Numéro photo n

Observations / Remarques :

Nomenclature Époxy / Résine modifiée dessin :



Explication : Numéro de plaque P0 (1-4) / Longue coupe Lc / variant de (1-6)

É.A : Émission acoustique

ANNEXE IV

FICHES FABRICATION RÉSINE POUR L'USINAGE CFRP

Les fiches fabrication ci-dessous ont pour but d'avoir une trace des mélanges faits lors de la confection des plaques. Pour rappel, trois concentrations ont été fabriquées : 0 ; 0,25 et 3 %wt. Un numéro bis existe pour chaque concentration de plaque (1bis, 2bis et 3bis) qui permet de distinguer deux tailles de plaques différentes ayant la même concentration (Tableau-A IV-1). En effet, pouvoir avoir les bonnes dimensions d'usinage, les plaques de CFRP ont dû être fabriqué en deux à cause de contraintes de fabrication (taille du moule).

Tableau-A IV-1 Récapitulatif des tailles et concentrations des laminés fabriqués

Plaques :			Dimensions :
1 (0 %wt)	2 (0,25 %wt)	3 (3 %wt)	$8,33 \times 12$ pouces $21,16 \times 30,48$ centimètres
1bis (0 %wt)	2bis (0,25 %wt)	3bis (3 %wt)	$4,55 \times 12$ pouces $11,56 \times 30,48$ centimètres

Les dimensions des laminés peuvent paraître étranges, mais elles permettent de faire le minimum de chute. En effet, le rouleau de fibres utilisé a une largeur de cinquante pouces. Sachant que la taille finale désirée des laminés est de 12×12 pouces, il a été décidé de découper par six puis par onze dans la largeur du rouleau. Ainsi en additionnant les deux parties et en retirant les bords on arrive bien aux dimensions souhaitées.

Toutes les formules que l'on trouve dans les fiches ci-dessous sont tirées de l'ANNEXE I.

Formules utiles

$$M_t = \frac{1,18 \times M_r}{1 - \%_{wt,g}}$$

$$M_r + M_d + M_g = M_t$$

$$\begin{cases} M_r + M_g = M_{r,g} \\ M_d = 0,18 \times M_r \\ M_g = \%_{wt,g} \times M_t \end{cases}$$

$$M_r = \frac{(1 - \%_{wt,g}) \times M_t}{1,18}$$

$$M_g = \frac{1,18 \times M_r \times \%_{wt,g}}{1 - \%_{wt,g}}$$

$$M_d = 0,18 \times M_{r,g} \left(1 - \frac{1,18 \times \%_{wt,g}}{1 + 0,18 \times \%_{wt,g}} \right)$$

Raisonnement à partir de l'époxy

Mélange n°	%wt graphène	Entrée Époxy, Mr (g)	Sorties			% wt / époxy
			Graphène (g)	Mr,g (g)	Mt(g)	
1	0,00%	300,00	0,00	300,00	354,00	0,00%

Calcul du durcisseur

Mélange n°	%wt graphène	Entrée (g)	Sorties (g)				
			Mr,g (g)	Époxy	Graphène	Durcisseur	Mt
1	0,00%	297,00	297,00	0,00	53,46	350,46	

Raisonnement à partir du poids total

Mélange n°	%wt graphène	Entrée Masse totale,	Sorties			% wt / époxy
			Époxy, Mr (g)	Graphène (g)	Mr,g (g)	
1	0,00%	350,46	297,00	0,00	297,00	0,00%

Indications

Tailles consommables (pouce)		
Laminé	(50/6)*12	X14
Bâche	20*50	X1
feutre	10*50	X1

- Presse :
- 1,5 MPa jusqu'à la bonne épaisseur (15/20min), si besoin
 - 1 Mpa à 66 °C pendant 3 h
 - Vide maximal à chaque fois (-29 inch, -1000 hPa)

Mélangeurs	
rpm	temps (min)
1000	2
3500	2
6000	2
8000	2
10000	2 2 2

Remarques :

date : 11/05/20

Pas de fuite pour la mise sous vide

- 1 Mpa à 66 °C pendant 3 h
- Vide maximal à chaque fois (-29 inch, -1000 hPa)

Formules utiles

$$M_t = \frac{1,18 \times M_r}{1 - \%_{wt,g}}$$

$$M_r + M_d + M_g = M_t$$

$$\begin{cases} M_r + M_g = M_{r,g} \\ M_d = 0,18 \times M_r \\ M_g = \%_{wt,g} \times M_t \end{cases}$$

$$M_r = \frac{(1 - \%_{wt,g}) \times M_t}{1,18}$$

$$M_g = \frac{1,18 \times M_r \times \%_{wt,g}}{1 - \%_{wt,g}}$$

$$M_d = 0,18 \times M_{r,g} \left(1 - \frac{1,18 \times \%_{wt,g}}{1 + 0,18 \times \%_{wt,g}} \right)$$

Raisonnement à partir de l'époxy

Mélange n°	%wt graphène	Entrée Époxy, Mr (g)	Sorties			% wt / époxy
			Graphène (g)	Mr,g (g)	Mt(g)	
1 bis	0,00%	200,00	0,00	200,00	236,00	0,00%

Calcul du durcisseur

Mélange n°	%wt graphène	Entrée (g)	Sorties (g)				
			Mr,g (g)	Époxy	Graphène	Durcisseur	Mt
1 bis	0,00%	198,00	198,00	0,00	35,64	233,64	

Raisonnement à partir du poids total

Mélange n°	%wt graphène	Entrée Masse totale,	Sorties			% wt / époxy
			Époxy, Mr (g)	Graphène (g)	Mr,g (g)	
1 bis	0,00%	233,64	198,00	0,00	198,00	0,00%

Indications

Tailles consommables (pouce)		
Laminé	(50/11)*12	X14
Bâche	20*50	X1
feutre	10*50	X1

- 1,5 MPa jusqu'à la bonne épaisseur (15/20min), si besoin
- Presse :
- 1 Mpa à 66 °C pendant 3 h
 - Vide maximal à chaque fois (-29 inch, -1000 hPa)

Mélangeurs	
rpm	temps (min)
1000	2
3500	2
6000	2
8000	2
10000	2 2 2

Remarques :

date : 12/05/20

Pas de fuite pour la mise sous vide

- 1 Mpa à 66 °C pendant 3 h
- Vide maximal à chaque fois (-29 inch, -1000 hPa)

Formules utiles

$$M_t = \frac{1,18 \times M_r}{1 - \%_{wt,g}}$$

$$M_r + M_d + M_g = M_t$$

$$\begin{cases} M_r + M_g = M_{r,g} \\ M_d = 0,18 \times M_r \\ M_g = \%_{wt,g} \times M_t \end{cases}$$

$$M_r = \frac{(1 - \%_{wt,g}) \times M_t}{1,18}$$

$$M_g = \frac{1,18 \times M_r \times \%_{wt,g}}{1 - \%_{wt,g}}$$

$$M_d = 0,18 \times M_{r,g} \left(1 - \frac{1,18 \times \%_{wt,g}}{1 + 0,18 \times \%_{wt,g}} \right)$$

Raisonnement à partir de l'époxy

Mélange n°	%wt graphène	Entrée Époxy, Mr (g)	Sorties			% wt / époxy
			Graphène (g)	Mr,g (g)	Mt(g)	
2	0,25%	352,90	1,04	353,94	417,47	0,30%

Calcul du durcisseur

Mélange n°	%wt graphène	Entrée (g)	Sorties (g)			
			Mr,g (g)	Époxy	Graphène	Durcisseur
2	0,25%	341,50	340,49	1,01	61,29	402,79

Raisonnement à partir du poids total

Mélange n°	%wt graphène	Entrée Masse totale,	Sorties			% wt / époxy
			Époxy, Mr (g)	Graphène (g)	Mr,g (g)	
2	0,25%	402,79	340,49	1,01	341,50	0,30%

Indications

Tailles consommables (pouce)		
Laminé	(50/6)*12	X14
Bâche	20*50	X1
feutre	10*50	X1

- 1,5 MPa jusqu'à la bonne épaisseur (15/20min), si besoin
- Presse : • 1 Mpa à 66 °C pendant 3 h
- Vide maximal à chaque fois (-29 inch, -1000 hPa)

Mélangeurs	
rpm	temps (min)
1000	2
3500	2
6000	2
8000	2
10000	2 2 2

Remarques :

date : 13/05/20

Pas de fuite pour la mise sous vide

- 1 Mpa à 66 °C pendant 3 h
- Vide maximal à chaque fois (-29 inch, -1000 hPa)

Formules utiles

$$M_t = \frac{1,18 \times M_r}{1 - \%_{wt,g}}$$

$$M_r + M_d + M_g = M_t$$

$$\begin{cases} M_r + M_g = M_{r,g} \\ M_d = 0,18 \times M_r \\ M_g = \%_{wt,g} \times M_t \end{cases}$$

$$M_r = \frac{(1 - \%_{wt,g}) \times M_t}{1,18}$$

$$M_g = \frac{1,18 \times M_r \times \%_{wt,g}}{1 - \%_{wt,g}}$$

$$M_d = 0,18 \times M_{r,g} \left(1 - \frac{1,18 \times \%_{wt,g}}{1 + 0,18 \times \%_{wt,g}} \right)$$

Raisonnement à partir de l'époxy

Mélange n°	%wt graphène	Entrée Époxy, Mr (g)	Sorties			% wt / époxy
			Graphène (g)	Mr,g (g)	Mt(g)	
2 bis	0,25%	233,60	0,69	234,29	276,34	0,30%

Calcul du durcisseur

Mélange n°	%wt graphène	Entrée (g)	Sorties (g)			
			Mr,g (g)	Époxy	Graphène	Durcisseur
2 bis	0,25%	224,65	223,99	0,66	40,32	264,97

Raisonnement à partir du poids total

Mélange n°	%wt graphène	Entrée Masse totale,	Sorties			% wt / époxy
			Époxy, Mr (g)	Graphène (g)	Mr,g (g)	
2 bis	0,25%	264,97	223,99	0,66	224,65	0,30%

Indications

Tailles consommables (pouce)		
Laminé	(50/11)*12	X14
Bâche	20*50	X1
feutre	10*50	X1

- 1,5 MPa jusqu'à la bonne épaisseur (15/20min), si besoin

Presse :

- 1 Mpa à 66 °C pendant 3 h
- Vide maximal à chaque fois (-29 inch, -1000 hPa)

Mélangeurs	
rpm	temps (min)
1000	2
3500	2
6000	2
8000	2
10000	2 2 2

Remarques :

date : 14/05/20

Pas de fuite pour la mise sous vide

- 1 Mpa à 66 °C pendant 3 h
- Vide maximal à chaque fois (-29 inch, -1000 hPa)

Formules utiles

$$M_t = \frac{1,18 \times M_r}{1 - \%_{wt,g}}$$

$$M_r + M_d + M_g = M_t$$

$$\begin{cases} M_r + M_g = M_{r,g} \\ M_d = 0,18 \times M_r \\ M_g = \%_{wt,g} \times M_t \end{cases}$$

$$M_r = \frac{(1 - \%_{wt,g}) \times M_t}{1,18}$$

$$M_g = \frac{1,18 \times M_r \times \%_{wt,g}}{1 - \%_{wt,g}}$$

$$M_d = 0,18 \times M_{r,g} \left(1 - \frac{1,18 \times \%_{wt,g}}{1 + 0,18 \times \%_{wt,g}} \right)$$

Raisonnement à partir de l'époxy

Mélange n°	%wt graphène	Entrée Époxy, Mr (g)	Sorties			% wt / époxy
			Graphène (g)	Mr,g (g)	Mt(g)	
3	3,00%	331,25	12,09	343,34	402,96	3,65%

Calcul du durcisseur

Mélange n°	%wt graphène	Sorties (g)				Mt
		Mr,g (g)	Époxy	Graphène	Durcisseur	
3	3,00%	314,30	303,23	11,07	54,58	368,88

Raisonnement à partir du poids total

Mélange n°	%wt graphène	Entrée Masse totale,	Sorties			% wt / époxy
			Époxy, Mr (g)	Graphène (g)	Mr,g (g)	
3	3,00%	368,88	303,23	11,07	314,30	3,65%

Indications

Tailles consommables (pouce)		
Laminé	(50/6)*12	X14
Bâche	20*50	X1
feutre	10*50	X1

- Presse :
- 1,5 MPa jusqu'à la bonne épaisseur (15/20min), si besoin
 - 1 Mpa à 66 °C pendant 3 h
 - Vide maximal à chaque fois (-29 inch, -1000 hPa)

Mélangeurs	
rpm	temps (min)
1000	2
3500	2
6000	2
8000	2
10000	2 2 2

Remarques :

date : 15/05/20

Pas de fuite pour la mise sous vide

- 1,5 MPa jusqu'à la bonne épaisseur / 25 minutes
- 1 Mpa à 66 °C pendant 3 h
- Vide maximal à chaque fois (-29 inch, -1000 hPa)

Formules utiles

$$M_t = \frac{1,18 \times M_r}{1 - \%_{wt,g}}$$

$$M_r + M_d + M_g = M_t$$

$$\begin{cases} M_r + M_g = M_{r,g} \\ M_d = 0,18 \times M_r \\ M_g = \%_{wt,g} \times M_t \end{cases}$$

$$M_r = \frac{(1 - \%_{wt,g}) \times M_t}{1,18}$$

$$M_g = \frac{1,18 \times M_r \times \%_{wt,g}}{1 - \%_{wt,g}}$$

$$M_d = 0,18 \times M_{r,g} \left(1 - \frac{1,18 \times \%_{wt,g}}{1 + 0,18 \times \%_{wt,g}} \right)$$

Raisonnement à partir de l'époxy

Mélange n°	%wt graphène	Entrée Époxy, Mr (g)	Sorties			% wt / époxy
			Graphène (g)	Mr,g (g)	Mt(g)	
3 bis	3,00%	231,70	8,46	240,16	281,86	3,65%

Calcul du durcisseur

Mélange n°	%wt graphène	Entrée (g)	Sorties (g)				
			Mr,g (g)	Époxy	Graphène	Durcisseur	Mt
3 bis	3,00%	230,10	222,00	8,10	39,96	270,06	

Raisonnement à partir du poids total

Mélange n°	%wt graphène	Entrée Masse totale,	Sorties			% wt / époxy
			Époxy, Mr (g)	Graphène (g)	Mr,g (g)	
3 bis	3,00%	270,06	222,00	8,10	230,10	3,65%

Indications

Tailles consommables (pouce)		
Laminé	(50/11)*12	X14
Bâche	20*50	X1
feutre	10*50	X1

- Presse :
- 1,5 MPa jusqu'à la bonne épaisseur (15/20min), si besoin
 - 1 Mpa à 66 °C pendant 3 h
 - Vide maximal à chaque fois (-29 inch, -1000 hPa)

Mélangeurs	
rpm	temps (min)
1000	2
3500	2
6000	2
8000	2
10000	2 2 2

Remarques :

date : 18/05/20

Pas de fuite pour la mise sous vide

- 1,5 MPa jusqu'à la bonne épaisseur / 30 minutes
- 1 Mpa à 66 °C pendant 3 h
- Vide maximal à chaque fois (-29 inch, -1000 hPa)

ANNEXE V

FICHES FABRICATION RÉSINE POUR L'USINAGE DES PLAQUES EN RÉSINE MODIFIÉES

Les fiches fabrication ci-dessous ont pour but d'avoir une trace des mélanges faits lors de la confection des plaques. Pour rappel, quatre concentrations ont été fabriquées : 0 ; 0,25 ; 3 et 10 %wt.

Toutes les formules que l'on trouve dans les fiches ci-dessous sont tirées de l'ANNEXE I.

Formules utiles / plaque résine modifiée

$$M_t = \frac{1,18 \times M_r}{1 - \%_{wt,g}}$$

$$M_r + M_d + M_g = M_t$$

$$\begin{cases} M_r + M_g = M_{r,g} \\ M_d = 0,18 \times M_r \\ M_g = \%_{wt,g} \times M_t \end{cases} \quad M_r = \frac{(1 - \%_{wt,g}) \times M_t}{1,18}$$

$$M_g = \frac{1,18 \times M_r \times \%_{wt,g}}{1 - \%_{wt,g}}$$

$$M_d = 0,18 \times M_{r,g} \left(1 - \frac{1,18 \times \%_{wt,g}}{1 + 0,18 \times \%_{wt,g}} \right)$$

Raisonnement à partir de l'époxy

Mélange n°	%wt graphène	Entrée Époxy, Mr (g)	Sorties			% wt / époxy
			Graphène (g)	Mr,g (g)	Mt(g)	
I	0,00%	520,00	0,00	520,00	613,60	0,00%

Calcul du durcisseur

Mélange n°	%wt graphène	Entrée (g)		Sorties (g)		
		Mr,g (g)	Époxy	Graphène	Durcisseur	Mt
I	0,00%	513,00	513,00	0,00	92,34	605,34

Raisonnement à partir du poids total

Mélange n°	%wt graphène	Entrée Masse totale,	Sorties			% wt / époxy
			Époxy, Mr (g)	Graphène (g)	Mr,g (g)	
I	0,00%	605,34	513,00	0,00	513,00	0,00%

Remarques :

Rien à signaler

Mélangeurs	
rpm	temps (min)
1000	2
3500	2
6000	2
8000	2
10000	2 2 2

Formules utiles / plaque résine modifiée

$$M_t = \frac{1,18 \times M_r}{1 - \%_{wt,g}}$$

$$M_r + M_d + M_g = M_t$$

$$\begin{cases} M_r + M_g = M_{r,g} \\ M_d = 0,18 \times M_r \\ M_g = \%_{wt,g} \times M_t \end{cases}$$

$$M_r = \frac{(1 - \%_{wt,g}) \times M_t}{1,18}$$

$$M_g = \frac{1,18 \times M_r \times \%_{wt,g}}{1 - \%_{wt,g}}$$

$$M_d = 0,18 \times M_{r,g} \left(1 - \frac{1,18 \times \%_{wt,g}}{1 + 0,18 \times \%_{wt,g}} \right)$$

Raisonnement à partir de l'époxy

Mélange n°	%wt graphène	Entrée Époxy, Mr (g)	Sorties			% wt / époxy
			Graphène (g)	Mr,g (g)	Mt(g)	
II	0,25%	512,30	1,52	513,82	606,03	0,30%

Calcul du durcisseur

Mélange n°	%wt graphène	Entrée (g)	Sorties (g)				
			Mr,g (g)	Époxy	Graphène	Durcisseur	Mt
II	0,25%	500,45	498,97	1,48	89,82	590,27	

Raisonnement à partir du poids total

Mélange n°	%wt graphène	Entrée Masse	Sorties			% wt / époxy
			Époxy, Mr (g)	Graphène (g)	Mr,g (g)	
II	0,25%	590,27	498,97	1,48	500,45	0,30%

Remarques :

Rien à signaler

Mélangeurs	
rpm	temps (min)
1000	2
3500	2
6000	2
8000	2
10000	2 2 2

Formules utiles / plaque résine modifiée

$$M_t = \frac{1,18 \times M_r}{1 - \%_{wt,g}}$$

$$M_r + M_d + M_g = M_t$$

$$\begin{cases} M_r + M_g = M_{r,g} \\ M_d = 0,18 \times M_r \\ M_g = \%_{wt,g} \times M_t \end{cases} \quad M_r = \frac{(1 - \%_{wt,g}) \times M_t}{1,18}$$

$$M_g = \frac{1,18 \times M_r \times \%_{wt,g}}{1 - \%_{wt,g}}$$

$$M_d = 0,18 \times M_{r,g} \left(1 - \frac{1,18 \times \%_{wt,g}}{1 + 0,18 \times \%_{wt,g}} \right)$$

Raisonnement à partir de l'époxy

Mélange n°	%wt graphène	Entrée Époxy, Mr (g)	Sorties			% wt / époxy
			Graphène (g)	Mr,g (g)	Mt(g)	
III	3,00%	527,23	19,24	546,47	641,37	3,65%

Calcul du durcisseur

Mélange n°	%wt graphène	Entrée (g)	Sorties (g)			
			Mr,g (g)	Époxy	Graphène	Durcisseur
III	3,00%	532,90	514,14	18,76	92,54	625,44

Raisonnement à partir du poids total

Mélange n°	%wt graphène	Entrée Masse	Sorties			% wt / époxy
			Époxy, Mr (g)	Graphène (g)	Mr,g (g)	
III	3,00%	625,44	514,14	18,76	532,90	3,65%

Remarques :

Rien à signaler

Mélangeurs	
rpm	temps (min)
1000	2
3500	2
6000	2
8000	2
10000	2 2 2

Formules utiles / plaque résine modifiée

$$M_t = \frac{1,18 \times M_r}{1 - \%_{wt,g}}$$

$$M_r + M_d + M_g = M_t$$

$$\begin{cases} M_r + M_g = M_{r,g} \\ M_d = 0,18 \times M_r \\ M_g = \%_{wt,g} \times M_t \end{cases}$$

$$M_r = \frac{(1 - \%_{wt,g}) \times M_t}{1,18}$$

$$M_g = \frac{1,18 \times M_r \times \%_{wt,g}}{1 - \%_{wt,g}}$$

$$M_d = 0,18 \times M_{r,g} \left(1 - \frac{1,18 \times \%_{wt,g}}{1 + 0,18 \times \%_{wt,g}} \right)$$

Raisonnement à partir de l'époxy

Mélange n°	%wt graphène	Entrée Époxy, Mr (g)	Sorties			% wt / époxy
			Graphène (g)	Mr,g (g)	Mt(g)	
IV	10,00%	540,15	70,82	610,97	708,20	13,11%

Calcul du durcisseur

Mélange n°	%wt graphène	Entrée (g)	Sorties (g)			
			Mr,g (g)	Époxy	Graphène	Durcisseur
IV	10,00%	567,00	501,28	65,72	90,23	657,23

Raisonnement à partir du poids total

Mélange n°	%wt graphène	Entrée Masse	Sorties			% wt / époxy
			Époxy, Mr (g)	Graphène (g)	Mr,g (g)	
IV	10,00%	657,23	501,28	65,72	567,00	13,11%

Remarques :

Problème de dégazage, le mixage a été répété une seconde fois le lendemain (6000 rpm 2mn, 8000 rpm 2 mn et 10 000 rpm 2mn). Le mélange a également été séparé dans deux bechers pour faciliter le dégazage, et ça a bien marché.

Mélangeurs	
rpm	temps (min)
1000	2
3500	2
6000	2
8000	2
10000	2 2 2

ANNEXE VI

MÉTHODOLOGIE COMPLÈTE SUR INFLUENCE DU GRAPHÈNE SUR L'ÉPOXY

Cette méthodologie a pour but de caractériser les propriétés physiques du graphène dans la résine époxy. Le plan expérimental choisi permet de voir l'étendue de l'influence du graphène sur l'époxy seul (sans renforts), ce qui s'apparente à des nanocomposites. Voici les différentes concentrations envisagées (Tableau-A VI-1) :

Tableau-A VI-1 Plan expérimental de la première étude

Essai n°	Graphène (%wt)
1	0,00
2	0,25
3	0,50
4	0,75
5	1,00
6	2
7	3
8	5
9	7
10	10

Ce panel de concentrations permettra d'étudier l'affluence du graphène et de permettre de se rendre compte quels seront les bénéfices possibles d'une telle résine modifiée au sein de FRP. Différents tests expérimentaux devront se succéder.

VI.1 Calorimétrie différentielle à balayage

La calorimétrie différentielle à balayage connu sous l'acronyme DSC (pour en anglais Differential Scanning Calorimetry) qui permet de faire des analyses thermiques en mesurant des échanges de chaleur en un échantillon à analyser et une référence. Cet appareil permet de notamment mesurer des températures de transition vitreuse (T_g), de fusion, de cristallisation,

mais aussi des enthalpies de réaction. Ici, le DSC a pour but de déterminer la conductivité thermique des résines. Le graphène est connu pour être le matériau le plus conducteur thermiquement. Cependant, le DSC ne permet pas de calculer directement la conductivité thermique. Mais l'on peut calculer la capacité thermique ($J.K^{-1}$), soit la quantité d'énergie nécessaire pour faire augmenter la température d'un Kelvin. C'est une grandeur extensive, donc plus il y a de quantité de matière, plus celle-ci sera importante. On peut donc la décliner en capacité massique ($J.K^{-1}.Kg^{-1}$) ou molaire ($J.K^{-1}.mol^{-1}$). On peut donc remonter indirectement à la capacité thermique, puisque plus un matériau sera conducteur, plus sa capacité thermique sera basse et inversement. En revanche nous ne pouvons pas remonter exactement à la conductivité, cela nous permet d'observer les tendances et d'avoir une idée des ordres de grandeur.

Les échantillons doivent avoir une masse très petite, quelques microgrammes. Les paramètres d'utilisations sont :

- 5 minutes à température de la pièce,
- Une rampe de température de $10^{\circ}C.min^{-1}$ jusqu'à $150^{\circ}C$,
- 5 minutes à $150^{\circ}C$
- Puis refroidissement jusqu'à la température de la pièce.

Ces essais sont réalisés sous azote avec un débit de $50 mL.min^{-1}$. Cela suit les recommandations de la norme (E37 Committee, 2018).

Chaque essai (se référer au Tableau-A VI-1) doit être testé minimum 3 fois. Le calcul de la capacité thermique doit se faire en suivant la norme (E37 Committee, 2018) en calculant fréquemment la sensibilité calorimétrique E .

VI.2 Tests électriques

Ces tests ont pour but de caractériser l'influence du graphène au sein de la résine époxy.

VI.2.1 Fabrication des échantillons

La spectroscopie diélectrique (BDS) et le calcul de la résistivité de surface ont nécessité les mêmes échantillons. Pour cela, un moule en silicone est utilisé (Figure-A VI-1).

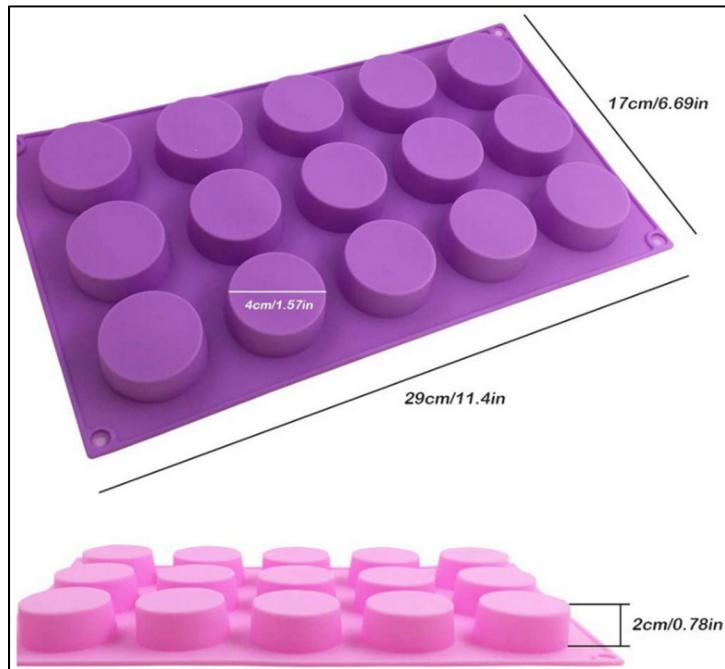


Figure-A VI-1 Moule en silicone pour l'élaboration des échantillons de BDS et de la résistivité de surface

Cinq échantillons étaient fabriqués à la fois en respectant le protocole de fabrication de résine modifiée (section 2.2). Leurs dimensions sont : $2 \times 0,2$ centimètres.

VI.2.2 Spectroscopie diélectrique

La spectroscopie diélectrique dite BDS (Broadband Dielectric Spectroscopie) est un outil permettant de faire diverses caractérisations électriques (impédance, permittivité etc.) en fonction de la fréquence. Ici ce qui nous intéresse c'est la conductivité électrique(σ), qui en régime sinusoïdal devient complexe et dépend de la fréquence (f) comme suit selon le modèle de Drude :

$$\sigma(\omega) = \sigma_0 \cdot \frac{1}{1 - i\omega\tau} \quad (\text{A VI-1})$$

Où

- ✚ ω : pulsation soit $2 \cdot \pi \cdot f$
- ✚ τ : temps caractéristique d'amortissement,

Avec,

$$\tau = \frac{m_e}{\Gamma} \quad (\text{A VI-2})$$

Où

- ✚ τ : temps caractéristique d'amortissement,
- ✚ m_e : masse d'un électron libre;
- ✚ Γ : coefficient de friction phénoménologique.

Et,

$$\Gamma = \frac{N_e \cdot e^2}{\sigma_0} \quad (\text{A VI-3})$$

N_e : densité volumique d'électrons

L'équation (A VI-1) peut également s'écrire :

$$\sigma(\omega) = \sigma_0 \cdot \frac{1 + i \cdot \omega \cdot \tau}{1 + \omega\tau} \quad (\text{A VI-4})$$

Ainsi, lorsque la fréquence f tend vers zéro, ω tend vers zéro, soit :

$$\lim_{\omega \rightarrow 0} \sigma(\omega) = \sigma_0 \quad (\text{A VI-5})$$

On aura donc la conductivité électrique σ_0 .

Le but de cette manipulation est de pouvoir avoir tracé la conductivité en fonction du pourcentage de graphène et de réussir à déterminer le seuil de percolation.

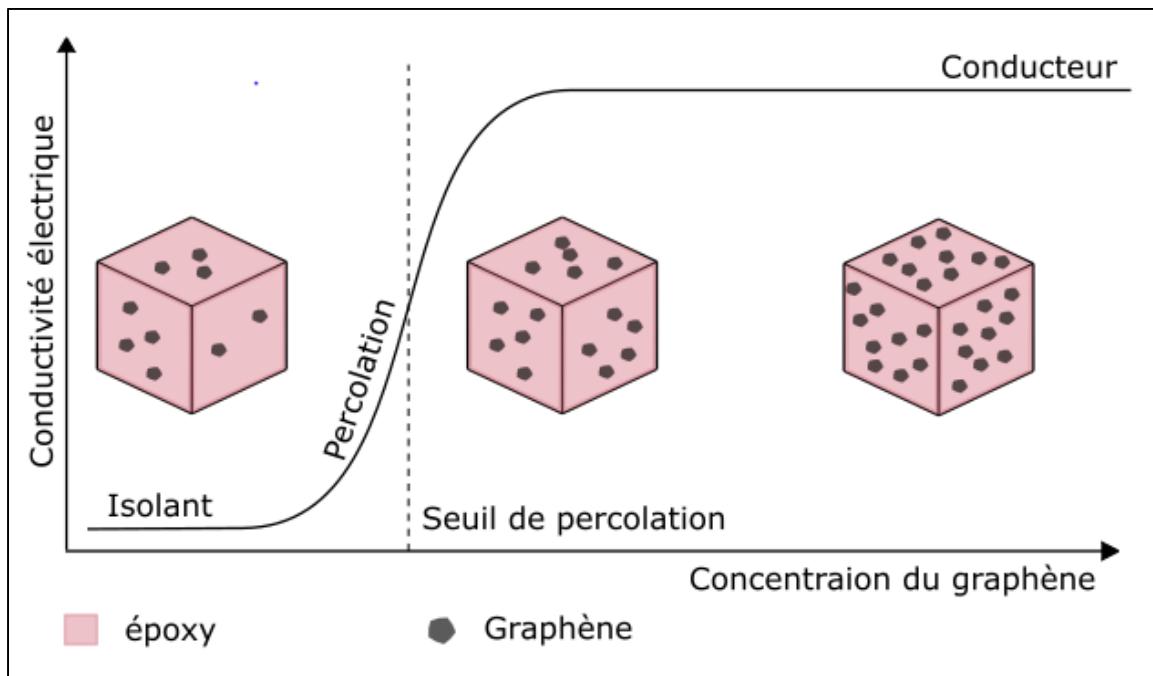


Figure-A VI-2 Schéma de l'évolution de la conductivité en fonction de la concentration de graphène

Théoriquement nous devons trouver trois fenêtres comme sur la Figure-A VI-2 ci-dessus. Nous avons donc :

- La partie isolante : il n'y a pas une concentration suffisante de graphène pour créer un chemin suffisamment conducteur. Le comportement électrique est donc très proche de l'époxy seul.
- Le seuil de percolation : À partir d'une certaine teneur en graphène, un chemin électrique devient possible et la conductivité augmente très fortement.
- La zone conductive : Après le seuil de percolation, la conduction augmente, car bon nombre de chemins conducteurs apparaissent avec l'ajout continu de graphène. Cette conduction atteint généralement un plateau à partir duquel l'ajout de graphène ne change pratiquement plus la conductivité.

VI.2.3 Résistivité de surface

La fabrication des échantillons est la même que celle du BDS. Se référer à la section VI 2.1. La résistivité de surface est mesurée à l'aide de la méthode des quatre pointes (Figure-A VI-3).

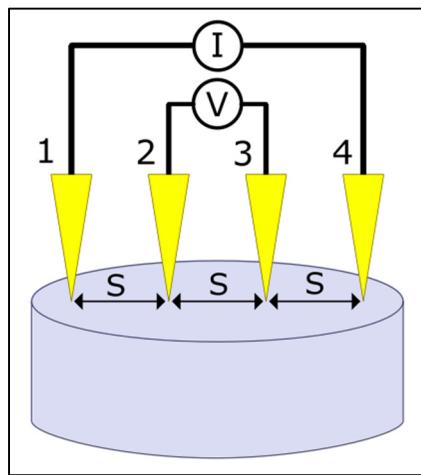


Figure-A VI-3 Dispositif de la méthode des quatre pointes

La résistance électrique ρ ($[\Omega \cdot m]$) est une propriété intrinsèque du matériau et ne dépend donc pas de ses dimensions. Elle quantifie la capacité d'un matériau à résister à un courant électrique. En revanche la résistance R est dépendante de la taille de l'échantillon examiné et se calcule par le rapport de la tension sur l'intensité ($\frac{V}{I}$). Notre dispositif permet juste de calculer la résistance, il faut donc ajuster ce résultat avec un facteur correctif G qui tient donc compte de la géométrie de l'échantillon.

Le calcul de la résistivité électrique (ρ) est donné par :

$$\rho = G \cdot \frac{V}{I} \quad (\text{A VI-6})$$

Où :

💡 I : est le courant qui passe à travers l'échantillon,

■ V : est le voltage mesuré,

■ G : est un facteur de correction qui dépend de la forme géométrique de l'échantillon.

Attention pour pouvoir effectuer ce teste il faut que les échantillons soient un minimum conductif. Il faut donc se référer aux spécificités de la machine à utiliser pour voir si cela est possible.

LISTE DE RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- Altin Karataş, M., & Gökkaya, H. (2018). A review on machinability of carbon fiber reinforced polymer (CFRP) and glass fiber reinforced polymer (GFRP) composite materials. *Defence Technology*, 14(4), 318-326. <https://doi.org/10.1016/j.dt.2018.02.001>
- Arganda-Carreras, I. (2017). *Trainable Weka Segmentation: a machine learning tool for microscopy pixel classification*. (Vol. 33). (S.l.): Oxford Univ Press. <https://doi.org/10.1093/bioinformatics/btx180>
- Atif, R., Shyha, I., & Inam, F. (2016). Mechanical, Thermal, and Electrical Properties of Graphene-Epoxy Nanocomposites—A Review. *Polymers*, 8(8), 281. <https://doi.org/10.3390/polym8080281>
- Berbain, F., & Chevalier, A. (1997). Mise en œuvre des composites Méthodes et matériels. *Techniques de l'ingénieur Plasturgie : procédés spécifiques aux composites*. Editions T.I. Repéré à <https://www.techniques-ingenieur.fr/base-documentaire/materiaux-th11/plasturgie-procedes-specifiques-aux-composites-42474210/mise-en-uvre-des-composites-a3720/>
- Bérubé, S. (2014). *Usinage en détourage de laminés composites carbone/époxy* (Mémoire de maîtrise). École de technologie.
- Blomquist, N. (2016). *Large-Scale Nanographite Exfoliation for Low-Cost Metal-Free Supercapacitors* (PhD Thesis).
- Caggiano, A. (2018). Machining of Fibre Reinforced Plastic Composite Materials. *Materials (Basel, Switzerland)*, 11(3), 442. <https://doi.org/10.3390/ma11030442>
- Caramaro, L. (2005). Fibres et fils à usage technique, 18.
- Charfi, M. A., Mathieu, R., Chatelain, J. F., Ouellet-Plamondon, C., & Lebrun, G. (2020). Effect of Graphene Additive on Flexural and Interlaminar Shear Strength Properties of Carbon Fiber Reinforced Polymer Composite. *Journal of Composites Science*.
- Chatelain, J. F., Zaghbani, I., & Monier, J. (2012). Effect of Ply Orientation on Roughness for the Trimming Process of CFRP Laminates, 6(8), 7.
- Chhetri, S., Adak, N. C., Samanta, P., Murmu, N. C., Hui, D., Kuila, T., & Lee, J. H. (2018). Investigation of the mechanical and thermal properties of l-glutathione modified graphene/epoxy composites. *Composites Part B: Engineering*, 143, 105-112. <https://doi.org/10.1016/j.compositesb.2018.02.004>
- Choi, W., Lahiri, I., Seelaboyina, R., & Kang, Y. S. (2010). Synthesis of Graphene and Its Applications: A Review. *Critical Reviews in Solid State and Materials Sciences*, 35(1), 52-71. <https://doi.org/10.1080/10408430903505036>
- Delahaigue, J. (2015, juin). *Influence de la température de coupe sur les propriétés mécaniques en traction uni-axiale d'un composite carbone/époxy et étude de l'usinabilité d'un composite lin/époxy*. École de technologie supérieure. Manuscrit soumis pour publication. Repéré à <https://espace.etsmtl.ca/id/eprint/1471/>
- Delahaigue, J., Chatelain, J.-F., & Lebrun, G. (2017). Influence of Cutting Temperature on the Tensile Strength of a Carbon Fiber-Reinforced Polymer. *Fibers*, 5(4), 46. <https://doi.org/10.3390/fib5040046>
- Di Landro, L., Montalto, A., Bettini, P., Guerra, S., Montagnoli, F., & Rigamonti, M. (2017). Detection of Voids in Carbon/Epoxy Laminates and Their Influence on Mechanical

- Properties. *Polymers and Polymer Composites*, 25(5), 371-380. <https://doi.org/10.1177/096739111702500506>
- Dupupet, G. (2008). Fibres de carbone. *Techniques de l'ingénieur Les grands événements de l'année*. Editions T.I. Repéré à <https://www.techniques-ingenieur.fr/base-documentaire/materiaux-th11/materiaux-composites-presentation-et-renforts-42142210/fibres-de-carbone-am5134/>
- E07 Committee. (2018). *Practice for Measuring and Compensating for Emissivity Using Infrared Imaging Radiometers*. ASTM International. <https://doi.org/10.1520/E1933-14R18>
- E37 Committee. (2018). *Test Method for Determining Specific Heat Capacity by Differential Scanning Calorimetry*. ASTM International. <https://doi.org/10.1520/E1269-11R18>
- El-Ghaoui, Chatelain, Ouellet-Plamondon, & Mathieu. (2019). Effects of Nano Organoclay and Wax on the Machining Temperature and Mechanical Properties of Carbon Fiber Reinforced Plastics (CFRP). *Journal of Composites Science*, 3(3), 85. <https://doi.org/10.3390/jcs3030085>
- El-Ghaoui, K. (2019, août). *Influence de nanoparticules sur l'usinabilité et les propriétés mécaniques des matériaux composites*. Montréal : École de technologie supérieure. Manuscrit soumis pour publication. Repéré à <https://espace.etsmtl.ca/id/eprint/2371/>
- El-Ghaoui, K., Chatelain, J.-F., & Ouellet-Plamondon, C. (2019). Effect of Graphene on Machinability of Glass Fiber Reinforced Polymer (GFRP). *Journal of Manufacturing and Materials Processing*, 3(3), 78. <https://doi.org/10.3390/jmmp3030078>
- El-Hofy, M. H., Soo, S. L., Aspinwall, D. K., Sim, W. M., Pearson, D., & Harden, P. (2011). Factors Affecting Workpiece Surface Integrity in Slotting of CFRP. *Procedia Engineering*, 19, 94-99. <https://doi.org/10.1016/j.proeng.2011.11.085>
- Essaghir, Y. (2020). *Conception et fabrication d'une table d'usinage des polymères renforcés de fibres de carbone*. École de technologie supérieure.
- Ghafarizadeh, S., Lebrun, G., & Chatelain, J.-F. (2016). Experimental investigation of the cutting temperature and surface quality during milling of unidirectional carbon fiber reinforced plastic. *Journal of Composite Materials*, 50(8), 1059-1071. <https://doi.org/10.1177/0021998315587131>
- Ghidossi, P., Mansori, M., & Pierron, F. (2006). Influence of specimen preparation by machining on the failure of polymer matrix off-axis tensile coupons. *Composites Science and Technology*, 66(11-12), 1857-1872. <https://doi.org/10.1016/j.compscitech.2005.10.009>
- Gloaguen, J.-M., & Lefebvre, J.-M. (2007). Nanocomposites polymères/silicates en feuillets, 22.
- Gornet, L. (2008, septembre). *Généralités sur les matériaux composites*. [Engineering school], France. Manuscrit soumis pour publication. Repéré à <https://cel.archives-ouvertes.fr/cel-00470296>
- Griffiths, B. (2001). Manufacturing surface technology: surface integrity & functional performance.
- Hamedanianpour, H. (2013, octobre). *Effect to tool wear on quality of carbon fiber reinforced polymer laminate during edge trimming*. Montréal : École de technologie supérieure. Manuscrit soumis pour publication. Repéré à <https://espace.etsmtl.ca/id/eprint/1574/>

- Hamedanianpour, H., & Chatelain, J. F. (2013). Effect of Tool Wear on Quality of Carbon Fiber Reinforced Polymer Laminate during Edge Trimming. *Applied Mechanics and Materials*, 325-326, 34-39. <https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/AMM.325-326.34>
- Hsiao, K.-T., & Heider, D. (2012). 10 - Vacuum assisted resin transfer molding (VARTM) in polymer matrix composites. Dans S. G. Advani & K.-T. Hsiao (Éds), *Manufacturing Techniques for Polymer Matrix Composites (PMCs)* (pp. 310-347). (S.l.) : Woodhead Publishing. <https://doi.org/10.1533/9780857096258.3.310>
- Ilieșcu, D. (2008). *Approches expérimentale et numérique de l'usinage à sec des composites carbone/époxy*. Repéré à <https://pastel.archives-ouvertes.fr/pastel-00005136>
- Jahanmir. (1999). *Machining of Ceramics and Composites*. (S.l.) : CRC Press. (Google-Books-ID: bpLKfHI51F0C).
- Jiacheng Wei, Mohd Saharudin, Thuc Vo, & Fawad Inam. (2017). N,N-Dimethylformamide (DMF) Usage in Epoxy/Graphene Nanocomposites: Problems Associated with Reaggregation. *Polymers*, 9(12), 193. <https://doi.org/10.3390/polym9060193>
- Keyte, J., Pancholi, K., & Njuguna, J. (2019). Recent Developments in Graphene Oxide/Epoxy Carbon Fiber-Reinforced Composites. *Frontiers in Materials*, 6, 224. <https://doi.org/10.3389/fmats.2019.00224>
- Kite, A. H., Hsu, D. K., Barnard, D. J., Thompson, D. O., & Chimenti, D. E. (2008). Determination of porosity content in composites by micrograph image processing. Dans *AIP Conference Proceedings* (Vol. 975, pp. 942-949). Golden (Colorado) : AIP. <https://doi.org/10.1063/1.2902767>
- Komanduri, R. (1997). MACHINING OF FIBER-REINFORCED COMPOSITES. *Machining Science and Technology*, 1(1), 113-152. <https://doi.org/10.1080/10940349708945641>
- Laurenzi, S., & Marchetti, M. (2012). Advanced Composite Materials by Resin Transfer Molding for Aerospace Applications.
- Lentzakis, H., Moghimian, N., Saeidlou, S., Song, N., Kaydanova, T., Poulin, J., & David, É. (2017). Mechanical, Thermal and Electrical Property Enhancement of Graphene-Polymer Nanocomposites, 5.
- Li, K.-M., Wang, C., & Chu, W.-Y. (2013). An improved remote sensing technique for estimating tool-chip interface temperatures in turning. *Journal of Materials Processing Technology*, 213(10), 1772-1781. <https://doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2013.04.014>
- Lopresto, V., Caggiano, A., & Teti, R. (2016). High Performance Cutting of Fibre Reinforced Plastic Composite Materials. *Procedia CIRP*, 46, 71-82. <https://doi.org/10.1016/j.procir.2016.05.079>
- Marsh, G. (2007). Airbus takes on Boeing with reinforced plastic A350 XWB. *Reinforced Plastics*, 51(11), 26-29. [https://doi.org/10.1016/S0034-3617\(07\)70383-1](https://doi.org/10.1016/S0034-3617(07)70383-1)
- Marsh, G. (2010). Airbus A350 XWB update. *Reinforced Plastics*, 54(6), 20-24. [https://doi.org/10.1016/S0034-3617\(10\)70212-5](https://doi.org/10.1016/S0034-3617(10)70212-5)
- Mrazova, M. (2013). Advanced composite materials of the future in aerospace industry. *INCAS BULLETIN*, 5(3), 139-150. <https://doi.org/10.13111/2066-8201.2013.5.3.14>
- Mullier, G. (2014). *Influence de la température de coupe en détourage sur les performances mécaniques d'un stratifié carbone / époxy* (Mémoire de maîtrise, École de technologie).
- Mullier, G., & Chatelain, J. F. (2015). Influence of Thermal Damage on the Mechanical Strength of Trimmed CFRP, 9(8), 8.

- Ning, H., Li, J., Hu, N., Yan, C., Liu, Y., Wu, L., ... Zhang, J. (2015). Interlaminar mechanical properties of carbon fiber reinforced plastic laminates modified with graphene oxide interleaf. *Carbon*, 91, 224-233. <https://doi.org/10.1016/j.carbon.2015.04.054>
- Omanović-Mikličanin, E., Badnjević, A., Kazlagić, A., & Hajlovac, M. (2020). Nanocomposites: a brief review. *Health and Technology*, 10(1), 51-59. <https://doi.org/10.1007/s12553-019-00380-x>
- Paciornik, S., & D'Almeida, J. R. M. (2009). Measurement of Void Content and Distribution in Composite Materials through Digital Microscopy. *Journal of Composite Materials*, 43(2), 101-112. <https://doi.org/10.1177/0021998308098234>
- Palanikumar, K., Karunamoorthy, L., & Karthikeyan, R. (2006). Assessment of factors influencing surface roughness on the machining of glass fiber-reinforced polymer composites. *Materials & Design*, 27(10), 862-871. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2005.03.011>
- Ramulu, M. (1997). Machining and surface integrity of fibre-reinforced plastic composites. *Sadhana*, 22(3), 449-472. <https://doi.org/10.1007/BF02744483>
- Randviir, E. P., Brownson, D. A. C., & Banks, C. E. (2014). A decade of graphene research: production, applications and outlook. *Materials Today*, 17(9), 426-432. <https://doi.org/10.1016/j.mattod.2014.06.001>
- Rao, G. V. G., Mahajan, P., & Bhatnagar, N. (2007). Micro-mechanical modeling of machining of FRP composites – Cutting force analysis. *Composites Science and Technology*, 67(3-4), 579-593. <https://doi.org/10.1016/j.compscitech.2006.08.010>
- Ren, W., & Cheng, H.-M. (2014). The global growth of graphene. *Nature nanotechnology*, 9, 726-730. <https://doi.org/10.1038/nnano.2014.229>
- Saenz-Castillo, D., Martín, M. I., Calvo, S., Rodriguez-Lence, F., & Güemes, A. (2019). Effect of processing parameters and void content on mechanical properties and NDI of thermoplastic composites. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 121, 308-320. <https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2019.03.035>
- Santulli, C., Gil, R. G., Long, A. C., & Clifford, M. J. (2002). Void Content Measurements in Commingled E-Glass/ Polypropylene Composites Using Image Analysis from Optical Micrographs. *Science and Engineering of Composite Materials*, 10(2). <https://doi.org/10.1515/SECM.2002.10.2.77>
- Sauer, M. (2019). Composites Market Report 2019. *Carbon Composites*, 11.
- Schindelin, J. (2012). *Fiji: an open-source platform for biological-image analysis* (Vol. 9(7), pp. 676-682). (S.l.) : (s.n.). <https://doi.org/10.1038/nmeth.2019>
- Sheikh-Ahmad, J., Urban, N., & Cheraghi, H. (2012). Machining Damage in Edge Trimming of CFRP. *Materials and Manufacturing Processes*, 27(7), 802-808. <https://doi.org/10.1080/10426914.2011.648253>
- Sheikh-Ahmad, J. Y., Almaskari, F., & Hafeez, F. (2019). Thermal aspects in machining CFRPs: effect of cutter type and cutting parameters. *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology*, 100(9-12), 2569-2582. <https://doi.org/10.1007/s00170-018-2881-1>
- Souto-Lebel, A. (2014). *Effect of surface integrity on the fatigue life of a bainitic steel after finishing milling*. Theses. École normale supérieure de Cachan - ENS Cachan. Repéré à <https://tel.archives-ouvertes.fr/tel-01127151>
- Teti, R. (2002). Machining of Composite Materials, 51, 24.

- Togue, H. K. (2019, juin). *Influence des additifs sur l'usinabilité des composites GFRP*. Montréal : École de technologie supérieure. Manuscrit soumis pour publication. Repéré à <https://espace.etsmtl.ca/id/eprint/2340/>
- Togue, H. K., Chatelain, J.-F., & Ouellet-Plamondon, C. (2018). Effect Of Additives On Cutting Temperature Of Glass Fibers Reinforced Polymers. Dans *Progress in Canadian Mechanical Engineering*. York University Libraries. <https://doi.org/10.25071/10315/35274>
- Turner, J., Scaife, R. J., & El-Dessouky, H. M. (2015). Effect of machining coolant on integrity of CFRP composites. *Advanced Manufacturing: Polymer & Composites Science*, 1(1), 54-60. <https://doi.org/10.1179/2055035914Y.0000000008>
- University of Cambridge, D. of E.-M. G. (2002, 25 février). Young's Modulus - Density. Repéré à http://www-materials.eng.cam.ac.uk/mpsite/interactive_charts/stiffness-density/NS6Chart.html
- Wang, M., Yan, C., & Ma, L. (2012). Graphene Nanocomposites. Dans N. Hu (Éd.), *Composites and Their Properties*. Rijeka : IntechOpen. <https://doi.org/10.5772/50840>
- Xu, Y., Cao, H., Xue, Y., Li, B., & Cai, W. (2018). Liquid-Phase Exfoliation of Graphene: An Overview on Exfoliation Media, Techniques, and Challenges. *Nanomaterials*, 8(11), 942. <https://doi.org/10.3390/nano8110942>
- Yusuf, M., Kumar, M., Khan, M. A., Sillanpää, M., & Arafat, H. (2019). A review on exfoliation, characterization, environmental and energy applications of graphene and graphene-based composites. *Advances in Colloid and Interface Science*, 273, 102036. <https://doi.org/10.1016/j.cis.2019.102036>
- Zhang, D., Ye, L., Deng, S., Zhang, J., Tang, Y., & Chen, Y. (2012). CF/EP composite laminates with carbon black and copper chloride for improved electrical conductivity and interlaminar fracture toughness. *Composites Science and Technology*, 72(3), 412-420. <https://doi.org/10.1016/j.compscitech.2011.12.002>