

Influence des additifs sur l'usinabilité des composites GFRP

par

Honoré KUATE TOGUE

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

MONTRÉAL, LE 4 JUIN 2019

ÉCOLE DE TECHNOLOGIE SUPÉRIEURE
UNIVERSITÉ DU QUÉBEC

©Tous droits réservés

Cette licence signifie qu'il est interdit de reproduire, d'enregistrer ou de diffuser en tout ou en partie, le présent document. Le lecteur qui désire imprimer ou conserver sur un autre media une partie importante de ce document, doit obligatoirement en demander l'autorisation à l'auteur.

PRÉSENTATION DU JURY

CE MÉMOIRE A ÉTÉ ÉVALUÉ

PAR UN JURY COMPOSÉ DE :

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

Mme Claudiane Ouellet-Plamondon, codirectrice de mémoire
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. Gilbert Lebrun, membre du jury
Département de génie mécanique à l'Université du Québec à Trois-Rivières

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

LE 08 MAI 2019

À L'ÉCOLE DE TECHNOLOGIE SUPÉRIEURE

REMERCIEMENTS

Mes remerciements sont dirigés principalement à l'endroit de mes directeurs de recherche M. Jean-François Chatelain et Mme Claudiane Ouellet-Plamondon pour m'avoir fait confiance en m'attribuant un tel projet de recherche. C'est grâce à leur disponibilité, leurs conseils et surtout leur soutien qui m'ont permis de mener à bien mes travaux de recherche tout au long de mon programme universitaire.

Un remerciement va également à l'endroit du Conseil de Recherches en Sciences Naturelles et Génie du Canada (CRSNG) pour avoir financé ma maîtrise dans le cadre du programme d'engagement partenarial avec la division Qualix de Dempsey Corporation. Nous remercions par le fait même Monsieur Marc Gagnon, directeur technique de cette entreprise, pour ses conseils et la fourniture de l'ensemble des additifs requis dans ce projet. L'École de Technologie Supérieure (ÉTS) a aussi un mérite de remerciement pour m'avoir octroyé différentes bourses d'études à travers les structures du Décanat des études et les services aux étudiants

Je remercie le personnel de l'ÉTS, particulièrement les professeures Martine Dubé et Nicole Démarquette, de m'avoir donné une autorisation pour l'utilisation des matériaux et instruments utiles pour mes travaux de recherche. Les remerciements vont aussi au personnel des différents laboratoires de l'ÉTS pour leur disponibilité et leurs conseils. Je n'oublierai pas de dire un grand merci à Christine Richard du SAÉ qui m'a orienté durant la rédaction de ce mémoire.

Un remerciement va aussi à l'endroit des collègues de bureau, camarades et amis avec qui j'ai passé des moments agréables.

Enfin, je remercie profondément tous les membres de ma famille qui m'ont soutenu tout au long de mes études. Une mention spéciale est faite à Anicet et Adèle qui ont fait des efforts spéciaux pour la réalisation de mon séjour au Canada.

Influence des additifs sur l'usinabilité des composites GFRP

Honoré KUATE TOGUE

RÉSUMÉ

De nos jours, les matériaux composites sont très répandus dans différentes applications pour leurs nombreuses propriétés. Un de leurs avantages est la mise en forme du matériau près de la forme finale de la pièce requise. Par ailleurs, pour les applications demandant une précision dans les dimensions finales des composantes, il s'avère nécessaire de recourir à des opérations de parachèvement telles que le détourage, le perçage et parfois même le fraisage. Les composites étant des matériaux très abrasifs, ces opérations sont sujettes à la génération de chaleur à l'interface couteau/matière. Ceci est la source de nombreux défauts, tels l'arrachement de fibres, l'apparition de fibres non coupées, le délaminate et parfois même l'altération de la matrice polymère lorsque la température de coupe dépasse celle de la transition vitreuse de la matrice. Un tel endommagement thermique de la surface peut sévèrement dégrader les propriétés mécaniques du matériau.

Cette recherche a pour but de modifier la matrice époxy d'un composite de fibres de verre, Glass Fiber Reinforced Polymer (Polymère Renforcé de Fibre de Verre) (GFRP), durant sa mise en forme, par l'ajout d'additifs sous forme de micro particules afin d'en étudier l'effet sur la température de coupe pour l'opération de détourage. L'étude s'attarde également à analyser l'effet des différents additifs sur le fini des surfaces produites, les efforts de coupe, de même que sur certaines propriétés mécaniques du matériau. Les additifs considérés sont l'argile, la cire de même qu'un agent mouillant. Un total de sept mélanges ont fait l'objet de comparaison avec un composite de référence produit avec une résine sans additifs.

Il s'avère que les trois additifs et leur combinaison, ont un effet très bénéfique permettant de réduire la température de coupe jusqu'à une proportion de près de 25 % pour une longueur de coupe de 100 mm. L'état de surface évalué par des mesures de rugosité (R_a), s'est vu amélioré d'une proportion de 73,1 % dans le cas du mélange incluant une combinaison des trois additifs. Pour cette même combinaison, il a également été observé une diminution significative de la force d'avance de coupe d'une valeur de près de 82 %. Cependant, les performances en traction axiale pour l'ensemble des stratifiés contenant l'additif d'agent mouillant (AM) se sont vues détériorées. L'effet contraire a été observé lorsque l'agent mouillant est absent des mélanges. Dans ce cas, les propriétés en traction ont subi une augmentation de 25% pour le stratifié incluant l'argile combiné à la cire. Cependant, les essais en flexion et en cisaillement sans AM, ont plutôt conduit à une réduction de contrainte de l'ordre de 20 %. En ce qui concerne l'énergie de surface de coupe, le stratifié contenant l'agent mouillant a révélé une énergie de surface de coupe supérieure à celle sans AM. En effet, l'énergie de surface de coupe contenant l'agent mouillant atteint une valeur maximale de 45,2 mJ/m^2 évaluée avec la méthode de Owens/Wendt.

Mots clés : Additifs, argile, cire, agent mouillant, usinage, détourage, température, rugosité, forces de coupe, énergie de surface, propriétés mécaniques, traction axiale, flexion, cisaillement, composites, GFRP.

Influence of additives on the machinability of GFRP composites

Honoré KUATE TOGUE

ABSTRACT

Nowadays, composite materials are widespread in different applications for their many properties. One of their advantages is the shaping of the material near the final shape of the required part. Furthermore, for applications requiring precision in the final dimensions of the components, it is necessary to resort to finishing operations such as trimming, drilling and sometimes even milling. Since composites are very abrasive materials, these operations are subject to heat generation at the knife/material interface. This is the source of many defects, such as the tearing of fibers, the appearance of uncut fibers, the delamination and sometimes even the alteration of the polymer matrix when the cutting temperature exceeds that of the glass transition of the matrix. Such thermal damage to the surface can severely degrade the mechanical properties of the material.

The goal of this research is to modify the epoxy matrix of a glass fiber composite, Glass Fiber Reinforced Polymer (GFRP), during its shaping, by adding additives in the form of micro particles to study the effect on the cutting temperature for the trimming operation. The study also focuses on analyzing the effect of different additives on the finish of the surfaces produced, the cutting forces, as well as on certain mechanical properties of the material. The additives considered are clay, wax and a wetting agent. A total of seven mixtures were compared with a reference composite produced with a resin without additive.

The three additives and their combination, have a very beneficial effect allowing to reduce the cutting temperature to a proportion of nearly 25% for a cutting length of 100 mm. The surface condition evaluated by roughness measurements (R_a) was improved by 73.1 % in the case of the mixture including a combination of the three additives. For this same combination, it was also observed a significant reduction in the cutting advance force of a value of nearly 82 %. However, the axial tensile performance for all the laminates containing the wetting agent (AM) additive was deteriorated. The opposite effect was observed when the wetting agent is absent from the mixtures. In this case, tensile properties were increased by 25% for the laminate including clay combined with wax. However, tests in bending and shear without AM, have instead led to a stress reduction of about 20%. With respect to the cutting surface energy, the laminate containing the wetting agent revealed a higher cutting surface energy than that without AM. In fact, the cutting surface energy containing the wetting agent reaches a maximum value of 45.2 mJ/m² evaluated with the Owens/Wendt method.

Keywords: Additives, clay, wax, wetting agent, machining, trimming, temperature, roughness, cutting forces, surface energy, mechanical properties, axial tensile, bending, short beam, composites, GFRP.

TABLE DES MATIÈRES

	Page
INTRODUCTION	1
CHAPITRE 1 REVUE DE LITTÉRATURE.....	5
1.1 Les matériaux composites et leurs applications.....	5
1.2 Facteurs influençant les propriétés des matériaux composites après usinage.....	6
1.2.1 Matériaux et usure des outils de coupe	6
1.2.1.1 Effort de coupe.....	7
1.2.1.2 Usure de coupe.....	10
1.2.1.3 Durée de vie de l'outil.....	11
1.2.2 Température de coupe.....	13
1.2.3 Paramètres Vc, Vf et force de coupe	14
1.3 Évaluation de l'état de surface après usinage	16
1.3.1 La rugosité	17
1.3.2 Intégrité de la surface de coupe	20
1.3.2.1 Les défauts de coupe.....	20
1.3.2.2 Facteurs influençant les défauts	21
1.4 Apports des additifs sur les propriétés mécaniques des composites.....	25
1.4.1 Procédé et dosage des additifs	26
1.4.2 Rupture en traction.....	27
1.4.3 Rupture en flexion.....	33
1.4.4 Rupture en cisaillement.....	38
1.4.5 Résistance à la fatigue.....	41
1.5 Énergie de surface.....	43
1.5.1 L'absorption de matériaux	43
1.5.2 L'adhésion de matériaux différents	44
1.5.3 La mouillabilité des matériaux.....	46
1.5.4 Évaluation de l'énergie de surface	47
1.6 Conclusion de la revue de littérature	50
CHAPITRE 2 MÉTHODOLOGIE.....	55
2.1 Objectifs de recherche.....	55
2.2 Matériaux	56
2.2.1 Fibres de verre/époxy et caractéristiques.....	56
2.2.2 Les additifs et leurs fonctionnalités	57
2.2.3 Protocole de mise en forme des stratifiés utilisés dans les expériences d'usinage.....	59
2.3 Procédure de moulage.....	61
2.4 Usinage et acquisition de la température et des forces de coupe	64
2.4.1 Équipement et outil de coupe.....	64
2.4.2 Centre d'usinage et configuration de coupe.....	66
2.4.3 Acquisition des forces de coupe	69

2.4.4	Préparation des éprouvettes pour les essais mécaniques	72
2.5	Analyse de surface et mesure de rugosité	72
2.6	Essais mécaniques.....	74
2.6.1	Essais en traction axiale	74
2.6.2	Essais en flexion 3-points	78
2.6.3	Essais de cisaillement (short beam)	80
2.7	Méthodes d'analyse de l'énergie de surface	82
2.7.1	Plan expérimental des mesures	83
2.7.2	Méthodes d'évaluation de l'énergie de surface	87
2.7.2.1	La méthode de Wu	87
2.7.2.2	La méthode de Owens/Wendt-Fowkes	88
2.7.2.3	La méthode de Fowkes (3 liquides ou plus)	89
CHAPITRE 3	RÉSULTATS ET DISCUSSION	93
3.1	Influence des additifs sur la température de coupe	93
3.1.1	Influence sur la température de coupe avec agent mouillant (AM) sur 300 mm	93
3.1.2	Influence des additifs sur la température de coupe sur 100 mm	96
3.2	État de surface.....	99
3.3	Influence des additifs sur les efforts de coupe	102
3.4	Influence des additifs sur les propriétés mécaniques	104
3.4.1	Influence sur les essais mécaniques en traction axiale	104
3.4.2	Influence des additifs sur les essais en flexion 3-points	109
3.4.3	Influence des additifs sur les essais en cisaillement (short beam)	112
3.5	Influence des additifs sur l'énergie de surface	112
3.5.1	L'énergie de surface de coupe	113
3.5.1.1	Résultats de la méthode de Owens/Wendt	116
3.6	Interprétations et discussions des résultats	118
3.6.1	Essais d'usinage	118
3.6.2	Essais mécaniques.....	120
3.6.3	Énergie de surface	124
CONCLUSION	127	
RECOMMANDATIONS	131	
ANNEXE I	VARIATION D'ANGLE DE CONTACT SUR LES SURFACES DE COUPE	133
ANNEXE II	ÉNERGIE DE SURFACE DES SURFACES 1 ET 2	137
ANNEXE III	ARTICLE I	159
ANNEXE IV	ARTICLE II	169
BIBLIOGRAPHIE	191	

LISTE DES TABLEAUX

	Page	
Tableau 1.1	Valeur moyenne de rugosité de l'échantillon 10 Tiré de J. F. Chatelain et al. (2012).....	18
Tableau 1.2	Propriétés mécaniques des composites verre/époxy à des différentes vitesses de déformation Tiré de Gurusideswar et Velmurugan (2014)....	30
Tableau 1.3	Propriétés mécaniques des composites verre/époxy avec 1,5 wt% d'argile à des différentes vitesses de déformation Tiré de Gurusideswar et Velmurugan (2014)	31
Tableau 2.1	Caractéristiques des matériaux composites de base.....	56
Tableau 2.2	Caractéristiques des additifs	57
Tableau 2.3	Caractéristiques de l'outil de coupe.....	65
Tableau 2.4	Plan d'expérience pour acquisition de température de coupe.....	68
Tableau 2.5	Paramètres de mesure de rugosité.....	73
Tableau 2.6	Recommandations sur la dimension des éprouvettes selon ASTM D 3039/D 3039M	74
Tableau 2.7	Dimensions des éprouvettes de flexion à 3 points	78
Tableau 2.8	Dimensions des éprouvettes de cisaillement.....	80
Tableau 2.9	Plan d'expérience pour la mesure d'angle de contact à la surface de coupe.....	84
Tableau 2.10	Plan d'expérience pour la mesure d'angle de contact aux surfaces 1 et 2.....	84
Tableau 2.11	Plan d'expérience détaillé pour la mesure d'angle de contact à la surface de coupe	85
Tableau 2.12	Plan d'expérience détaillé pour la mesure d'angle de contact aux surfaces 1 et 2.....	86
Tableau 2.13	Valeurs polaires et dispersives de la tension de surface Tiré de Shimizu et Demarquette (2000)	90

Tableau 3.1	Énergie de surface des différentes surfaces de coupe	117
-------------	--	-----

LISTE DES FIGURES

	Page	
Figure 1.1	Domaines d'application pour les composites à fibres de verre Tirée de (London, s.d.).....	6
Figure 1.2	Variation de l'effort de coupe : a) avance b) normale c) axiale dans les différentes directions en fonction de l'avance pour les 4 types d'outils différentes (CVD : C1, C2, C3; PCD : C4) Tirée de Bérubé (2012)	9
Figure 1.3	Moyenne de l'usure de l'outil CVD en fonction de la distance de coupe pour les tests 1 à 3 Tirée de Hamedanianpour (2013)	10
Figure 1.4	Durée maximum de vie VBmax en fonction de la distance de coupe pour les tests 1 à 3 Tirée de Hamedanianpour (2013).....	11
Figure 1.5	Relation entre les matériaux et la durée de vie des outils Tirée de T. Inoue et al. (2009).....	12
Figure 1.6	Contrainte maximale en traction des échantillons usinés en opposition de phase Tirée de Delahaigue et al. (2017).....	13
Figure 1.7	Variation de température en fonction de l'orientation des fibres et la vitesse de coupe Tirée de H. Wang et al. (2016)	14
Figure 1.8	Forces de coupe moyennes pour les découpes avec l'outil CVD en fonction de l'orientation des fibres Tirée de Delahaigue (2015)	15
Figure 1.9	Forces de coupe moyennes pour les découpes avec l'outil PCD en fonction de l'orientation des fibres Tirée de Delahaigue (2015)	15
Figure 1.10	Variation de l'effort de coupe en fonction de l'orientation des fibres et la vitesse d'avance Tirée de H. Wang et al. (2016)	16
Figure 1.11	Comparaison des 4 modes d'usinage Adaptée de Ramulu (1997)	19
Figure 1.12	Variation de la rugosité de surface en fonction de l'orientation des fibres à vitesse d'avance et de coupe différente Tirée de J. F. Chatelain et al. (2012).....	19
Figure 1.13	Les différents types du délamination Tirée de Sheikh-Ahmad, Urban, et Cheraghi (2012)	20

Figure 1.14	Photographie en coupe des éprouvettes usinées en fonction de la forme de l'outil Tirée de Ha et al. (2017)	21
Figure 1.15	Effets des paramètres de coupe sur la profondeur moyenne de délamination Tirée de Sheikh-Ahmad et al. (2012).....	22
Figure 1.16	Variation de la profondeur moyenne de délamination avec l'épaisseur effective du copeau pour les outils tranchants et usés Tirée de Sheikh-Ahmad et al. (2012).....	23
Figure 1.17	Graphique de comparaison des rugosités de surface Tirée de J.-F. Chatelain et al. (2019).....	25
Figure 1.18	Réaction schématique d'échange d'ions Tirée de Pavlidou et Papaspyrides (2008).....	26
Figure 1.19	Courbes de contrainte et déformation des composites verre/époxy purs à différentes vitesses de déformation Tirée de Gurusideswar et Velmurugan (2014).....	29
Figure 1.20	Courbes de contrainte et déformation des composites verre/époxy avec 1,5 wt% d'argile à différentes vitesses de déformation Tirée de Gurusideswar et Velmurugan (2014).....	30
Figure 1.21	Courbes de contrainte-déformation en traction des CFRP purs et nano-modifiés Tirée de Zhou et al. (2012)	32
Figure 1.22	Contrainte en traction vs wt% d'argile (Cloisite 30B) et polyéther polyol Tirée de Isik et al. (2003).....	33
Figure 1.23	Propriétés en flexion des nano-composites avec différentes quantités d'argile dans la direction de la fibre Tirée de Lin et al. (2006)	34
Figure 1.24	Déformation à la flexion au point de rupture avec différentes quantités d'argile dans la direction de la fibre Tirée de Lin et al. (2006)	34
Figure 1.25	Courbes de contrainte-déformation du matériau Tirée de Zhou et al. (2012).....	35
Figure 1.26	Courbe contrainte-déformation à la flexion des CFRP pures et nano-modifiés Tirée de Zhou et al. (2012)	36
Figure 1.27	Graphique des contraintes normales maximales Tirée de Lasseur (2017)	37

Figure 1.28	Graphique de comparaison des taux de déformation Tirée de Lasseur (2017)	38
Figure 1.29	Comparaison des propriétés de cisaillement inter-laminaire pour les stratifiés à époxy purs et nano-modifiés (la bande d'écart pour les stratifiés à époxy purs est représentée par les lignes pointillées) Tirée de Quaresimin et al. (2012)	39
Figure 1.30	Graphique de comparaison des performances mécaniques en cisaillement Tirée de Lasseur (2017).....	41
Figure 1.31	Durée de vie en fatigue : Contrainte maximum (σ_{max}) en fatigue vs. cycle de rupture (N_f) au taux de contrainte (R -ratio)= +0,9 Tirée de Withers et al. (2015)	42
Figure 1.32	Courbes comparant la réponse à la fatigue en mode flexion de GPL avec additifs SWNT et MWNT à la même fraction pondérale de ~ 0,2% du poids de la résine époxy Tirée de Yavari et al. (2010)	43
Figure 1.33	Courbes d'absorption dans l'eau à 70°C Tirée de Thomson et Broutman (1982).....	44
Figure 1.34	Tension superficielle isotherme des mélanges époxy-durcisseur Tirée de Ertekin et al. (2009)	45
Figure 1.35	Les différents états de mouillabilité Adaptée de Weistron (2014)	46
Figure 1.36	Zone de mouillabilité Tirée de Martin, Brown, et Bhushan (2017).....	47
Figure 1.37	Composantes de l'énergie de surface entre un solide et un liquide	48
Figure 2.1	Granulométrie laser des particules d'argile (mesurée)	58
Figure 2.2	La configuration des mélanges : a) La machine Silverson L5M-A b) la machine Qsonica Q700.....	60
Figure 2.3	État de transparence de la solution avant (gauche) et après (droite) l'emploi du sonicateur.....	61
Figure 2.4	Solutions pour le traitement du moule	62
Figure 2.5	Différentes étapes de la mise en forme d'un stratifié par infusion	63
Figure 2.6	Configuration de mise en forme de l'infusion (VARTM)	64
Figure 2.7	Soudure des thermocouples sur l'outil de coupe	65

Figure 2.8	Montage de l'outil sur la broche	66
Figure 2.9	Machine-outil Huron K2X10.....	67
Figure 2.10	Configuration de coupe pour l'acquisition de température.....	67
Figure 2.11	Forces et mode de coupe durant l'usinage.....	69
Figure 2.12	Le signal de la force d'avance	70
Figure 2.13	Le signal de la force normale.....	71
Figure 2.14	Le signal de la force axiale	71
Figure 2.15	Scie abrasive	72
Figure 2.16	La machine Mitutoyo SJ400	73
Figure 2.17	Modèle d'un échantillon pour l'essai de traction.....	75
Figure 2.18	Collage des talons sur l'éprouvette a) et éprouvette finale b).....	76
Figure 2.19	Machine de traction Alliance RF/200 et montage éprouvette	77
Figure 2.20	Code de rupture du test de traction/Mode typique ASTM D3039/D3039M-17.....	77
Figure 2.21	Dimensions et positionnement de l'éprouvette en flexion 3 points	78
Figure 2.22	Configuration de l'essai de flexion 3 points selon la norme ASTM D 7264/D 7264M-07.....	79
Figure 2.23	Montage éprouvette en flexion 3-points	80
Figure 2.24	Configuration de l'essai en cisaillement selon la norme D 2344/D 2344M-00.....	81
Figure 2.25	Montage d'éprouvette pour essai en cisaillement.....	82
Figure 2.26	Système de mesure de l'angle de contact	83
Figure 2.27	Représentation schématique des différents régimes de mouillabilité Adaptée de Laurent (2017)	91
Figure 3.1	Température de coupe avec AM sur une distance de 300 mm	94
Figure 3.2	Moyenne des écarts de température par rapport à ceux de la résine non modifiée sur 300 mm avec AM	95

Figure 3.3	Température maximum de coupe avec AM sur 300 mm.....	96
Figure 3.4	Température de coupe avec AM sur une distance de 100 mm	97
Figure 3.5	Température de coupe sans AM sur une distance de 100 mm.....	97
Figure 3.6	Moyenne des écarts de température par rapport à la référence (RE) sur 100 mm	98
Figure 3.7	Température maximum de coupe sur 100 mm	99
Figure 3.8	États de surface des différents stratifiés sur microscope (250 µm/div)	100
Figure 3.9	Rugosité des stratifiés avec et sans AM.....	101
Figure 3.10	Forces d'avance en fonction des différents types de stratifiés.....	102
Figure 3.11	Forces normales en fonction des différents types de stratifiés	103
Figure 3.12	Forces passives en fonction des différents types de stratifiés.....	104
Figure 3.13	Courbes de Contrainte-Déformation avec AM	105
Figure 3.14	Courbes de Contrainte-Déformation sans AM	105
Figure 3.15	Contraintes maximales à la rupture.....	106
Figure 3.16	Déformation maximale à la rupture	107
Figure 3.17	Module sécant des stratifiés en traction axiale	108
Figure 3.18	Image avant et après la rupture des éprouvettes avec AM.....	109
Figure 3.19	Image avant et après la rupture des éprouvettes sans AM	109
Figure 3.20	Contraintes maximales de rupture en flexion 3-points sans AM.....	110
Figure 3.21	Taux de déformation maximale de rupture en flexion 3-points sans AM	111
Figure 3.22	Modules sécants de rupture en flexion 3 points sans AM	111
Figure 3.23	Contraintes maximales en cisaillement sans AM	112
Figure 3.24	Variation d'angle de contact sur la surface de coupe avec AM sans facteur de rugosité	114

Figure 3.25	Variation d'angle de contact sur la surface de coupe avec AM avec facteur de rugosité	114
Figure 3.26	Variation d'angle de contact sur la surface de coupe sans AM sans facteur de rugosité	115
Figure 3.27	Variation d'angle de contact sur la surface de coupe sans AM avec facteur de rugosité	116

LISTE DES ABRÉVIATIONS, SIGLES ET ACRONYMES

AAB	Angled At grip/tab Bottom Incliné Au mors/talon Bas
AAT	Angled At grip/tab Top Incliné Au mors/talon Haut
AGM	Angled Gage Middle Incliné au Mileu de la Jauge
AM	Agent Mouillant Wetting agent (WA)
ANOVA	Analysis Of Variance Analyse De la Variance
AR	Argile Clay (CL)
CFRP	Carbon Fiber Rienforced Polymer Composite à matrice polymère renforcée à fibre de carbone
CI	Cire Wax (W)
CVD	Chemical Vapor Deposition Dépôt chimique en phase vapeur
GFRP	Glass Fiber Rienforced Polymer Composite à matrice polymère renforcée à fibre de verre
GPL	Graphene Platelets Plaquettes de graphène
HSS	High Speed Steel Acier Super Rapide
MWNT	Multiwalled carbon nanotube Nanotube de carbone à parois multiple
PCD	Poly Crystalline Diamond Diamant Poly-cristallin
RE	Résine

SWNT	Singlewalled carbon nanotube Nanotube de carbone à parois simple
VARTM	Vaccum Assisted Resin Transfer Molding Moulage Assisté par Transfert de Resine à Vide

LISTE DES SYMBOLES ET UNITÉS DE MESURE

Hz	hertz
m	mètre
mm	millimètre
μm	micromètre
mm^2	millimètre carré
min	minute
mJ	millijoule
MPa	mégapascal
N	newton
r/min	tour par minute
s	seconde
$^\circ$	degré
$^\circ\text{C}$	degré celsius
a_e	Profondeur de coupe [mm]
a_{eff}	Épaisseur effective du matériau [mm]
Fa	Force d'avance [N]
Fn	Force normale [N]
Fp	Force passive [N]
Ra	Rugosité arithmétique [μm]
Tg	Température de transition vitreuse [$^\circ\text{C}$]
VBmax	Durée de vie maximale de l'outil [mm]

Vc Vitesse de coupe [m/min]

Vf Vitesse d'avance [mm/min]

INTRODUCTION

Les industries de pointe, telles que les industries automobile, aéronautique, éolienne innovent sans cesse dans le but d'améliorer le rendement au niveau du rapport poids et performances mécaniques de leurs produits. Les matériaux traditionnellement utilisés sont des métaux qui fournissent de bonnes performances mécaniques. Ces métaux non seulement ont de bonnes propriétés mécaniques mais aussi sont relativement faciles à usiner. Par contre, ces métaux ont une densité assez élevée, ce qui implique une grande consommation d'énergie par les véhicules et les structures mobiles construits avec ces matériaux. C'est pourquoi, dans l'optique de réduire la consommation d'énergie, les industries de pointe ont introduit les matériaux composites dans la conception et la fabrication des pièces mécaniques. Cependant, bien que ces matériaux soient performants sur le plan mécanique avec une densité qui conduit à la réduction de consommation d'énergie, il est difficile d'avoir les mêmes tolérances que celles obtenues dans l'opération de coupe des métaux. Ainsi, il revient aux fabricants de trouver une solution pour une qualité d'usinage satisfaisante.

Les matériaux composites sont constitués d'une matrice, qui est un thermodurcissable ou un thermoplastique, et au moins d'un élément de renforcement, qui est généralement des fibres. Les fibres les plus utilisées et répandues sont les fibres de carbone et de verre en raison principalement de leurs propriétés mécaniques et thermiques. Par ailleurs, l'emploi des matériaux composites dans la fabrication des pièces ou structures composites dans les domaines de haute précision nécessite des opérations de coupe avant leur assemblage (Furet, 2005). Or, ces opérations de coupe des composites posent des difficultés, à savoir : l'hétérogénéité des composites, le comportement anisotrope des composites et l'abrasivité des fibres (Caillaud, 2011; J. Paulo Davim & Reis, 2005). La plupart de ces problèmes sont désormais maîtrisés dans l'usinage des métaux. Ils ne le sont pas pour les composites, car, contrairement à la structure homogène des métaux, celle des composites est hétérogène.

Ces différents facteurs rendent l'usinage complexe et génèrent de nombreux défauts si le procédé est mal maîtrisé. Ces défauts peuvent être d'ordre mécanique tels que le délaminate,

les fibres arrachées ou d'ordre thermique, tels que les brûlures de surface. Sous sollicitation mécanique durant le cycle de vie de la structure composite, les défauts peuvent se propager, ce qui réduit les performances de la pièce, voire de la structure complète (Herzog, Jaeschke, Meier, & Haferkamp, 2008). Pour pallier ces défauts, de nombreuses recherches ont été faites; elles visaient à déterminer les causes et les facteurs qui ont une incidence sur la qualité d'usinage (Caillaud, 2011; Delahaigue, Chatelain, & Lebrun, 2017). Ces recherches ont permis d'optimiser les paramètres tels que le type d'outil employé, la vitesse de coupe, la vitesse d'avance, le mode de coupe, ce qui a permis d'éliminer certains défauts comme des surfaces très rugueuses observées après la coupe. Cependant, le déclaminage, la réorientation des fibres, les fibres arrachées et les brûlures sont toujours observés. Ces défauts sont causés par l'interaction moins forte à la surface de contact matrice-fibre et la faible température de transition des composites (Chen & Yang, 2002; Karabibene, 2017).

Cette recherche propose d'introduire des additifs ou composants chimiques dans la solution devant constituer la matrice ; ces additifs permettront une meilleure interaction voire adhésion à la surface de contact matrice-fibre afin d'obtenir de bonnes performances mécaniques, et ainsi une meilleure qualité de la coupe. Les stratifiés ainsi obtenus doivent avoir des propriétés mécaniques au moins aussi bonnes que celles d'un stratifié sans additifs. L'introduction des additifs comme solution au problème d'interaction entre la matrice et les fibres a été initialement explorée par J.-F. Chatelain, Ouellet-Plamondon, Lasseur, et Kuat-Togue (2019). La recherche portait seulement sur les stratifiés en fibres de verre (GFRP) et les résultats obtenus donnaient espoir d'obtenir un bon résultat dans l'ensemble à la fin de cette recherche. Notre recherche poursuit le travail initié par J.-F. Chatelain et al. (2019). Cette recherche utilise d'autres combinaisons d'additifs afin d'améliorer davantage les performances des stratifiés.

Cette étude détermine l'impact des additifs sur l'usinabilité des composites constitués de polymères renforcés par les fibres de verre (GFRP). L'influence des additifs est déterminée par l'évaluation de la température de coupe, la qualité de surface de coupe, les performances mécaniques ainsi que l'énergie ou la tension de surface obtenue.

L'objectif principal de cette recherche est d'apporter une solution aux multiples effets et défauts observés lors d'une opération de détourage. Les sous-objectifs sont :

- Réduire la température de coupe tout en maintenant une bonne qualité d'usinage;
- Améliorer les performances mécaniques des stratifiés;
- Déterminer l'énergie de surface de coupe.

L'originalité de ce mémoire est l'utilisation des additifs différents de ceux communément utilisés dans la littérature. Dans la littérature, les particules d'argiles sont les plus employés et existent sous différents types dans la famille des phyllosilicates. Dans cette recherche, outre l'utilisation des particules d'argile, d'autres additifs, soit l'agent mouillant et la cire, sont utilisés vus leurs propriétés. L'évaluation de l'énergie de surface avec la méthode de la goutte déposée sur une surface est appliquée dans le cadre des matériaux composites. Cette méthode est généralement utilisée pour les matériaux thermoplastiques.

Le premier chapitre présente une revue de littérature qui met en relief les différents aspects liés à l'usinage. Outre l'usinage, différentes indications à suivre sont évoquées pour optimiser le procédé de préparation de la résine afin d'améliorer les propriétés mécaniques. Les facteurs influençant ces propriétés mécaniques sont aussi émis. Le second chapitre présente la méthodologie qui décrit en détail les matériaux utilisés dans le cadre de cette recherche ainsi que les méthodes adoptées afin d'atteindre l'objectif principal du mémoire. Le troisième chapitre présente les différents résultats obtenus. Les résultats sont comparés à ceux des stratifiés avec une matrice non modifiée. Une analyse des résultats est faite sur la base des différents additifs utilisés afin de mieux discuter les résultats obtenus. Le quatrième chapitre présente la conclusion des travaux effectués.

CHAPITRE 1

REVUE DE LITTÉRATURE

Cette revue de littérature décrit dans un premier temps, les matériaux et leur application. Elle identifie dans un deuxième temps, les facteurs influençant les propriétés des matériaux composites après usinage. Ces facteurs sont : les matériaux et l'usure des outils de coupe ; la température de coupe ; les paramètres de vitesse de coupe (V_c), vitesse d'avance (V_f) et force de coupe. Dans un troisième temps, cette revue montre l'impact de l'orientation des fibres sur la qualité de coupe du matériau de coupe. Dans un quatrième temps, elle identifie les additifs susceptibles d'améliorer les propriétés mécaniques des composites. Enfin, elle montre l'impact de l'ajout d'additifs sur l'énergie de surface.

1.1 Les matériaux composites et leurs applications

Les matériaux composites sont constitués d'au moins deux corps : l'un remplit la fonction de matrice et les autres, la fonction de renforcement du matériau. Ce renforcement, se fait avec des fibres qui définissent en grande partie les propriétés mécaniques du matériau. En fonction de la matrice, on distingue deux groupes majeurs de composites, à savoir :

- Les thermodurcissables avec comme matrice des résines réticulées;
- Les thermoplastiques avec comme matrice des polymères à structure linéaire ou ramifiée.

La matrice a les fonctions suivantes : la protection du matériau de renforcement, le transfert des contraintes au(x) matériau(x) de renforcement et, le maintien à la forme finale de la pièce composite. Les renforts, par contre, ont pour fonction de fournir au composite de bonnes propriétés mécaniques et de renforcer la matrice dans les directions préférentielles (Teti, 2002). Les matériaux composites sont intégrés, par exemple, dans les structures de parties d'avion qui requièrent de hautes performances. Les composites CFRP (Carbon Fiber Reinforced Polymer) sont le type de composites qui occupent aujourd'hui le plus grand pourcentage dans les structures d'avion (Girot, Lacalle, Lamikiz, Iliescu, & Gutiérrez, 2009).

Cependant, les composites les plus répandus sont ceux à base de fibres de verre ou GFRP (Glass Fiber Reinforced Polymer) en raison de leur légèreté par rapport aux métaux mais plus lourd que les fibres de carbone, leur résistance à la corrosion, leur prix accessible et leurs bonnes propriétés mécaniques. On les retrouve dans la fabrication de nombreux articles utilisés dans la vie courante de même que dans l'industrie des transports (Girot et al., 2009). La figure 1.1 illustre les différents domaines d'application des composites à fibre de verre.

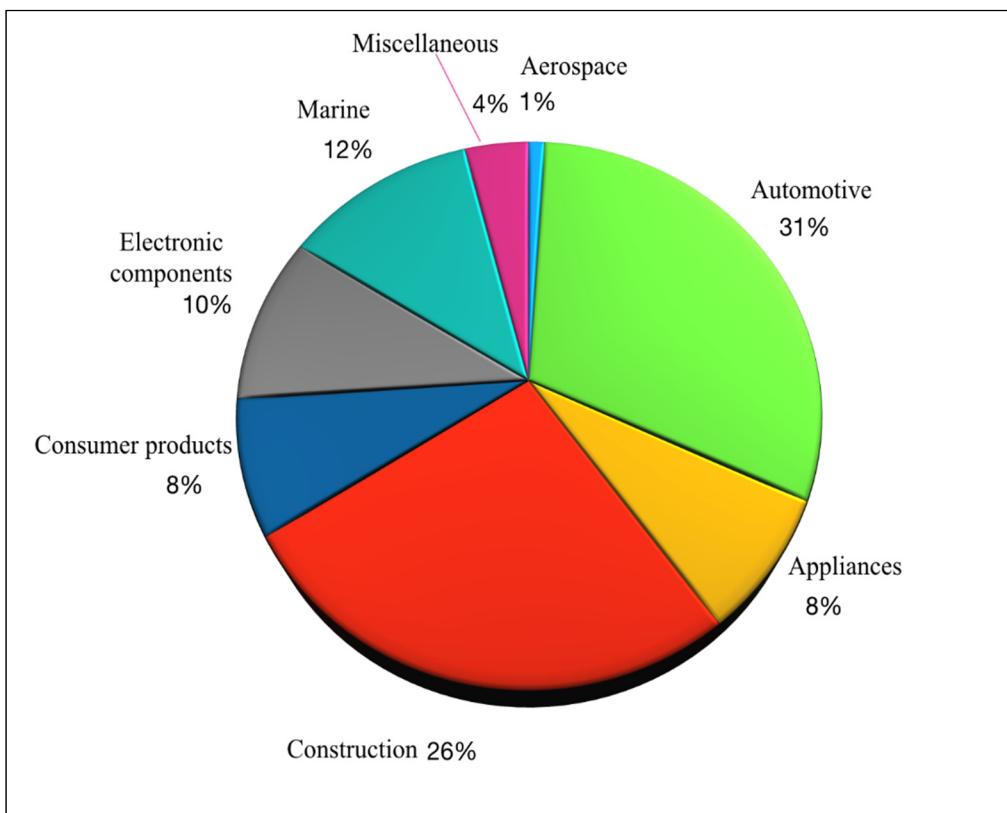


Figure 1.1 Domaines d'application pour les composites à fibres de verre
Tirée de (London, s.d.)

1.2 Facteurs influençant les propriétés des matériaux composites après usinage

1.2.1 Matériaux et usure des outils de coupe

Les outils de coupe sont fabriqués à partir de matériaux ayant des propriétés spécifiques afin d'usiner les pièces tout en respectant les requis prévus dans le cahier des charges. Ainsi dans

le domaine des composites, les outils de coupe généralement utilisés sont les suivants (Girot et al., 2009) :

- Acier rapide;
- Carbure;
- Avec revêtement de dépôt chimique en phase vapeur (CVD) pour les carbures;
- En nitrure de bore cubique (CBN);
- En diamant polycristallins (PCD).

Cette section vise à montrer les différents effets observés avec des matériaux de coupe différents.

1.2.1.1 Effort de coupe

L’usinage en détourage des laminés composites carbone/époxy présenté par Bérubé (2012) met en exergue les performances de quatre types d’outils aux caractéristiques, géométrie et matériaux différents. Les matériaux des outils employés sont ceux en carbure avec un revêtement diamant (CVD) en ce qui concerne 3 outils et en polycristallins (PCD) pour ce qui est du 4^e outil. Les paramètres pris en compte par l’auteur pour déterminer les performances des différents outils sont les suivants :

- L’angle d’attaque;
- L’angle d’hélice;
- La vitesse de coupe;
- La vitesse d’avance.

Ensuite, l’évaluation des performances des outils a été faite en fonction des paramètres suivants :

- Les forces d’avance (N);
- Les forces axiales (N);
- La qualité globale de l’état de surface.

Sur la base des résultats obtenus et regroupés dans la figure 1.2, Bérubé (2012) montre que l'outil PCD avec 2 dents est celui qui fournit des performances supérieures aux autres car il permet d'obtenir des efforts de coupe inférieurs avec une meilleure qualité de coupe. L'état d'usure des différents outils montre que cet outil n'a pas une usure significative contrairement aux autres dont l'usure n'est pas uniforme

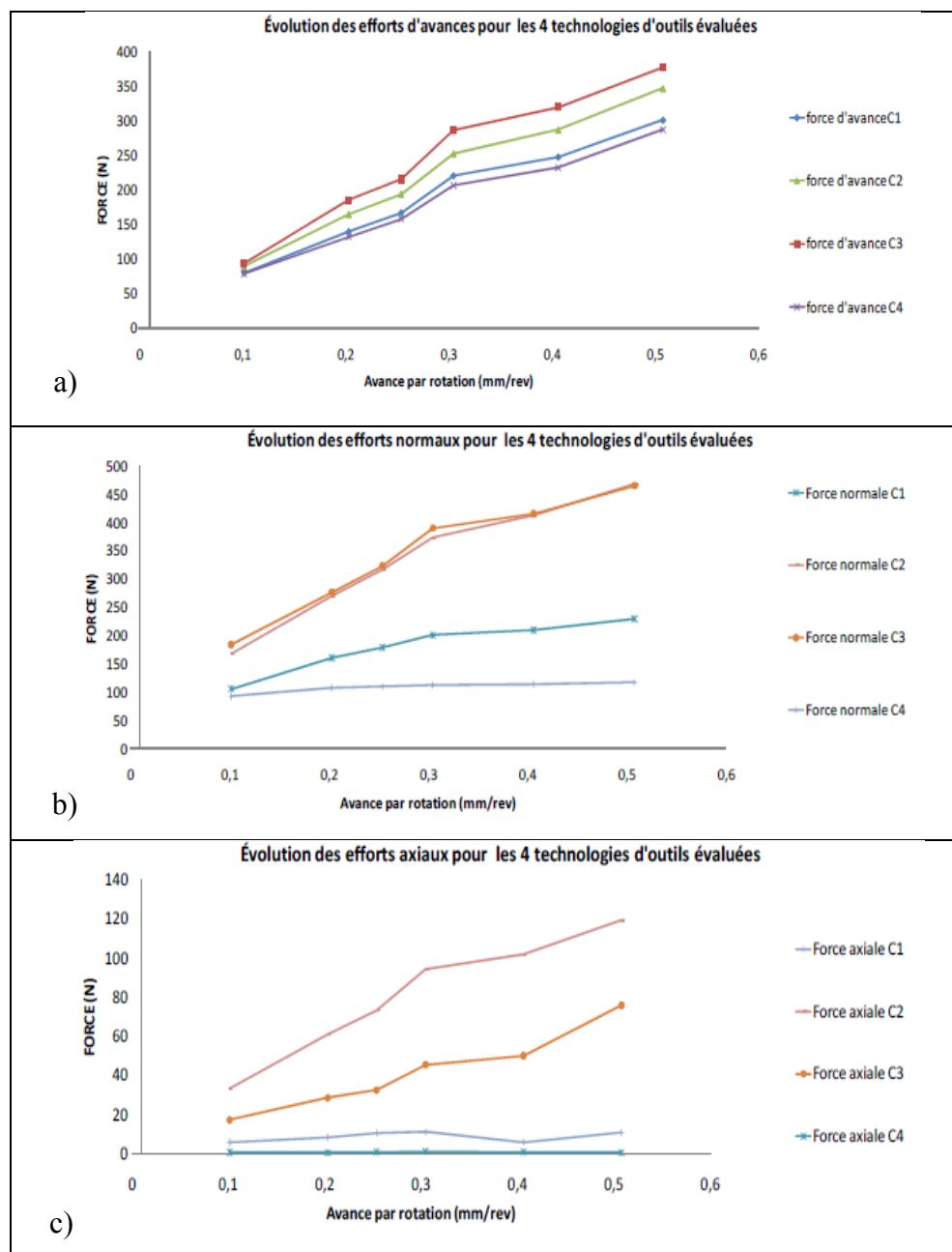


Figure 1.2 Variation de l'effort de coupe : a) avance b) normale c) axiale dans les différentes directions en fonction de l'avance pour les 4 types d'outils différentes (CVD : C1, C2, C3; PCD : C4)
Tirée de Bérubé (2012)

1.2.1.2 Usure de coupe

Hamedanianpour et Chatelain (2013), quant à eux, examinent l'usure de l'outil et ses effets. Leurs études basées sur l'effet de l'usure de l'outil sur la qualité du stratifié de polymère renforcé de fibres de carbone font état de l'évolution de l'usure durant le détourage d'un stratifié CFRP de 24 plis sur une distance de coupe. La distance de coupe étant sectionnée en deux longueurs alternatives, à savoir 100 mm et 900 mm, Hamedanianpour (2013) a fait trois tests en fonction de différentes valeurs de paramètre de coupe tels que la vitesse de coupe et la vitesse d'avance. L'outil employé est en carbure revêtu diamant (CVD) de diamètre 3/8" avec 6 dents. L'usure moyenne, comme le montre la figure 1.3, est la moyenne de l'usure observée sur chaque dent après une distance de coupe de 1 m. Ainsi, l'usure constatée augmente avec le temps et la longueur de coupe. Par ailleurs, avec la vitesse de coupe maximale et celle d'avance minimale, la durée de vie de l'outil atteint 27 m de coupe.

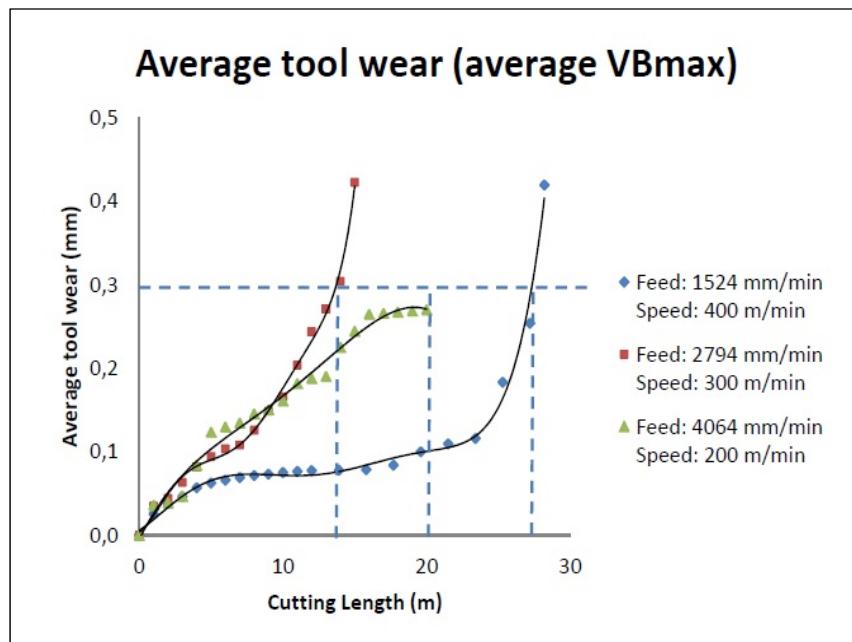


Figure 1.3 Moyenne de l'usure de l'outil CVD en fonction de la distance de coupe pour les tests 1 à 3
Tirée de Hamedanianpour (2013)

1.2.1.3 Durée de vie de l'outil

Cette recherche montre aussi l'évolution de la durée de vie selon le critère de VBmax telle qu'illustrée à la figure 1.4 où on peut s'apercevoir d'une même tendance de durée de vie que celle présentée en figure 1.3. Ainsi, l'usinage d'un matériau composite s'accompagne de l'usure de l'outil durant la distance de coupe. Cette usure affecte la qualité de surface aussi en termes de rugosité. En effet, à la fin du cycle de vie d'un outil, la rugosité arithmétique Ra diminue à cause d'une augmentation de température comme indique l'auteur.

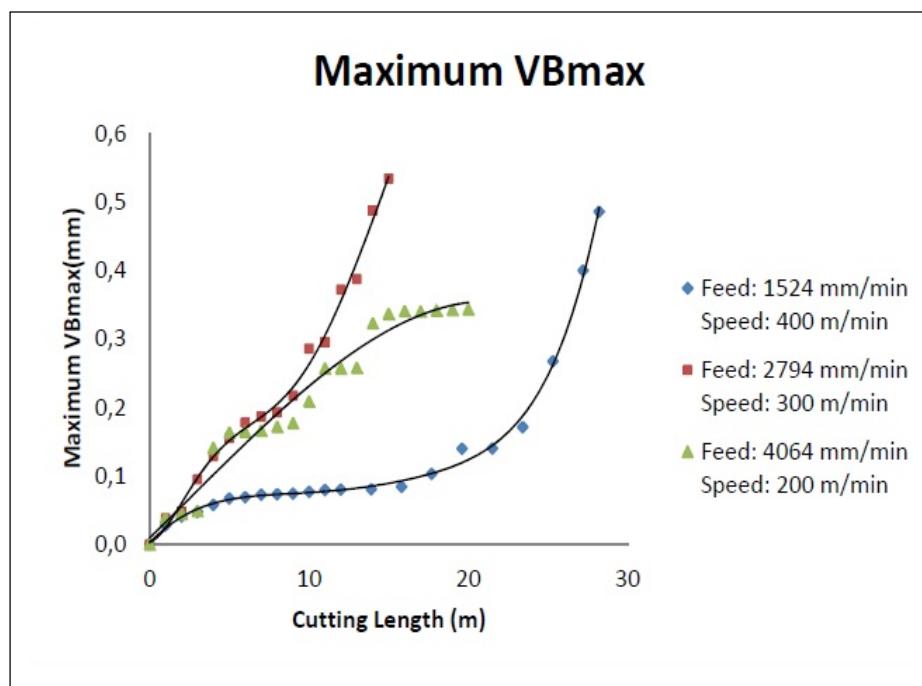


Figure 1.4 Durée maximum de vie VBmax en fonction de la distance de coupe pour les tests 1 à 3
Tirée de Hamedanianpour (2013)

Dans un procédé de perçage, l'usure de l'outil a une influence sur le diamètre du trou. Ainsi, après une grande quantité de trous effectués sur un stratifié, la largeur des dommages à la surface des trous est plus importante. Ce phénomène est observé avec une vitesse d'avance faible plutôt qu'une vitesse d'avance élevée. Par contre, une vitesse de rotation de la broche faible (20 000 r/min) a plus de dommage par rapport à une vitesse de rotation élevée

(80 000 r/min). Cependant la recommandation d'une vitesse d'avance élevée a pour objectif d'avoir une qualité constante tandis qu'une vitesse d'avance faible permet d'avoir une qualité élevée face à un nombre de trous à effectuer (H. Inoue et al., 1997). Il est à noter que ces précédentes observations sont faites sur des essais de stratifié GFRP avec un outil en carbure cémente.

L'état d'avancement de l'usure d'un outil dépend aussi du type de matériau. Ainsi, dans les procédés de rainurage et de surfâçage sur des stratifiés à fibres de carbone, la durée de vie varie d'un outil à un autre. Les résultats obtenus par T. Inoue, Hagino, Matsui, et Gu (2009) montrent en figure 1.5 les distances de coupe avant l'atteinte d'un état usé de trois outils différents. Le premier outil est un outil en acier rapide (HSS), le deuxième est un outil en carbure de tungstène revêtu diamant (PCD) tandis que le troisième est revêtu en nitrure d'aluminium titane (TiAlN). Il en ressort que l'outil revêtu en PCD a une longueur de coupe beaucoup plus longue que les deux autres outils (T. Inoue et al., 2009).

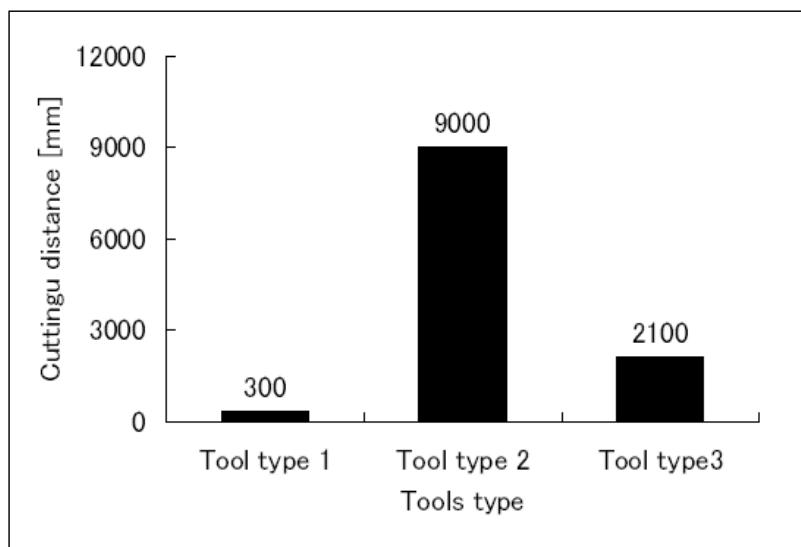


Figure 1.5 Relation entre les matériaux et la durée de vie des outils
Tirée de T. Inoue et al. (2009)

1.2.2 Température de coupe

La température de coupe est un facteur qui doit être contrôlé pour éviter des défauts de surface après la coupe tels que des brûlures. De tels défauts affectent les propriétés mécaniques au niveau local puis global avec le temps. Des chercheurs ont montré l'influence de la température de coupe sur les propriétés mécaniques d'un stratifié. Ainsi, Delahaigue et al. (2017) ont fait une étude spécifique sur l'influence de la température de coupe sur les propriétés mécaniques en traction uni-axiale d'un composite carbone/époxy. Dans la première partie de l'étude, sur deux types d'échantillons de largeur 12 mm et 6 mm, ils ont observé une réduction de résistance à la traction de 10 % pour des échantillons de petites dimensions lorsque ceux-ci sont usinés par l'outil usé (figure 1.6). En effet, avec un outil usé et chauffé initialement à une température de 400 °C, la température durant la coupe atteint 475 °C, tandis que l'outil neuf initialement chauffé à 350 °C atteint une température de 300 °C durant la coupe. Mais la corrélation unique entre cette température générée lors de la coupe et la diminution de la résistance à la traction reste difficile à confirmer car la cause pourrait être aussi de type mécanique (Delahaigue et al., 2017).

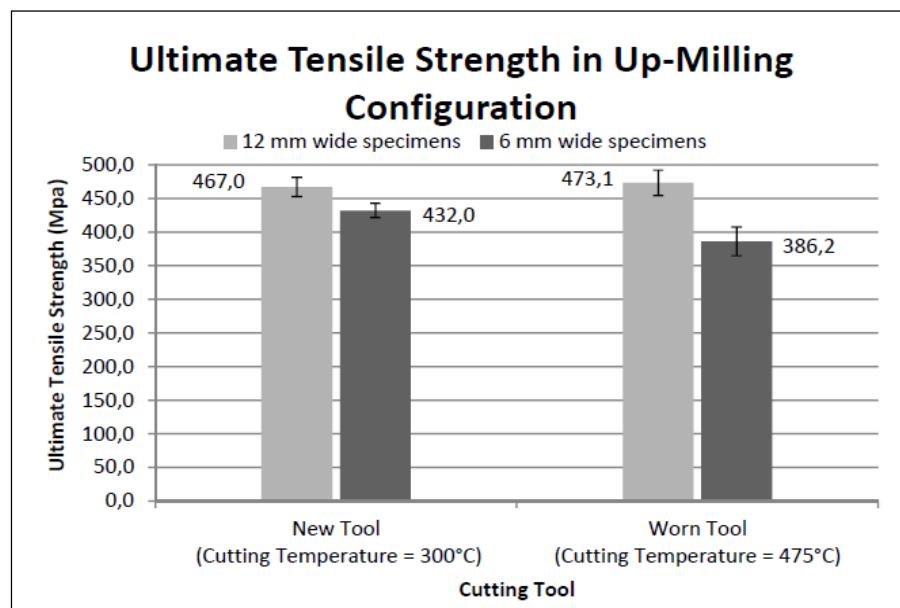


Figure 1.6 Contrainte maximale en traction des échantillons usinés en opposition de phase
Tirée de Delahaigue et al. (2017)

Une augmentation de température peut aussi être une conséquence de l'orientation des fibres. En fonction de l'orientation des fibres, les zones de dissipation de chaleur durant l'usinage sont diverses. Les recherches ont montré que, parmi les orientations standards dans la conception des composites, l'orientation ayant la plus petite zone de dissipation est celle de 135° (-45°) (H. Wang, Sun, Zhang, Guo, & Li, 2016). La dissipation étant difficile pour une orientation de 135°, la température atteint des valeurs supérieures à celle des autres orientations durant la coupe. Ceci est valable quelle que soit la vitesse de coupe comme on peut le noter à la figure 1.7.

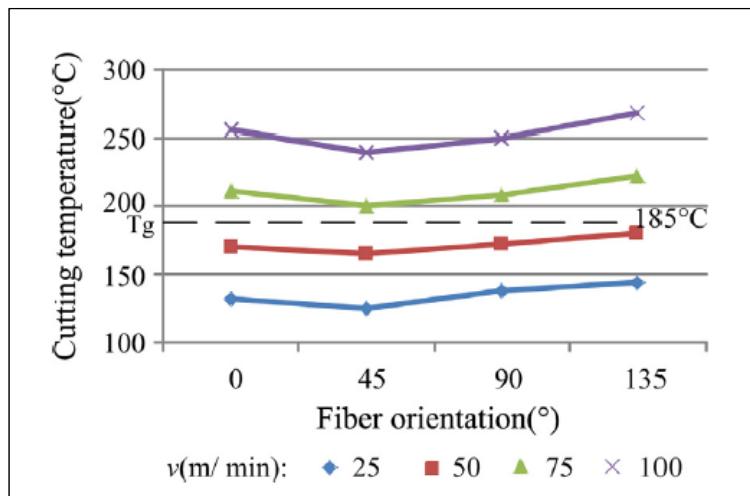


Figure 1.7 Variation de température en fonction de l'orientation des fibres et la vitesse de coupe
Tirée de H. Wang et al. (2016)

1.2.3 Paramètres Vc, Vf et force de coupe

La vitesse de coupe (Vc), la vitesse d'avance (Vf) et la force de coupe sont d'autres paramètres influant sur la qualité d'usinage. Delahaigue (2015) a mené des expériences en utilisant 2 outils (CVD et le PCD) en faisant varier les paramètres de coupe sur une plage déterminée. Les paramètres concernés sont la vitesse de coupe et d'avance et l'orientation des fibres. Ceux-ci ont été évalués en fonction de l'effort de coupe et de la qualité de surface. Après analyse des résultats, il en résulte une bonne usinabilité du composite lin/époxy, avec l'emploi du PCD comme outil de coupe. On a observé un bon fini de surface avec une

orientation des fibres de 0° , ce qui n'est pas le cas pour l'orientation de -45° (Delahaigue, 2015). L'effort de coupe avec du PCD est réduit de 3 à 5 fois par rapport à celui obtenu avec du CVD (figure 1.8 et figure 1.9).

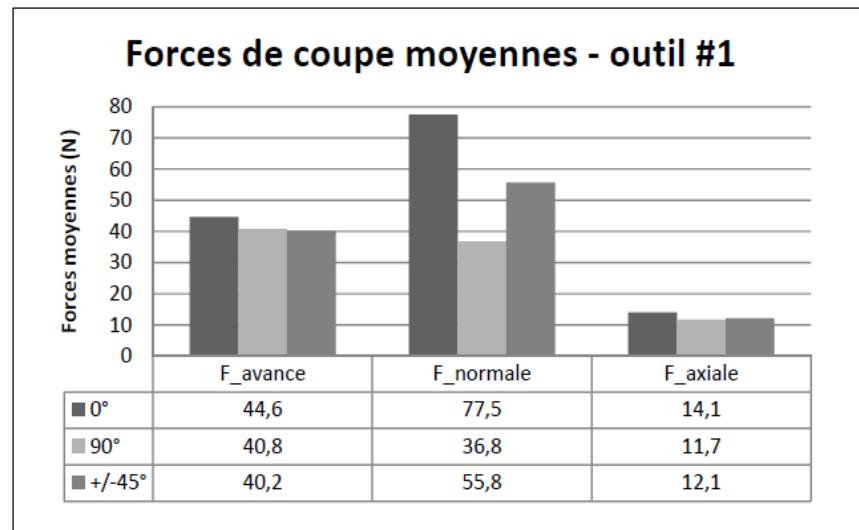


Figure 1.8 Forces de coupe moyennes pour les découpes avec l'outil CVD en fonction de l'orientation des fibres
Tirée de Delahaigue (2015)

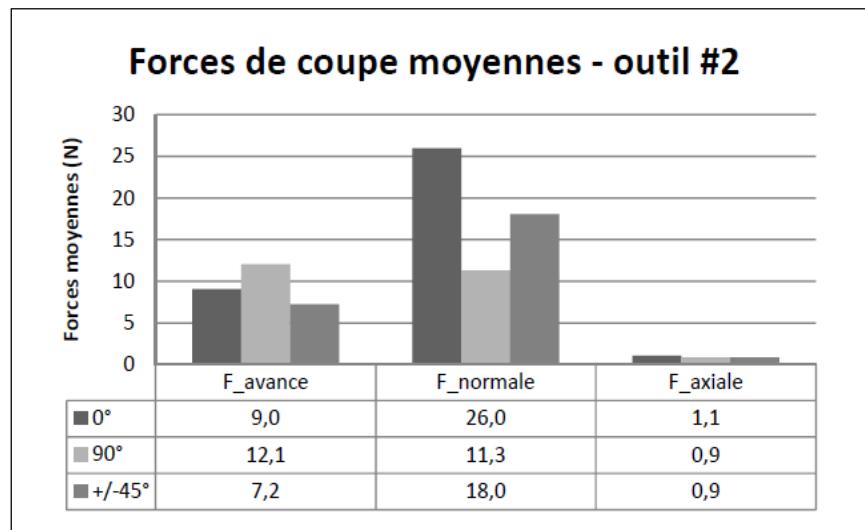


Figure 1.9 Forces de coupe moyennes pour les découpes avec l'outil PCD en fonction de l'orientation des fibres
Tirée de Delahaigue (2015)

Par ailleurs, une forte corrélation existe entre l'effort de coupe et l'avance par tour mais non entre l'effort de coupe et la vitesse de coupe, comme on peut le déduire à partir des résultats observés par H. Wang et al. (2016) (figure 1.10). Ces observations ont aussi été faites par Delahaigue (2015) dans ses travaux qui ont montré que les forces normales générées croissent de manière proportionnelle avec l'avance par tour. Au regard des analyses faites durant l'étude sur l'usinabilité de composites, une avance intermédiaire de 0,3 mm/tr avec l'outil 1 et 0,1 mm/tr pour l'outil 2 est recommandée. La vitesse de coupe n'a pas d'influence sur l'effort de coupe. Il est donc recommandé d'utiliser la vitesse maximale de coupe, par exemple une vitesse de 800 m/min dans le cadre de l'étude de Delahaigue (2015).

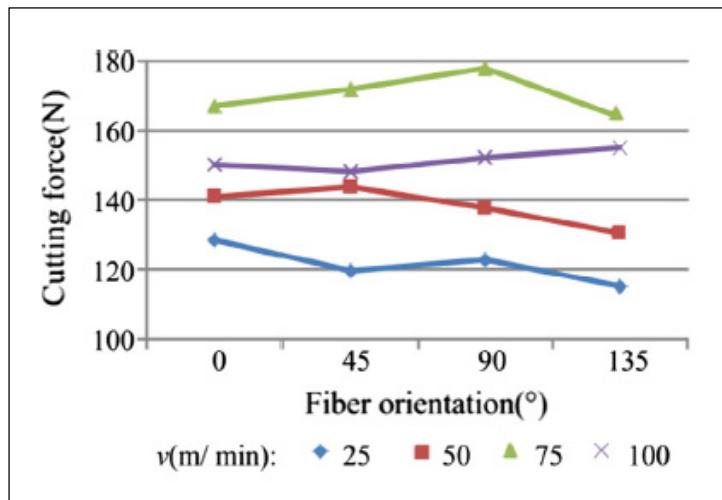


Figure 1.10 Variation de l'effort de coupe en fonction de l'orientation des fibres et la vitesse d'avance
Tirée de H. Wang et al. (2016)

1.3 Évaluation de l'état de surface après usinage

L'évaluation de l'état de surface est faite soit à partir de la mesure de la rugosité ou d'une inspection microscopique afin de déterminer l'intégrité de la surface de coupe. La rugosité et l'intégrité des surfaces sont des caractéristiques qui déterminent la bonne qualité d'un stratifié usiné. Pour satisfaire les spécificités en termes de qualité, plusieurs facteurs entrent en jeu, à savoir : les paramètres de coupe (la vitesse de coupe et d'avance), les forces dynamiques durant l'usinage, la géométrie et le type de matériau d'outil, les caractéristiques

de la matrice et le type de fibre, l'orientation de ces dernières et la rigidité du système de blocage de la machine. L'optimisation d'un seul de ces paramètres peut être insuffisante pour l'obtention de la qualité requise. Ainsi, on opte pour l'optimisation de la combinaison de ces paramètres afin de réduire les défauts qui entraînent une mauvaise qualité de surface.

1.3.1 La rugosité

Le résultat de l'optimisation étant aussi jaugé par la rugosité de surface, cette dernière est évaluée de plusieurs manières dans le plan (2D). Le choix à priori d'une ligne de référence est important dans le procédé de mesure des principales rugosités suivantes :

- Ra [μm] : la valeur moyenne arithmétique du profil réel ;
- Rp [μm] : la valeur du pic maximal par rapport à la ligne de référence ;
- Rc [μm] : la valeur du creux maximal entre deux pics consécutifs par rapport à la ligne de référence ;
- Rz [μm] : la valeur de la hauteur d'irrégularité de 10 points.

En outre, pour effectuer une analyse comparative basée sur les paramètres de rugosité, il est préférable de choisir les paramètres Ra et Rq (valeur quadratique) car ils sont moins sensibles au changement de forme de la surface avec l'orientation des fibres que les valeurs Ry et Rz qui sont plus sensibles dans les composites (Ramulu, 1997).

Les rugosités Ra et Rt ($Rc + Rp$) sont celles prises en compte par Bérubé (2012) dans l'évaluation de l'état de surface du composite carbone/époxy après détourage. Dans l'objectif d'établir les performances des outils de coupe employés, il obtient, à la suite d'une expérience, des rugosités variant de 0,8 à 12,5 μm . Toutefois, les valeurs de rugosité dans différentes expériences varient en fonction de l'orientation des fibres avec des paramètres constants de coupe (Bérubé, 2012; Delahaigue, 2015). Ainsi, l'orientation de fibres ayant une rugosité faible est celle de 0° . En outre, l'orientation des fibres ayant une rugosité arithmétique et totale élevée est celle à -45° qui fournit une valeur de 2 à 3 fois supérieure à celle obtenue avec une orientation à 0° .

L'observation précédente sur l'influence de l'orientation des fibres sur la rugosité est basée uniquement sur deux paramètres de rugosité (R_a et R_t). Une analyse plus large sur l'influence de l'orientation des fibres sur l'état de surface a été faite par J. F. Chatelain, Zaghbani, et Monier (2012). Contrairement à Bérubé (2012), cinq types de rugosités sont évalués. Les orientations considérées dans le stratifié CFRP sont 0° , 45° , 90° , et 135° (-45°). L'usinage est fait à vitesse de coupe constante de 650 m/min et une vitesse d'avance de 0,433 mm/tr. À partir des résultats regroupés dans le tableau 1.1, on remarque que la rugosité est beaucoup élevée pour les fibres orientée à 135° ce qui est en concordance avec l'observation faite par Bérubé (2012). Cependant, l'orientation qui fournit une faible rugosité est celle de 45° (J. F. Chatelain et al., 2012; Ghafarizadeh, Lebrun, & Chatelain, 2016).

Tableau 1.1 Valeur moyenne de rugosité de l'échantillon 10
Tiré de J. F. Chatelain et al. (2012)

AVERAGE ROUGHNESS VALUES FOR COUPON #10					
Ply angle	av. R_a (μm)	av. R_q (μm)	av. R_p (μm)	av. R_v (μm)	av. R_z (μm)
0°	1.0	1.3	5.8	3.7	9.6
45°	0.7	1.1	5.4	3.1	8.5
135°	3.8	4.8	10.6	16.1	26.9
90°	1.0	1.5	6.0	3.8	9.7

Selon J. F. Chatelain et al. (2012), les explications des valeurs obtenues dans le tableau ci-dessus trouvent aussi leur origine par le mode de rupture des fibres. Pour ce qui est du mode de rupture pour les orientations à 135° , il est de type flexion comme on peut l'observer dans la figure 1.11 qui présente les 4 modes d'usinage. En outre, la rugosité quant à elle, varie en fonction de la vitesse d'avance et non en fonction de la vitesse de coupe comme on peut observer dans la figure 1.12.

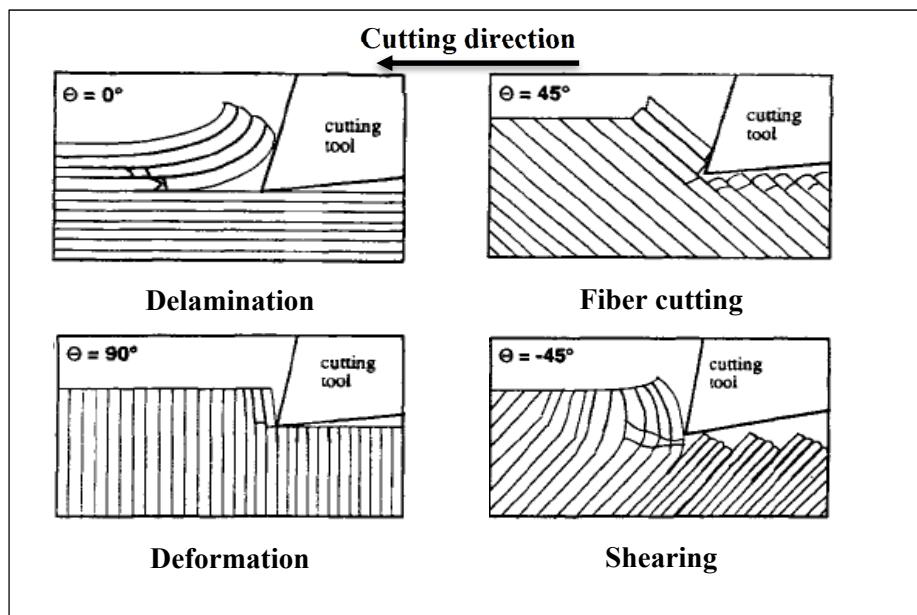


Figure 1.11 Comparaison des 4 modes d'usinage
Adaptée de Ramulu (1997)

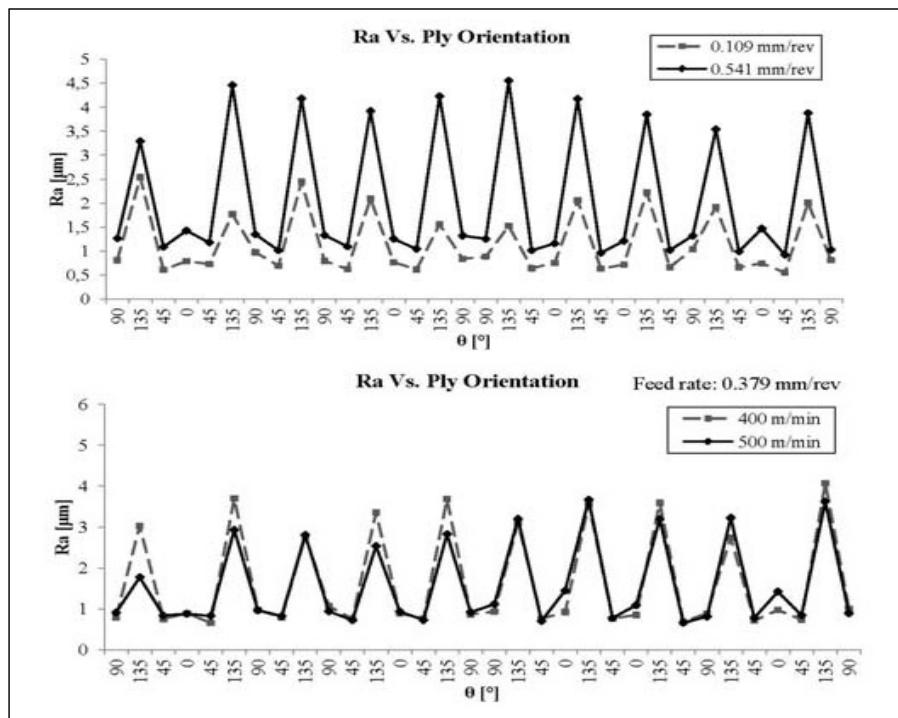


Figure 1.12 Variation de la rugosité de surface en fonction de l'orientation des fibres à vitesse d'avance et de coupe différente
Tirée de J. F. Chatelain et al. (2012)

1.3.2 Intégrité de la surface de coupe

1.3.2.1 Les défauts de coupe

Certes, il faut contrôler les paramètres qui entrent en jeu dans le procédé d'usinage, mais le choix optimal de l'outil de coupe est important pour la réduction des défauts (Ha, Kim, Yang, & Cho, 2017). Les défauts de coupe observés déterminent le niveau d'intégrité de la surface de coupe. Ainsi, après le passage de l'outil de coupe durant l'usinage des composites, différents types de défauts sont observés, parmi lesquels le délaminaison, l'enlèvement de la matrice, les brûlures et la décomposition des surfaces usinées dues à une température de coupe supérieure à celle de la transition vitreuse. Par ailleurs, les défauts généralement observés sont décrits en 4 types présentés à la figure 1.13.

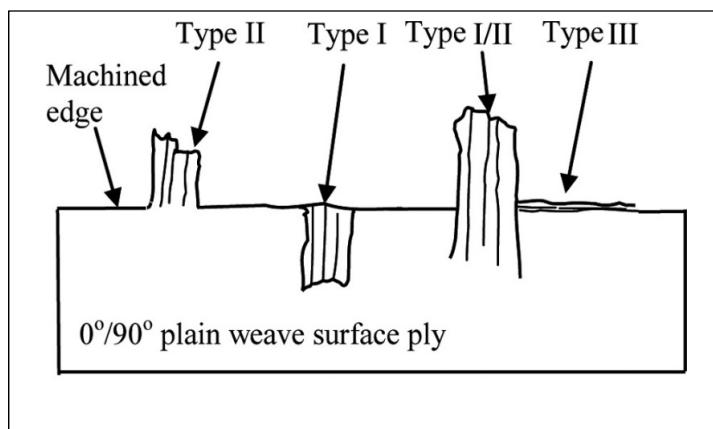


Figure 1.13 Les différents types du délaminaison
Tirée de Sheikh-Ahmad, Urban, et Cheraghi (2012)

Type I : zone de surface où les fibres sont arrachées ;

Type II : zone de surface où les fibres non coupées dépassent la surface usinée ;

Type I/II : zone de surface où sont combinés les types I et II ;

Type III : zone de surface où les fibres se décollent partiellement et parallèlement à la surface usinée.

1.3.2.2 Facteurs influençant les défauts

Le délaminage, un des défauts importants observés après l'usinage, est considéré comme inacceptable par l'industrie au-delà de 1,5 mm de profondeur (Sheikh-Ahmad et al., 2012). Or, plusieurs facteurs de coupe ont une incidence sur l'intégrité de surface. Le choix de l'outil et la forme des dents de coupe favorisent aussi l'élimination des défauts comme les fibres non coupées (Velayudham & Krishnamurthy, 2007). Ainsi, l'utilisation d'une fraise en bout à 4 cannelures et l'utilisation d'un outil composite dont la forme des dents est de type treillis (sans d'angle d'hélice) créent différents défauts. Le premier outil laisse les fibres non coupées au bord supérieur (figure 1.14 a) tandis que le deuxième ne laisse aucune fibre non coupée (figure 1.14 b) mais la surface est plus rugueuse (Ha et al., 2017).

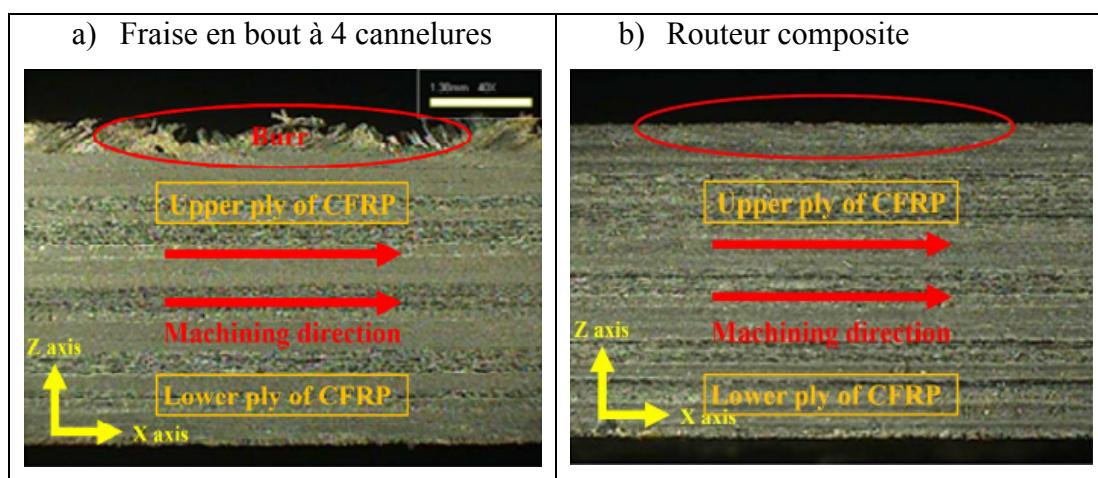


Figure 1.14 Photographie en coupe des éprouvettes usinées en fonction de la forme de l'outil
Tirée de Ha et al. (2017)

L'orientation des fibres est un autre facteur. Elle est associée aux différents types de délamination observé à la figure 1.13 (Colligan & Ramulu, 1991). Ainsi, les défauts du type I sont associés à une orientation de 90°. Les défauts du type II sont associés à une orientation de 135° (-45°). Les défauts du type III sont associés à une orientation de 0°. Ces défauts, pour la plupart, s'expliquent par le manque de support d'appui sur les bords inférieurs et supérieurs du stratifié (Sheikh-Ahmad et al., 2012).

Les paramètres de coupe sont aussi des facteurs à considérer : la vitesse d'avance, la vitesse de coupe, la profondeur de coupe et la distance de coupe (Sheikh-Ahmad et al., 2012). Les trois facteurs ont une relation avec l'épaisseur effective du matériau à enlever durant la coupe telle que :

$$a_{eff} = a_e \frac{v_f}{v_c} \quad (1.1)$$

où a_e est la profondeur radiale de coupe, v_f est la vitesse d'avance et v_c est la vitesse de coupe. En réalisant ainsi une expérience sur deux distances l_c de coupe différentes à savoir 3 m et 26 m, Sheikh-Ahmad et al. (2012) ont étudié les liens entre la vitesse de coupe, la vitesse d'avance et la profondeur radiale en déterminant la profondeur de délamination en fonction des paramètres de coupe (figures 1.15 et 1.16).

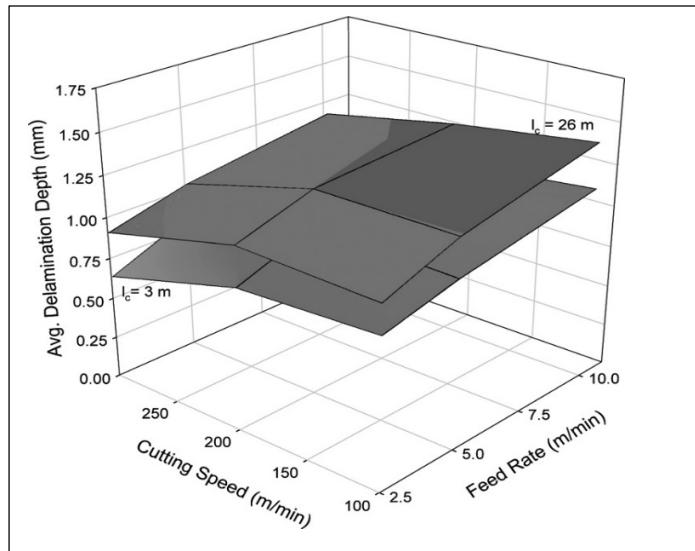


Figure 1.15 Effets des paramètres de coupe sur la profondeur moyenne de délamination
Tirée de Sheikh-Ahmad et al. (2012)

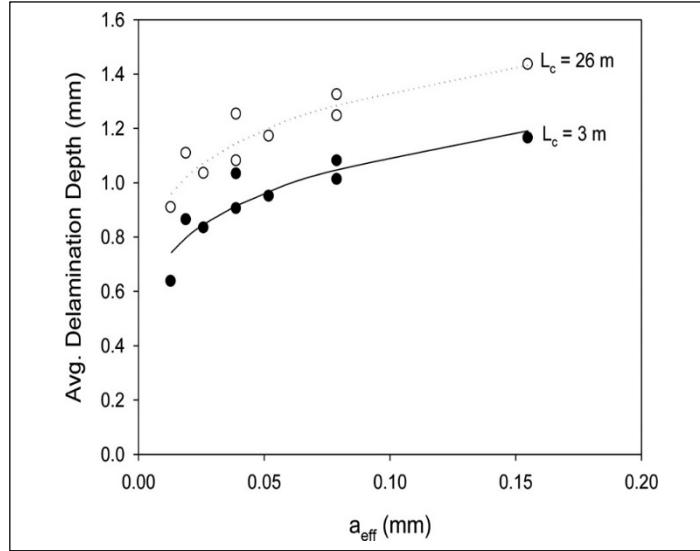


Figure 1.16 Variation de la profondeur moyenne de délamination avec l'épaisseur effective du copeau pour les outils tranchants et usés
Tirée de Sheikh-Ahmad et al. (2012)

Ainsi, en combinant les paramètres de coupe a_e , v_f et v_c sur deux distances de coupe distinctes l_c , il a été observé à partir de la figure 1.15 une profondeur moyenne de délamination basse pour les vitesses d'avance faibles et les vitesses de coupe élevées. En outre, une augmentation de la profondeur moyenne de délamination s'explique par une combinaison avec des vitesses d'avance élevées et des vitesses de coupe faibles. Ces résultats, obtenus en figure 1.15 et reportés en deux dimensions dans la figure 1.16, montrent une grande sensibilité du déclaminage à la variation de l'épaisseur du copeau et l'usure de l'outil avec des vitesses d'avance faibles et des vitesses de coupes élevées. Cependant, l'expérience étant menée pour un seul outil, à savoir une fraise à bavure, il serait plus intéressant d'utiliser deux outils distincts, dont un à l'état d'usure et l'autre à l'état neuf, afin de distinguer nettement l'effet de l'usure sur la profondeur moyenne de délamination.

Dans une opération de rainurage sur un stratifié CFRP de séquence $[(45^\circ/0^\circ/135^\circ/90^\circ)_5]_{s40}$, les fibres à 45° subissent une réorientation entraînant une délamination de surface. Ce défaut est une conséquence de la génération de forces élevées durant l'usure de l'outil et le ramolissement de la matrice (El-Hofy et al., 2011).

La réduction de température de coupe par l'utilisation d'air réfrigéré améliore l'état de surface usiné en termes de rugosité avec des vitesses de coupe et d'avance élevées. Cependant, la vitesse d'avance est le facteur qui contribue en grande partie à l'intégrité avec un taux de 57,5 % (ANOVA) par rapport aux autres facteurs pris en compte, à savoir : la vitesse de coupe, le matériau de l'outil (WC et PCD) et les conditions de coupe (air sec et réfrigéré). La bonne corrélation entre la vitesse d'avance et le facteur de délamination a été confirmée par Babu, Babu, et Gowd (2013). Pour ce qui est de la combinaison des vitesses de coupe et d'avance élevées dans l'optique d'améliorer l'intégrité de la surface usinée, cela est valable pour une opération de rainurage. Dans les opérations de détourage, par contre, une combinaison de vitesses de coupe élevées et de faibles vitesses d'avance améliore la rugosité de surface (Sheikh-Ahmad et al., 2012).

Outre les facteurs influençant l'état de surface de coupe, l'emploi des additifs peut jouer un grand rôle dans la réduction de la rugosité et, par conséquent, sur la qualité de surface. Bien qu'il n'y ait pas assez d'études visant à améliorer la qualité de surface avec l'ajout des additifs, Lasseur (2017) obtient les résultats de rugosité en employant différents additifs, soit l'agent mouillant « WA », l'argile « C » et la cire « W » (figure 1.17). On peut observer que l'unique stratifié ayant une augmentation de 53 % de rugosité par rapport au stratifié de référence (E) est celui auquel a été ajouté de l'agent mouillant (E/WA). Pour les autres stratifiés incluant des additifs, on observe une nette réduction de rugosité.

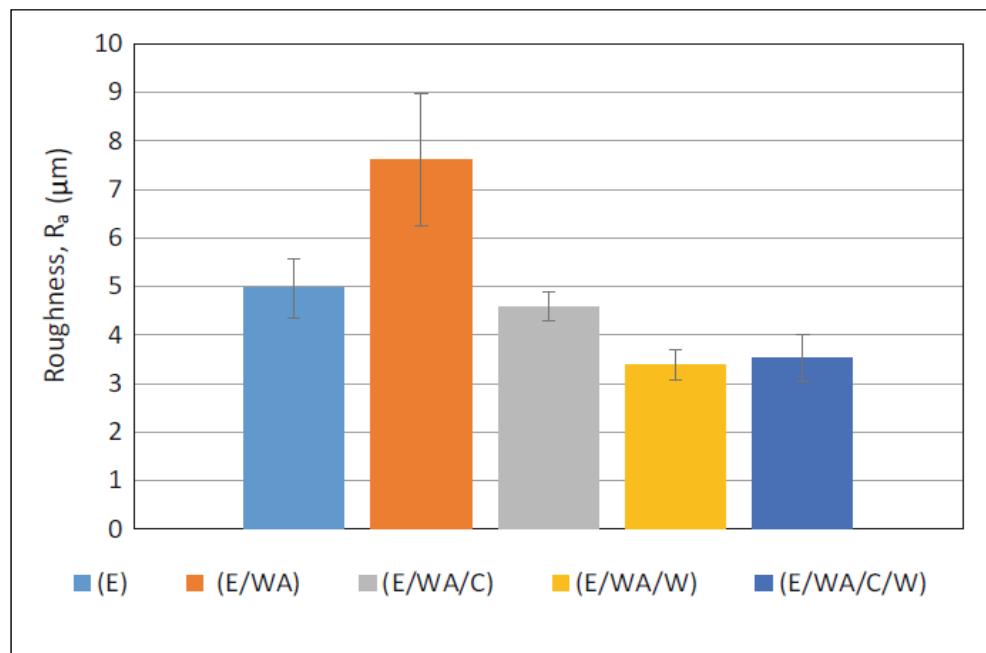


Figure 1.17 Graphique de comparaison des rugosités de surface
Tirée de J.-F. Chatelain et al. (2019)

1.4 Apports des additifs sur les propriétés mécaniques des composites

Les additifs sont des particules utilisées dans la modification des caractéristiques de la matrice des matériaux composites. Cette modification a pour but d'améliorer les performances des composites. Les additifs principalement utilisés sont des argiles du groupe de phyllosilicates. Les phyllosilicates sont des empilements contenant de feuillets tétraédraux (T) et octaédraux (O). Le feuillet tétraédral a un apport principal en silice suivi de Al ou Fe^{+3} tandis que le feuillet octaédral a un apport des éléments suivants : Al, Mg et Fe (Bailey, 1980; Tjong, 2006). Ainsi, on peut avoir des empilements de type TO, TOT et TOT : O. Par ailleurs, chaque type d'empilement apporte les propriétés spécifiques suivantes : une chimie d'intercalation très riche qui facilite chimiquement la modification de l'empilement et la compatibilité avec les polymères organiques pour une dispersion à l'échelle du nanomètre; la disponibilité et l'accessibilité dans la nature sous différentes formes, dont la forme minéralogique pure à faible coût (Z. Wang & Pinnavaia, 1998). Étant donné ces propriétés, le procédé et le dosage des additifs dans la préparation de la résine jouent un rôle important dans l'obtention des propriétés désirées.

1.4.1 Procédé et dosage des additifs

Le procédé de préparation de la résine peut se faire avec un mélangeur mécanique, suivi de l'utilisation d'une machine à ultrason. Une alternative à la machine à ultrason est l'utilisation des tensioactifs sur de l'argile avant tout autre mélange. En effet, les tensioactifs permettent l'échange des contre-ions alcalins de l'argile avec un cation tensioactif organique afin de favoriser la miscibilité de l'argile à d'autres polymères (Pavlidou & Papaspyrides, 2008; Zhang, Wang, Wang, Wang, & Li, 2004) (figure 1.18).

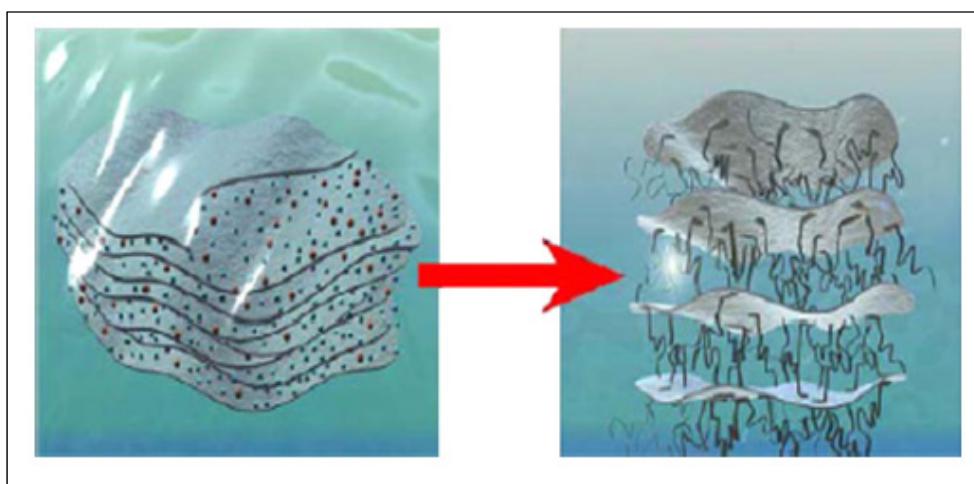


Figure 1.18 Réaction schématique d'échange d'ions
Tirée de Pavlidou et Papaspyrides (2008)

L'homogénéité des propriétés dans un stratifié requiert une bonne dispersion des nanoparticules afin d'atteindre les propriétés souhaitées (Tjong, 2006). Dans un procédé qui n'utilise pas des tensioactifs, l'emploi des machines à ultrason après un mélange mécanique est de plus en plus répandu. L'utilisation unique d'un mixeur mécanique conduit à des agglomérats avec de petites quantités (Quaresimin, Salviato, & Zappalorto, 2012). L'ultrason favorise l'exfoliation des nanoparticules d'argile. Plusieurs chercheurs (Chen & Yang, 2002; Isik, Yilmazer, & Bayram, 2003; Lin, Lee, Hong, Yoo, & Advani, 2006) ont fait l'usage d'une machine à ultrason dans le but final d'améliorer les propriétés thermiques et mécaniques des composites.

L'orientation des fibres lors du procédé de mise en forme est un facteur à prendre en compte. En effet, sur 3 différents types d'éprouvettes coupées dans 3 zones différentes à savoir : à l'entrée, au centre et à la sortie du moule, la distribution des nanoparticules n'est pas similaire avec les fibres transversales. Par contre, lorsque les fibres sont placées en direction longitudinale durant la mise en forme, on obtient une bonne imprégnation contrairement à la direction transversale (Lin et al., 2006). Ainsi, une bonne imprégnation de nanoparticules implique une amélioration des propriétés mécaniques. Cependant, une telle amélioration dépend du dosage des différents additifs dans la résine.

Un dosage des quantités de 1,5 %, 3 et 5 wt% de nanoparticules d'argile a montré par le test de diffraction des rayons -X que les quantités de 1,5 et 3 wt% de particules d'argile ne révèlent pas de pic (Gurusideswar & Velmurugan, 2014; Zhang et al., 2004). Une absence de pic implique une bonne exfoliation des nanoparticules ou une bonne séparation des couches d'argile avec une distance entre elles supérieure à 7 nm (Gurusideswar & Velmurugan, 2014). Pour la quantité de 5 wt% de nanoparticules, le pic est observé. L'apparition du pic signifie la non exfoliation des couches d'argile. Par conséquent, le pic implique la présence d'agglomérats ou une accumulation de couches d'argile (Gurusideswar & Velmurugan, 2014). Un dosage inférieur à 3 wt% de nanoparticules d'argile conduit à une bonne exfoliation et, par conséquent, à une amélioration des propriétés thermiques (Isik et al., 2003; Zhang et al., 2004). En ce qui concerne les propriétés mécaniques, leur amélioration dépend de la quantité de dosage et le type de sollicitation mécanique. Pour les quantités supérieures à 3 wt%, l'homogénéité n'est pas assurée. Par conséquent, une amélioration des propriétés mécaniques n'est pas certaine.

1.4.2 Rupture en traction

L'évaluation des propriétés mécaniques en traction se fait par la détermination des contraintes et de la déformation au point de rupture maximale. Ces valeurs permettent ensuite de déterminer le module d'élasticité, à partir duquel on peut déterminer la ductilité et la fragilité du matériau. En général, les nanoparticules employées dans la préparation de la

résine, surtout celles à structure exfoliée d'argile, permettent une amélioration significative du module d'élasticité et de la contrainte (Gurusideswar & Velmurugan, 2014; Z. Wang & Pinnavaia, 1998).

La vitesse de déformation appliquée sur des éprouvettes influence fortement les propriétés de contrainte et de module d'élasticité à déterminer. Étant donnée cette sensibilité de la vitesse, il est observé que la contrainte et le module en traction augmentent avec la vitesse de déformation pour des stratifiés non modifiés (Gurusideswar & Velmurugan, 2014). La figure 1.19 montre en effet, les résultats des essais faits sur des composites à base de fibres de verre, selon la norme ASTM : D638-10. Les différentes vitesses de déformation utilisées sont les suivantes : 0,5; 5; 50 et 500 mm/min. Ces vitesses correspondent à des taux de variation nominale de 0,0006; 0,006; 0,06 et $0,6\text{ s}^{-1}$ obtenus en divisant la vitesse de déformation et la longueur de jauge (12,7 mm). Par ailleurs, la réponse contrainte-déformation est approximativement linéaire élastique jusqu'à la déformation de 10,2 % déterminant le point de rupture. Cette rupture est sous une charge presque statique (5 mm/min). En outre, la contrainte maximale augmente ensuite de 13,9 % pour une vitesse de déformation élevée ($0,6\text{ s}^{-1}$) (Gurusideswar & Velmurugan, 2014).

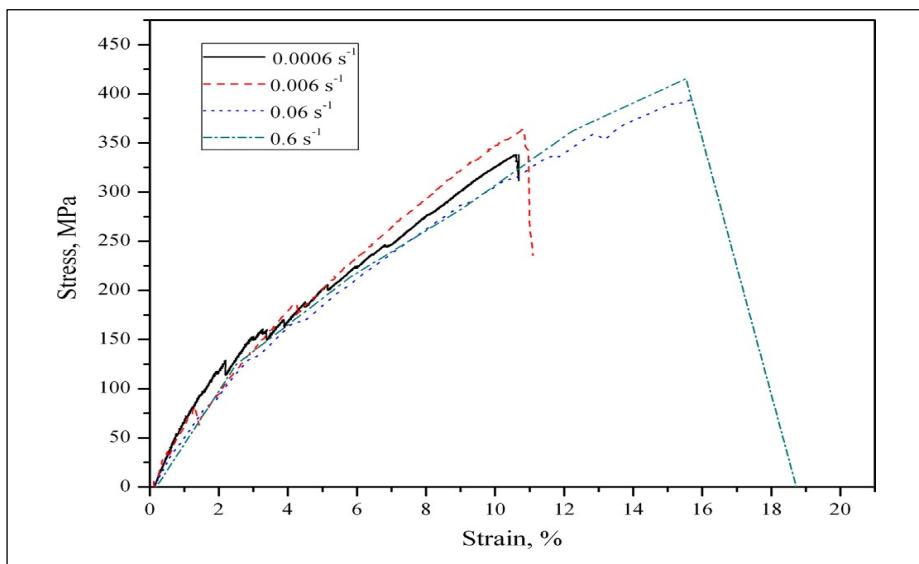


Figure 1.19 Courbes de contrainte et déformation des composites verre/époxy purs à différentes vitesses de déformation
Tirée de Gurusideswar et Velmurugan (2014)

L'introduction des phyllosilicates organophiles (Garamite 1958) comme des nanoparticules d'argile dans le composite à fibres de verre montre une similitude de comportement des différents échantillons correspondants (figure 1.20). En ce qui concerne la réponse contrainte-déformation avec l'ajout de 1,5 wt% de particules d'argile, elle est linéaire élastique et chute à un taux de déformation de 9,9 % sous une charge presque statique (5 mm/min). Cette réponse augmente jusqu'à 13,3 % du taux de déformation à vitesse de déformation élevée ($0,6\text{ s}^{-1}$) qui est également le point de rupture. Les tableaux 1.2 et 1.3 permettent de mieux constater les améliorations des propriétés dues à l'ajout des nanoparticules d'argile. Ainsi, on peut constater une légère amélioration de contrainte et de module pour des vitesses de déformation correspondant à $0,006\text{ s}^{-1}$ et $0,6\text{ s}^{-1}$. Une vitesse de déformation faible permet une bonne distribution de charge sur toute l'éprouvette avant sa rupture. Par conséquent, une vitesse de déformation de 5 mm/min ($0,006\text{ s}^{-1}$) montre effectivement l'amélioration des propriétés mécaniques en traction avec les nanoparticules d'argile.

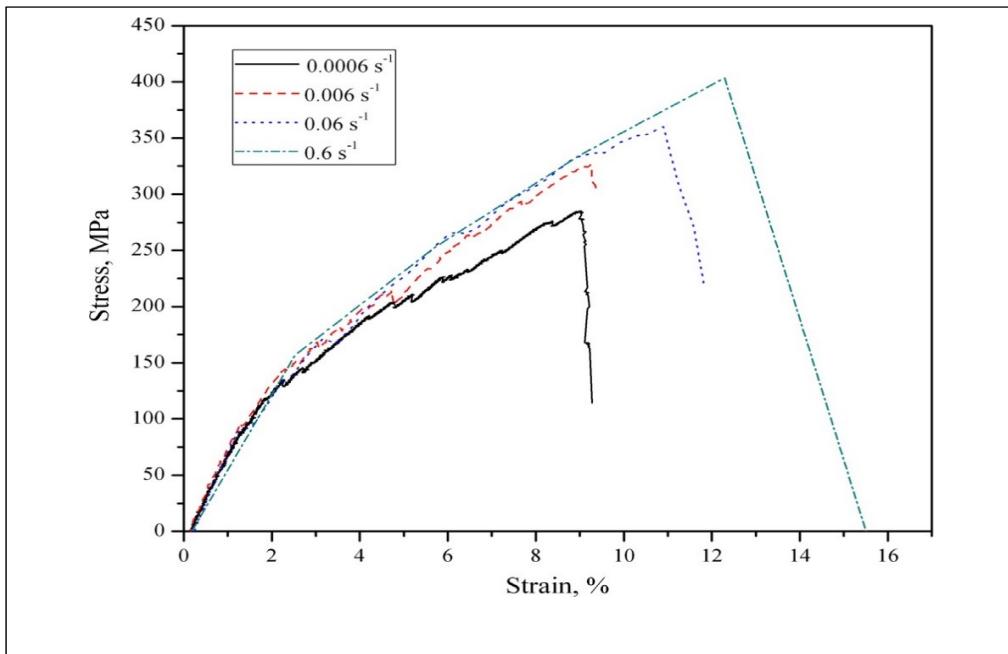


Figure 1.20 Courbes de contrainte et déformation des composites verre/époxy avec 1,5 wt% d'argile à différentes vitesses de déformation
Tirée de Gurusideswar et Velmurugan (2014)

Tableau 1.2 Propriétés mécaniques des composites verre/époxy à des différentes vitesses de déformation
Tiré de Gurusideswar et Velmurugan (2014)

Crosshead speed (mm/min)	Tensile modulus (GPa)	Tensile strength (MPa)	Tensile strain (%)	Strain rate (s^{-1})
0.5	7.52	325.92	10.16	0.0006
5	8.26	339.42	10.23	0.006
50	8.98	387.10	12.35	0.06
500	9.11	401.97	13.90	0.6

Tableau 1.3 Propriétés mécaniques des composites verre/époxy avec 1,5 wt% d'argile à des différentes vitesses de déformation
Tiré de Gurusideswar et Velmurugan (2014)

Crosshead speed (mm/min)	Tensile modulus (GPa)	Tensile strength (MPa)	Tensile strain (%)	Strain rate (s^{-1})
0.5	7.75	319.22	9.95	0.0006
5	8.95	343.16	9.99	0.006
50	9.59	378.21	11.44	0.06
500	9.91	402.01	13.32	0.6

Les résultats de Gurusideswar et Velmurugan (2014) se rapprochent de ceux de Zhou, Hosur, Jeelani, et Mallick (2012) dans les tests mécaniques en tension. Par ailleurs, la quantité d'argile optimale utilisée lors de la mise en forme est de 2 wt% après analyses. Ainsi, l'amélioration obtenue est de 11 % sur la résistance à la traction ultime et de 4,1 % sur la déformation au point de rupture tout en conservant le module (figure 1.21). Ainsi, les particules d'argile contribuent à améliorer les contraintes maximales et les déformations en traction.

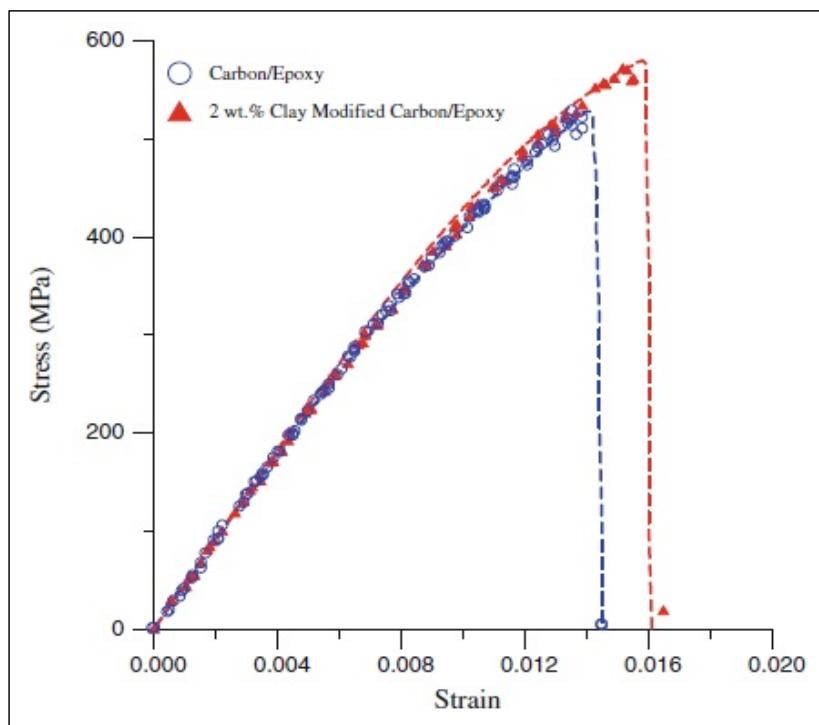


Figure 1.21 Courbes de contrainte-déformation en traction
des CFRP purs et nano-modifiés
Tirée de Zhou et al. (2012)

Une amélioration des propriétés mécaniques avec un dosage allant jusqu'à 10 wt% de nanoparticules d'argile (montmorillonite) a été réalisée par (Z. Wang & Pinnavaia, 1998). Par conséquent, une amélioration des propriétés mécaniques dépend aussi du type d'argile employé dans la préparation de la résine (Tjong, 2006). Il est possible aussi de noter une tendance dégradante des propriétés mécaniques quel que soit le dosage des particules d'argile (figure 1.22).

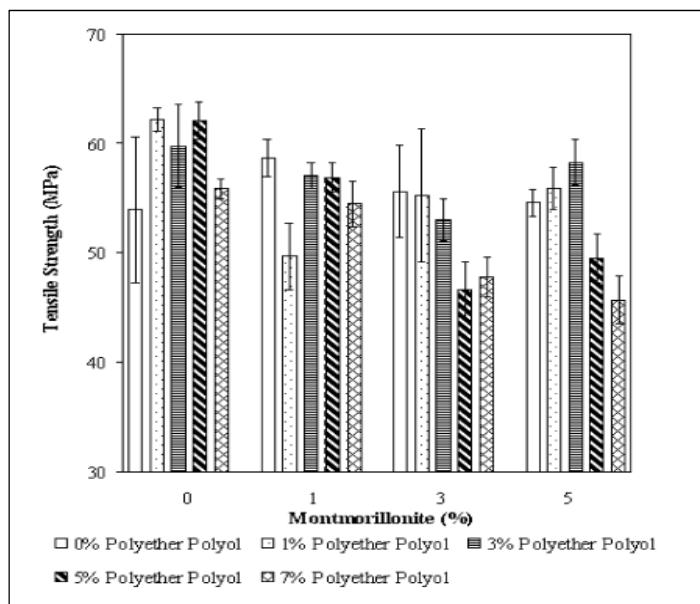


Figure 1.22 Contrainte en traction vs wt% d'argile (Cloisite 30B) et polyéther polyol
Tirée de Isik et al. (2003)

1.4.3 Rupture en flexion

Les propriétés de rupture en flexion varient aussi en fonction de la quantité de nanoparticules d'argile. En outre, les feuilles d'argile doivent être exfoliées afin d'assurer l'influence de l'argile sur les propriétés en flexion. Pour mettre en évidence l'apport bénéfique d'une exfoliation des particules d'argile aux propriétés que pourraient avoir un stratifié, Lin et al. (2006) font une préparation de résine suivant 3 méthodes différentes, dont une consiste à utiliser une machine à dispersion ultrasonique. Après une analyse des données issues de la diffraction par rayon-X, le procédé incluant la machine ultrasonique confirme les résultats sur la bonne exfoliation des nanoparticules d'argile.

Les éprouvettes en composite verre/époxy/argile dont les dimensions sont 100 x 12 x 3 mm, sont préparées pour les essais de flexion trois-points avec une distance entre les supports de 60 mm. Les tests sont basés sur la norme ASTM D790-97 avec la procédure standard A. Les résultats ont montré une sensible croissance du module de flexion avec l'augmentation des quantités d'argile et une diminution de contrainte (figure 1.23). Par contre, en ce qui

concerne la déformation, celle-ci diminue avec l'augmentation de la concentration d'argile, ce qui entraîne une diminution de la ductilité (figure 1.24).

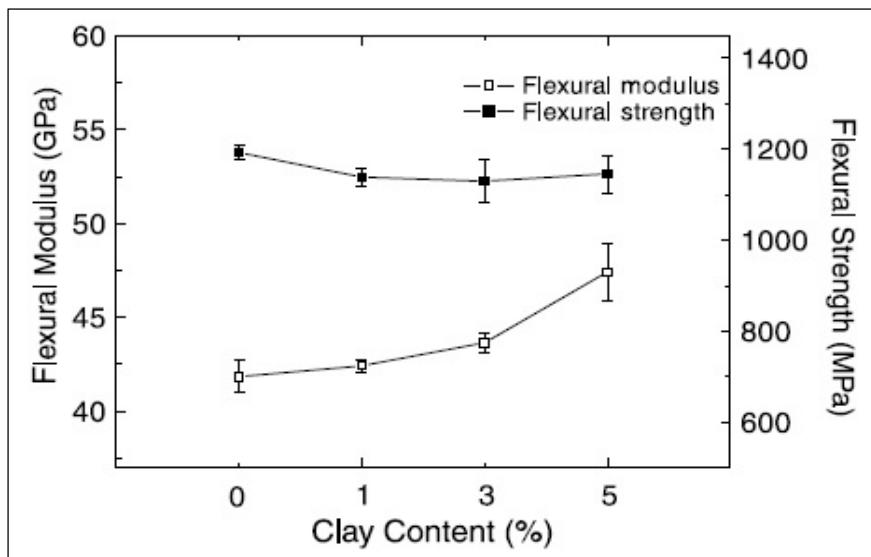


Figure 1.23 Propriétés en flexion des nano-composites avec différentes quantités d'argile dans la direction de la fibre
Tirée de Lin et al. (2006)

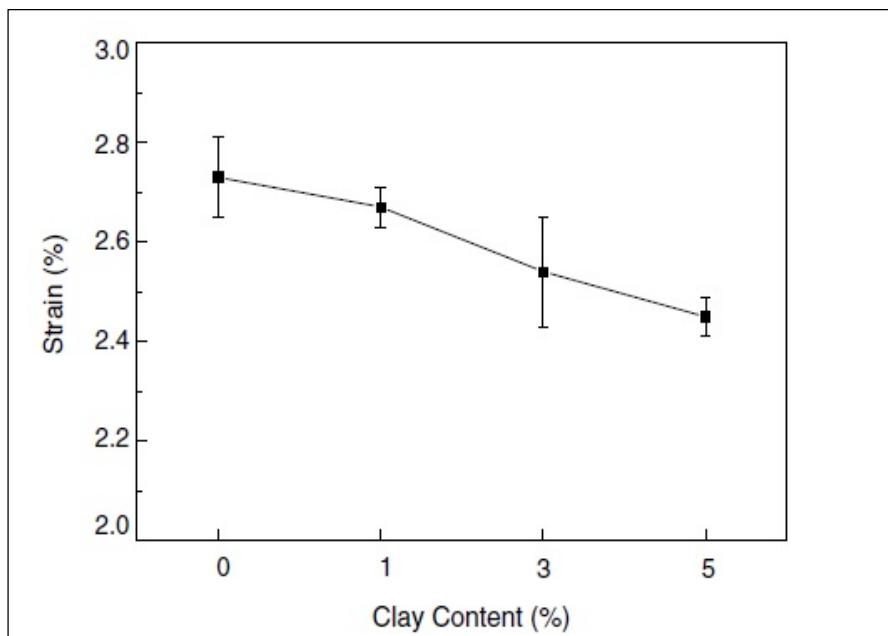


Figure 1.24 Déformation à la flexion au point de rupture avec différentes quantités d'argile dans la direction de la fibre
Tirée de Lin et al. (2006)

L'orientation des fibres lors du procédé de mise en forme a une influence sur la distribution des nanoparticules et par conséquent sur les propriétés mécaniques. En effet, 3 différents échantillons sont coupés à 3 endroits différents, à savoir : à l'entrée, au centre et à la sortie du moule. Lorsque les fibres sont placées en direction longitudinale durant la mise en forme, on obtient une bonne imprégnation contrairement à la direction transversale (Lin et al., 2006).

Les résultats du comportement mécanique du composite verre/époxy/argile concordent en partie avec ceux obtenus par Zhou et al. (2012) pour les composites sans fibres et réalisés avec un autre procédé de mise en forme. Ainsi, jusqu'à une quantité de 2 wt% d'argile, le module de stockage croît en fonction de la température après une analyse DMA (Dynamic Mechanic Analysis) croît. Ensuite, il décroît avec les quantités supérieures à 2 wt%. Selon la norme ASTM D790-86, la courbe de contrainte pour le test de flexion en fonction de la déformation est optimale pour une quantité de 2 wt% (figure 1.25).

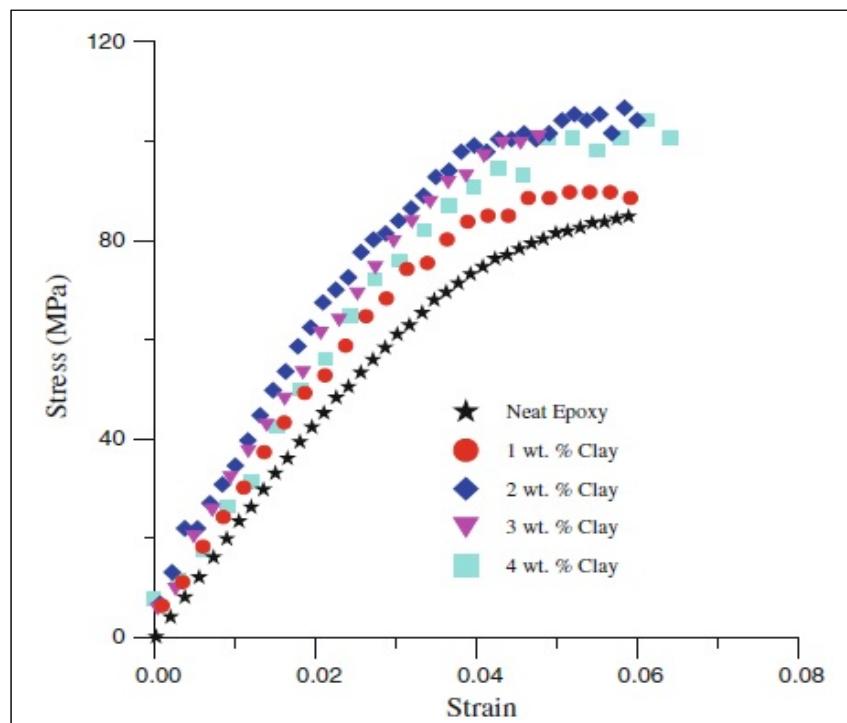


Figure 1.25 Courbes de contrainte-déformation du matériau
Tirée de Zhou et al. (2012)

Pour la quantité optimale (2 wt% d'argile), les éprouvettes de fibres de carbone de dimension 56 x 25 x 2 mm sont réalisées. Le test de flexion est appliqué selon la norme ASTM D790 et avec une distance entre les supports (span) de 32,2 mm. Le comportement en flexion du stratifié CFRP (Carbon Fiber Reinforced Polymer) est amélioré en contrainte maximale de 13,5 % et en déformation maximale de 7,9 % par rapport aux échantillons avec de l'époxy non modifié. Cependant, le module reste invarié (figure 1.26).

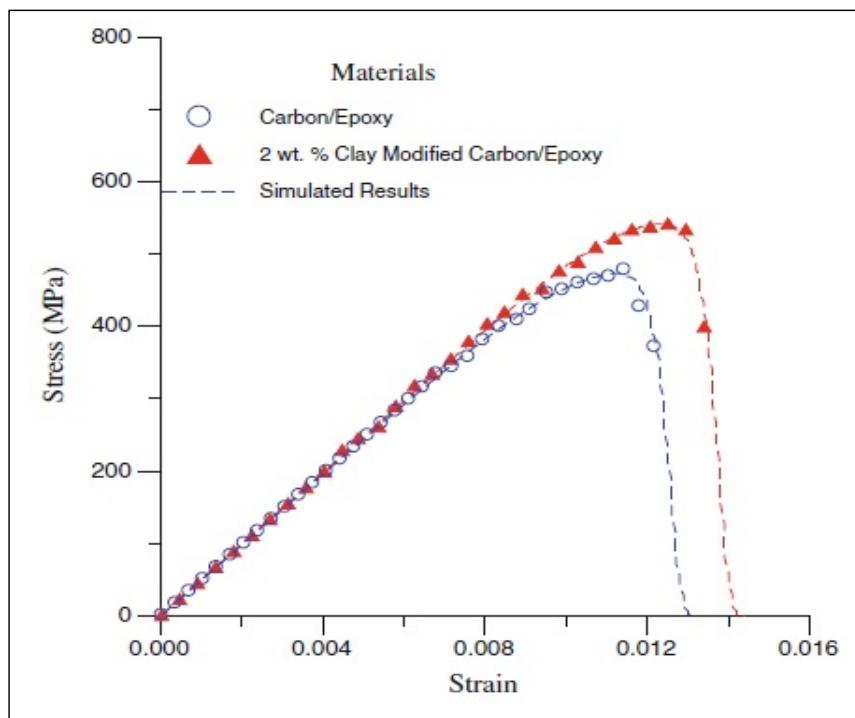


Figure 1.26 Courbe contrainte-déformation à la flexion des CFRP pures et nano-modifiés
Tirée de Zhou et al. (2012)

D'après les différents résultats observés de Zhou et al. (2012) et Lin et al. (2006), les particules d'argile conduisent certainement à une amélioration des performances mécaniques. Par ailleurs, d'autres intérêts comme la réduction de la température de coupe mènent, à l'utilisation d'autres particules telles les particules de cire. Agissant comme un lubrifiant, les particules de cire ont pour effet la réduction de la température lors de l'opération de coupe (Lasseur, 2017). Pour ce qui est des essais mécaniques de flexion, les éprouvettes sont réalisées selon la norme ASTM D7264 (flexion 3). Ainsi, suite aux observations faites,

l'ajout des additifs diminue les contraintes maximales en flexion (Lasseur, 2017) (figure 1.27).

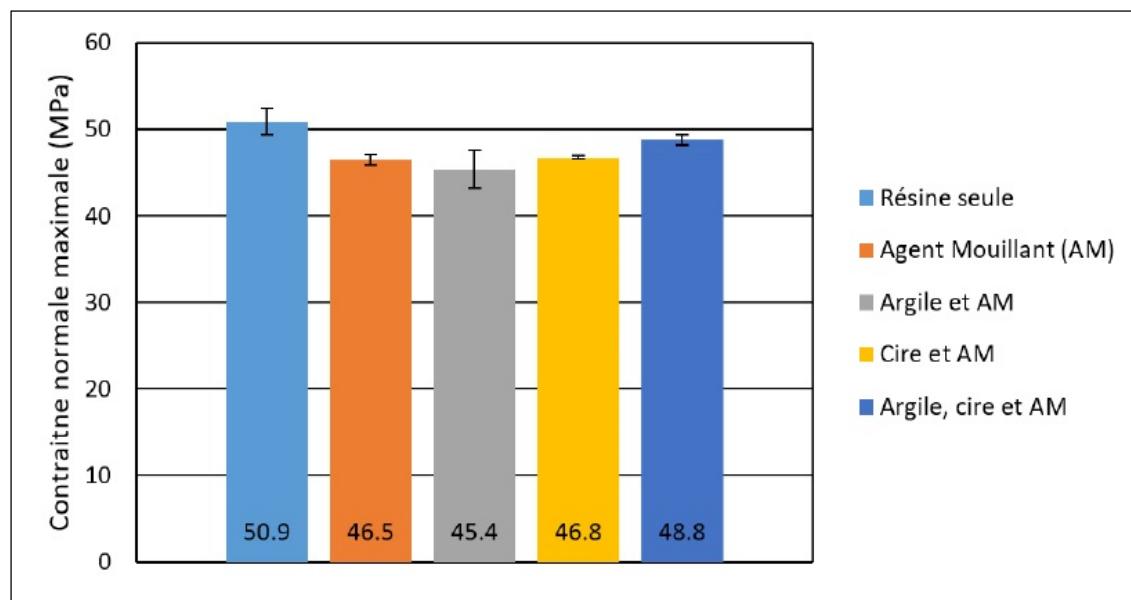


Figure 1.27 Graphique des contraintes normales maximales
Tirée de Lasseur (2017)

Contrairement aux études de Zhou et al. (2012) où seule l'argile est employée comme additif et conduit à une amélioration des propriétés mécaniques en flexion, on observe une réduction de contrainte avec une combinaison d'additifs agent mouillant (AM) et argile. Les particules de cire associées à l'agent mouillant ne fournissent pas aussi une amélioration des contraintes en flexion. Toutefois, une combinaison argile + cire + AM n'a qu'une réduction limitée (4 %) de contrainte par rapport au stratifié de référence (résine seule) contenant uniquement la résine comme matrice. L'observation de contrainte en flexion est similaire à celle faite pour les travaux de Lin et al. (2006).

En outre, la déformation à la rupture, a une tendance similaire à la contrainte maximale. Cependant, on observe un écart type du taux de déformation assez important pour les échantillons de référence. En y ajoutant des additifs, ce taux de déformation diminue

(figure 1.28). Ceci traduit l'augmentation de la rigidité sous l'effet des additifs, ce qui est également confirmé par Lin et al. (2006).

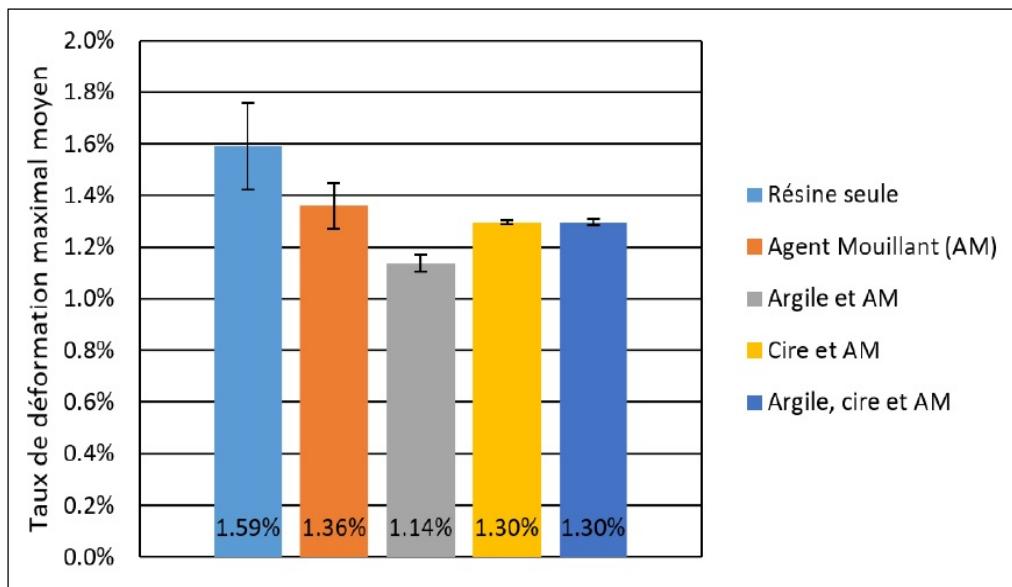


Figure 1.28 Graphique de comparaison des taux de déformation
Tirée de Lasseur (2017)

1.4.4 Rupture en cisaillement

L'amélioration des propriétés hors plan d'un stratifié est un défi difficile à relever. Ainsi, face à une sollicitation transversale, les contraintes les plus faibles sont généralement en cisaillement voire en rupture inter-laminaire. C'est ainsi que Quaresimin et al. (2012) dans leur recherche, analysent le comportement à la rupture et les propriétés inter-laminaires des composites nano-modifiés à fibres de verre. Les particules d'argile utilisées dans la mise en forme sont des montmorillonites de la famille des phyllosilicates (RXG7000 et le Cloisite 30B). Les pourcentages massiques utilisés durant les expériences sont 1, 3 et 5 %. Avec l'augmentation du pourcentage massique pour le RXG7000 et le 30B, il est observé une meilleure dispersion pour le RXG7000. Les essais en cisaillement inter-laminaire jusqu'à la rupture sont effectués sur 3 échantillons d'épaisseur 4 mm pour chaque type d'argile. Les

essais suivent la norme ASTM D2344 avec une vitesse de contrôle de 1 mm/min. Les résultats obtenus sont présentés dans la figure 1.29.

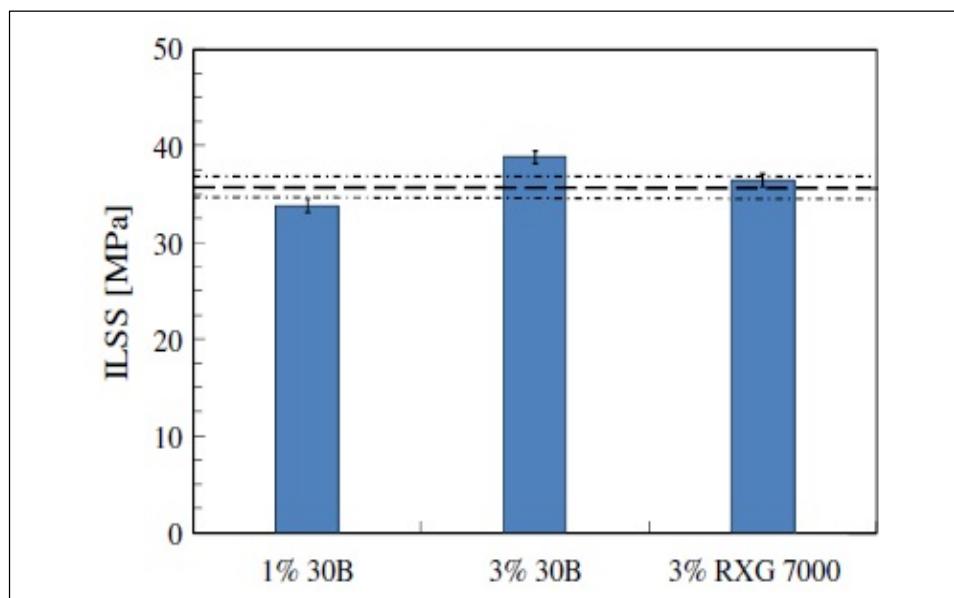


Figure 1.29 Comparaison des propriétés de cisaillement inter-laminaire pour les stratifiés à époxy purs et nano-modifiés (la bande d'écart pour les stratifiés à époxy purs est représentée par les lignes pointillées)
Tirée de Quaresimin et al. (2012)

Ainsi, les résultats de la figure 1.29 montrent une légère amélioration de la résistance au cisaillement pour ce qui est du stratifié avec 3 wt% de particules d'argile (Cloisite 30B). Les stratifiés contenant 3 wt% de particules d'argile RXG7000 ne présentent pas une amélioration significative considérant l'écart de variation de résistance pour des stratifiés à époxy purs (Quaresimin et al., 2012). Cependant, les résultats sont obtenus avec 3 échantillons pour chaque type d'argile. Toutefois, un minimum de 5 échantillons pour chaque type d'argile comme recommande la même norme (ASTM D2344), permettrait d'observer la possibilité d'une quelconque amélioration ou pas des contraintes avec l'argile RXG7000.

Kong et Wang (2009) dans leur recherche sur la résistance inter-laminaire des stratifiés de phtalate de diallyle renforcés de fibres de verre, utilisent 2 types de nano-argile à base de montmorillonite (DK2 et le MHAB-MMT). La technique de mise en forme des stratifiés est

celle de moulage au contact. Suivant la norme ASTM D 2344-84, le test au cisaillement avec une vitesse transversale de 2 mm/min donne comme résultat une amélioration de 7,64 % et 14,8 % pour des stratifiés contenant respectivement le DK2 et le MHAB-MMT. D'où l'efficacité de transfert de contrainte interfaciale matrice/argile et la réduction de la concentration locale de contrainte (Kong & Wang, 2009).

En ce qui concerne la résistance au cisaillement, Lasseur (2017) fait des observations sur la base des résultats obtenus en figure 1.30. Ainsi, une diminution de 22,56 % de la résistance au cisaillement inter-laminaire pour les échantillons résine + agent mouillant (AM) est constatée par rapport à ceux de référence (résine non modifiée). Puis, en y ajoutant des particules de cire uniquement à l'agent mouillant, la résistance reste presque invariée. D'où la non-influence de la cire dans la diminution de la résistance au cisaillement qui est observée. Ensuite, les échantillons résine + AM + argile sembleraient améliorer la résistance en cisaillement par rapport à ceux des contenants résine + AM d'un pourcentage de 8,4 %. En outre, Kong et Wang (2009) ont fait aussi des observations similaires dans leurs travaux de recherche.

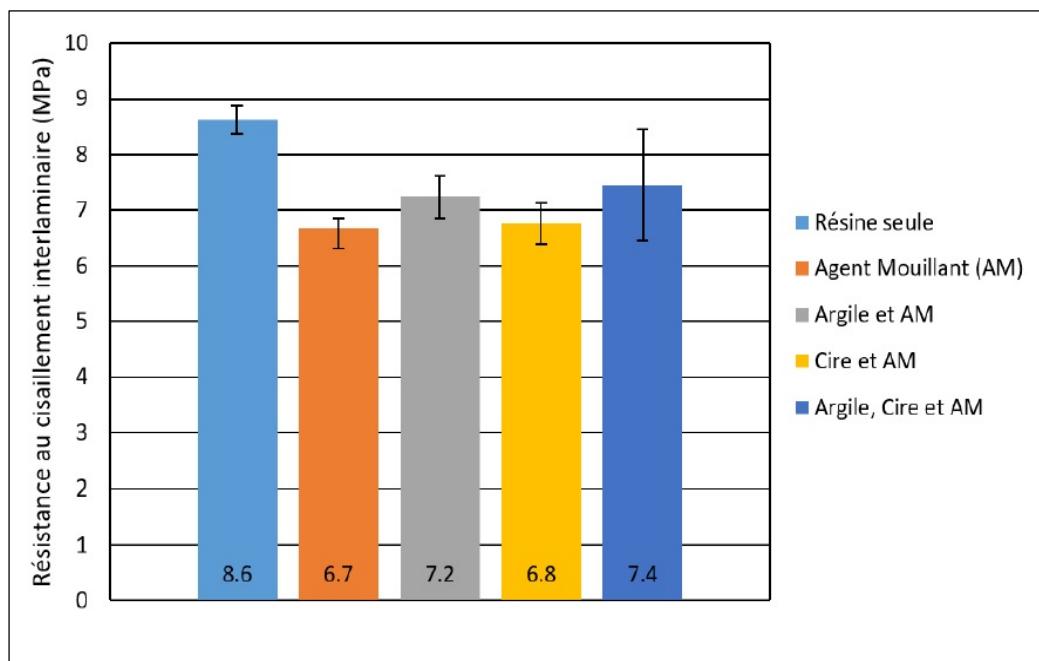


Figure 1.30 Graphique de comparaison des performances mécaniques en cisaillement
Tirée de Lasseur (2017)

1.4.5 Résistance à la fatigue

Certaines applications ou structures sensibles en composites bénéficieraient à avoir une bonne résistance élevée à la fatigue durant leur cycle de vie. Car le coût de réparation des parties endommagées par la corrosion ou par les impacts physiques est élevé. L'amélioration des propriétés mécaniques d'un composite époxyde renforcé de fibres de verre et organo-modifié avec l'argile à base de montmorillonite (Cloisite 30B) est possible. Dans les conditions de température à 60°C, la résistance à la fatigue augmente après 500 000 cycles lorsqu'est appliqué un rapport de contrainte de +0,9 à une fréquence de 5 Hz (Withers et al., 2015). Les essais de fatigue sont basés sur la norme standard ASTM D3479/D 3479M. La durée de vie en fatigue augmente de 1000% par rapport au composite verre/époxy non modifié (Withers et al., 2015) (figure 1.31).

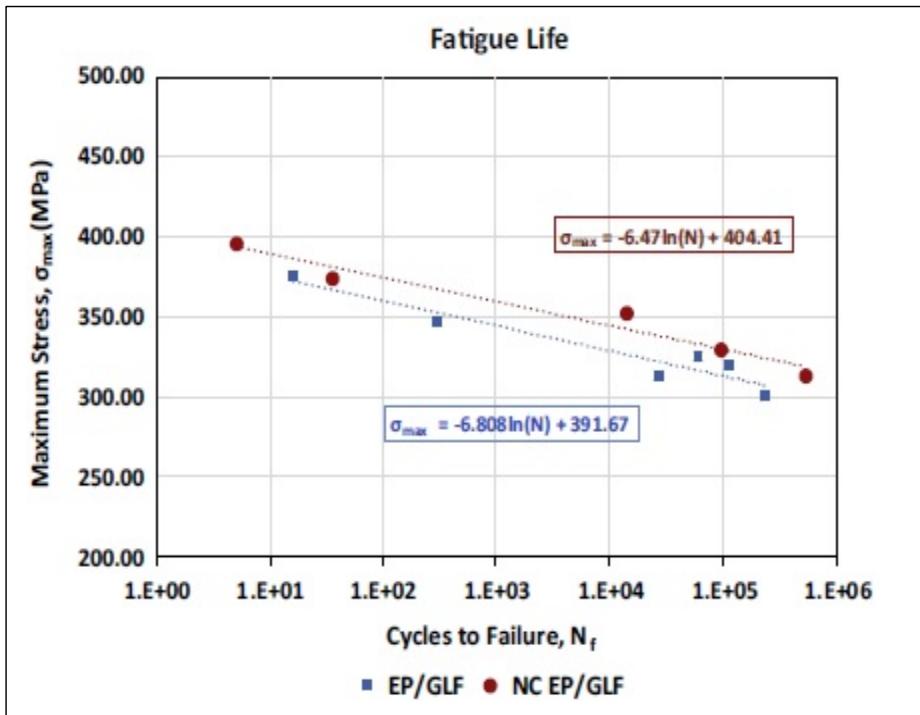


Figure 1.31 Durée de vie en fatigue : Contrainte maximum (σ_{\max}) en fatigue vs. cycle de rupture (N_f) au taux de contrainte (R-ratio)= +0,9
Tirée de Withers et al. (2015)

L'amélioration de la résistance des composites en fatigue ne peut avoir qu'un impact positif lorsque les sollicitations sont cycliques. Ainsi, dans la construction des éoliennes, celles-ci bénéficieraient d'une augmentation de la durée de vie des structures en composite. Par ailleurs, les sollicitations cycliques peuvent varier d'une application à une autre. Pour ce qui est des éoliennes, les sollicitations sont de type flexion (Yavari, Rafiee, Rafiee, Yu, & Koratkar, 2010). Mais l'amélioration de la résistance en fatigue peut se faire à travers l'utilisation de différents types d'additifs (figure 1.32).

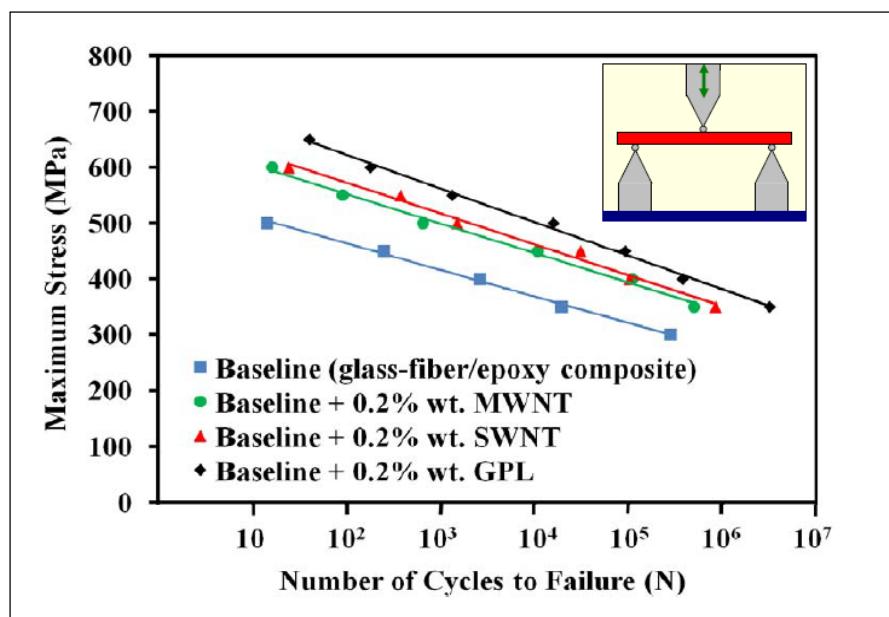


Figure 1.32 Courbes comparant la réponse à la fatigue en mode flexion de GPL avec additifs SWNT et MWNT à la même fraction pondérale de ~ 0,2% du poids de la résine époxy

Tirée de Yavari et al. (2010)

1.5 Énergie de surface

L'énergie de surface est un indice d'évaluation important permettant de comprendre et de prédire le comportement d'une surface quelconque face à l'absorption, la mouillabilité et l'adhésion (Ho & Khew, 2000). Ces phénomènes de surface sont très importants dans les différents procédés de fabrication des matériaux composites. Or peu de recherches sont effectuées sur l'évaluation de l'énergie de surface sur des matériaux composites.

1.5.1 L'absorption de matériaux

L'absorption d'un liquide par un matériau signifie que l'énergie de surface de ce dernier est supérieure à celle du liquide. L'infiltration d'un corps étranger dans un matériau dégrade ses propriétés. En effet, les matériaux composites ont des propriétés mécaniques qui sont influencées par les conditions hygrométriques et thermiques (Hyer, 2009). Ainsi, la

réparation des parties dégradées ont une conséquence sur les coûts élevés et le temps imparié (Koc & Bulut, 2014).

Différents types de matériaux ont un comportement différent d'absorption. L'absorption d'eau, par exemple, est plus significative sur le composite graphite/époxy que sur celui en verre/époxy (Thomson & Broutman, 1982)(figure 1.32). Par ailleurs, l'absorption d'eau implique une détérioration des propriétés mécaniques bien que les taux d'absorption soient différents (Thomson & Broutman, 1982). La dégradation des propriétés s'explique aussi par les résultats obtenus de l'énergie de surface de rupture (H. Kaelble, J. Dynes, W. Crane, & Maus, 1975).

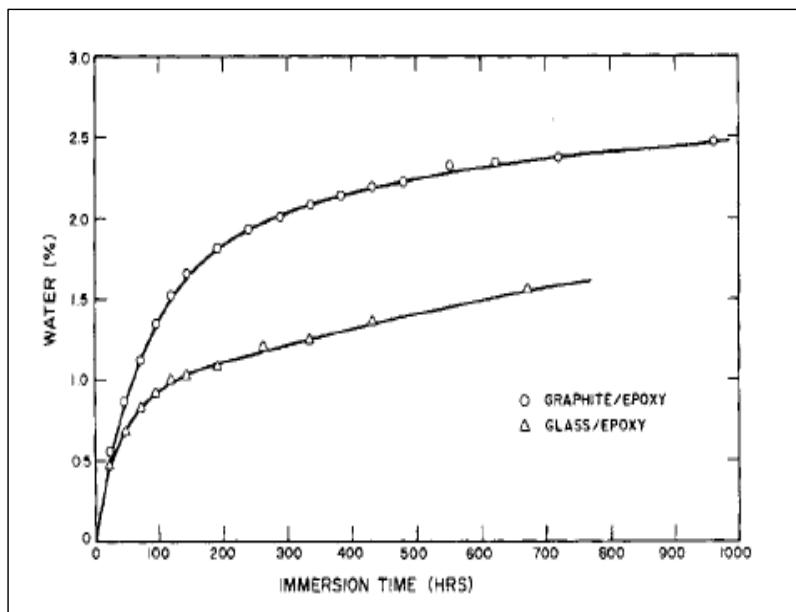


Figure 1.33 Courbes d'absorption dans l'eau à 70°C
Tirée de Thomson et Broutman (1982)

1.5.2 L'adhésion de matériaux différents

La modification des résines dans le procédé de mise en forme des matériaux composites est de plus en plus pratiquée. Il est important de contrôler le dosage des différents produits lors du mélange car un dosage excessif rend difficile l'adhésion de la résine aux fibres. Pour qu'il

Il y a une bonne adhésion, deux paramètres importants à évaluer sont : la viscosité et la tension superficielle du mélange obtenu. La tension superficielle d'un mélange époxy/durcisseur diminue avec l'augmentation du taux massique du durcisseur (figure 1.34). Toutefois, la tension superficielle et la viscosité doivent être de faible valeur pour faciliter l'adhésion de la résine aux fibres (Ertekin, Jana, & Thomas, 2009). L'ajout des poudres comme additifs dans la résine ne peut qu'augmenter la viscosité du mélange. Par conséquent, il est nécessaire de limiter le dosage.

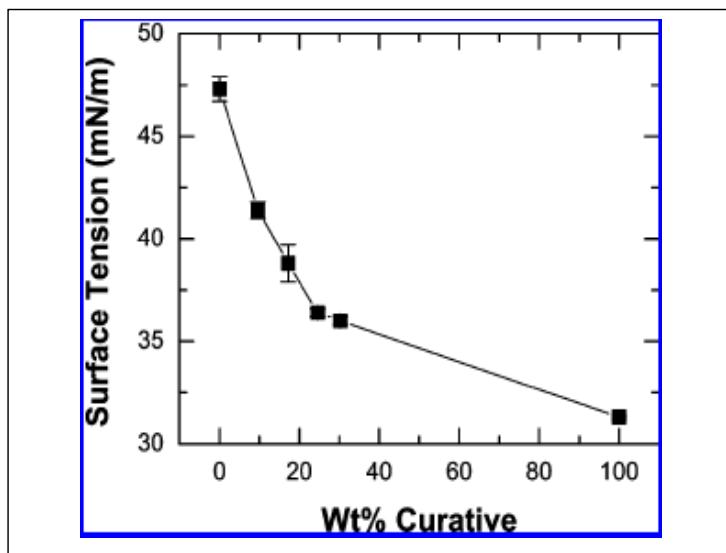


Figure 1.34 Tension superficielle isotherme des mélanges époxy-durcisseur
Tirée de Ertekin et al. (2009)

Le test d'adhérence sur des feuilles de graphène, d'oxyde de graphène et de graphite naturel permet de comprendre lequel des produits adhère mieux avec de l'eau. Il a été constaté que le graphène a un comportement hydrophobe tandis que l'oxyde de graphite a un comportement hydrophile. En outre, l'énergie de surface du graphène et celle de l'oxyde de graphite sont respectivement de 46,7 et 62,1 mJ/m² selon la méthode Neumann. Celle des paillettes de l'oxyde graphite naturel est à 54,8 mJ/m² à température ambiante. Étant donné les propriétés que peuvent apporter chacun des composés chimiques, les valeurs de l'énergie donnent une idée de conception et de fabrication des biomatériaux à base de graphène, du matériel

médical, voire des structures en composite (S. Wang, Zhang, Abidi, & Cabrales, 2009). Par ailleurs, une pièce en composite fabriquée après sa conception peut subir de multiples infiltrations selon les conditions hygrométriques. Ainsi, les endroits susceptibles à être infiltrés sont où les fibres peuvent s'exposer et par conséquent sur les surfaces de coupe.

1.5.3 La mouillabilité des matériaux

La mouillabilité est la propriété d'un matériau à être mouillé (Laurent, 2017). Ainsi, lorsqu'on parle d'une mouillabilité parfaite, cela signifie que l'énergie de surface du substrat est plus élevée ou égale que celle du liquide. Par ailleurs lorsqu'il n'y a pas de mouillabilité parfaite, l'énergie du substrat est inférieure à celle du liquide. Les différents états de mouillabilité peuvent être observés sur la figure 1.35 dans le cas d'un contact entre un liquide et un solide.

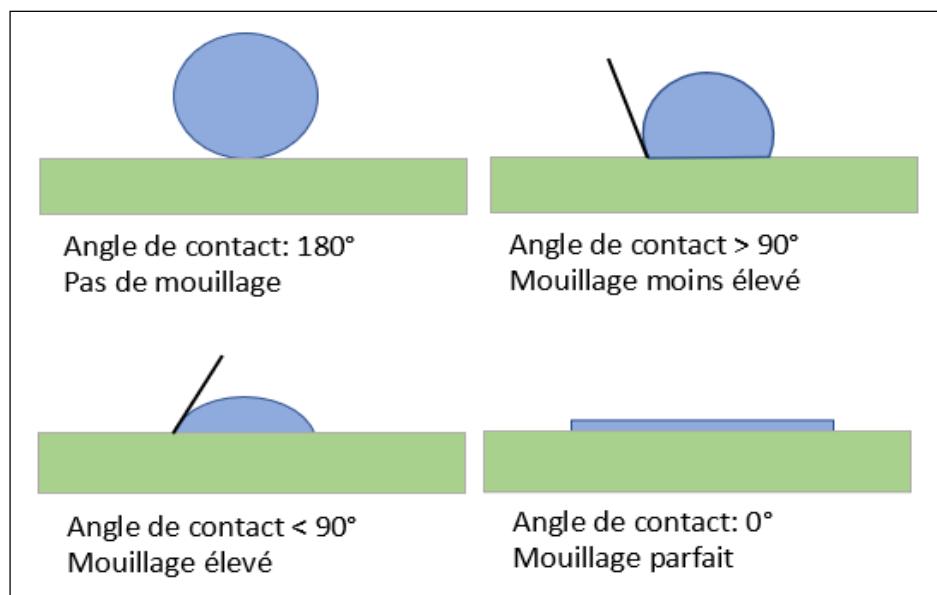


Figure 1.35 Les différents états de mouillabilité
Adaptée de Weistron (2014)

À partir de l'angle de contact obtenu, on peut ainsi savoir à quel type de surface appartient le substrat en se basant sur la figure 1.36. Cependant, déterminer qu'une surface est hydrophile ou hydrophobe n'est pas toujours suffisant pour prendre des décisions de revêtement du

substrat. Il est donc nécessaire de déterminer l'énergie de surface ou la tension de surface. Cette détermination s'applique dans plusieurs domaines tels l'alimentaire, l'optique, l'aéronautique et bien d'autres (Friedli, 2002). En outre, plus l'angle de contact est grand, plus l'énergie du substrat est faible (Glaris, 2013). Mais il n'est pas facile d'évaluer une telle énergie, voire la tension de surface, car, pour cette évaluation, il est nécessaire de faire un choix approprié des liquides et d'une méthode appropriée. De plus, les méthodes utilisées sont nombreuses et les résultats obtenus dépendent de la méthode utilisée (CR, 1999).

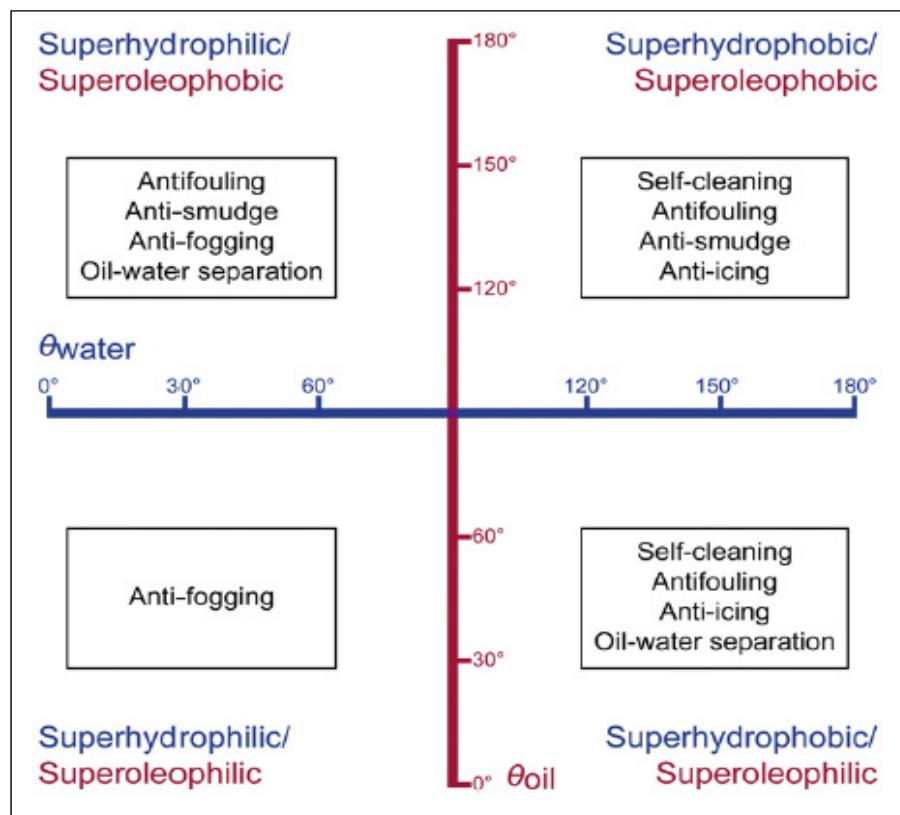


Figure 1.36 Zone de mouillabilité
Tirée de Martin, Brown, et Bhushan (2017)

1.5.4 Évaluation de l'énergie de surface

L'évaluation de l'énergie de surface est faite de manière indirecte à partir des mesures d'angle de contact. Ces mesures d'angle de contact dépendent de la pression de vapeur du liquide, des propriétés de liquide sur le solide et de la méthode de mesure (Ho & Khew,

2000). La méthode du dépôt d'une goutte de liquide sur une surface est la plus répandue. Celle-ci permet de définir l'angle de contact relevé aux extrémités de la goutte dans un plan à deux dimensions (figure 1.37).

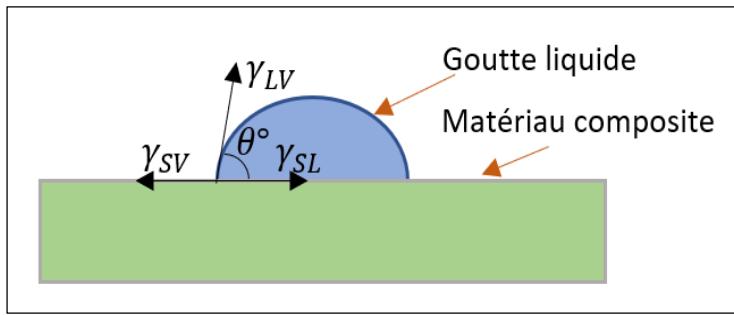


Figure 1.37 Composantes de l'énergie de surface entre un solide et un liquide

Le premier modèle lié aux différentes tensions interfaciales entre un solide et un liquide est établi par Thomas Young en 1805 (Koc & Bulut, 2014). Ce modèle met en relation les différentes tensions ou énergies nées du contact eau-liquide-vapeur. Le modèle est valide pour des systèmes en équilibre et s'exprime comme suit :

$$\gamma_{LV} \cos(\theta^\circ) = \gamma_{SV} - \gamma_{SL} \quad (1.2)$$

où θ est l'angle de contact et γ_{LV} , γ_{SV} , γ_{SL} sont respectivement l'énergie de surface entre l'interface liquide-vapeur, solide-vapeur et solide-liquide. Plusieurs modèles ont été développés par la suite afin de déterminer l'énergie de surface du solide. Pour chaque modèle, un nombre de liquide est nécessaire afin d'évaluer correctement l'énergie de surface. Le modèle de Kwok et Neumann (2000) appelé « équation d'état » se développe avec un seul paramètre inconnu. Ce paramètre inconnu est associé au nombre de liquides nécessaires dans l'évaluation de l'énergie de surface :

$$\gamma_{SL} = \gamma_{LV} + \gamma_{SV} - 2\sqrt{\gamma_{LV}\gamma_{SV}} e^{-\beta(\gamma_{LV}-\gamma_{SV})^2} \quad (1.3)$$

Combinant l'équation 1.3 avec l'équation de Young, l'expression finale s'exprime comme suit :

$$\cos(\theta^\circ) = -1 + 2 \sqrt{\frac{\gamma_{SV}}{\gamma_{LV}}} e^{-\beta(\gamma_{LV} - \gamma_{SV})^2} \quad (1.4)$$

Où β est une constante déterminée empiriquement et correspondant à 0.0001247 (Kwok & Neumann, 2000). Étant donné que la composante γ_{LV} se trouve au dénominateur, la détermination séparée de l'énergie de surface en énergie polaire ou apolaire est impossible (Shimizu & Demarquette, 2000). Les modèles qui permettent de déterminer les composantes distinctes de l'énergie de surface d'un solide en composante polaire et apolaire (dispersive) sont celles développées par Wu (1971) ou celles développées par Owens et Wendt (1969). Il est à rappeler que la composante polaire est caractérisée par une distribution asymétrique des charges positives ou négatives induites par une liaison ou molécule. La composante apolaire est quant à elle caractérisée par une distribution symétrique des charges induites par une liaison ou molécule. Pour une évaluation de l'énergie de surface, deux liquides différents sont nécessaires. Les modèles d'évaluation d'énergie de surface proposés par Wu (1971) et Owens et Wendt (1969) sont ceux adoptés dans le cadre de cette recherche. Ainsi, le développement des différentes méthodes est fait dans le chapitre de la méthodologie liée à l'énergie de surface.

Le modèle plus complexe est celui utilisant l'approche de Lifshitz-van der Waals (LW) (non polaire) et de Lewis acide/base (polaire) proposé par van Oss, Chaudhury, et Good (1987). Cette approche consiste à définir l'énergie de totale d'un matériau comme suit :

$$\gamma = \gamma^{LW} + \gamma^{AB} \quad (1.5)$$

où γ est l'énergie de surface libre du matériau, γ^{LW} est l'énergie de la partie non polaire de Lifshitz-van der Waals et γ^{AB} est l'énergie de la partie polaire de Lewis acide-base.

L'équation finale d'évaluation de l'énergie de surface avec l'approche de Lifshitz-van der Waals et de Lewis acide/base est celle suivante :

$$\gamma_L(1 + \cos(\theta^\circ)) = 2 \left(\sqrt{\gamma_S^{LW} \gamma_L^{LW}} + \sqrt{\gamma_S^+ \gamma_L^-} + \sqrt{\gamma_S^- \gamma_L^+} \right) \quad (1.6)$$

où γ_S^{LW} est l'énergie de la partie non polaire de Lifshitz-van der Waals du solide et γ_L^{LW} est celle de Lifshitz-van der Waals du liquide. γ_S^+ et γ_S^- sont l'énergie de la partie polaire de Lewis du solide respectivement receveur et donneur d'électrons tandis que γ_L^+ et γ_L^- sont l'énergie de la partie polaire de Lewis du liquide respectivement receveur et donneur d'électrons (Koc & Bulut, 2014; van Oss et al., 1987). En outre, pour un matériau i , l'énergie de la partie polaire de Lewis a pour expression :

$$\gamma_i^{AB} = 2 \sqrt{\gamma_i^- \gamma_i^+} \quad (1.7)$$

Ainsi, l'utilisation de 3 liquides différents vient du fait d'avoir 3 inconnues de γ_S^{LW} , γ_S^+ et γ_S^- dans l'équation 1.6. Par conséquent, l'énergie de surface est la solution d'un système à 3 équations connaissant les valeurs expérimentales de γ_L , γ_L^+ et γ_L^- du liquide. Avec les différentes conditions imposées sur les inconnues, il est possible d'obtenir des valeurs non réelles (Shimizu & Demarquette, 2000).

Outre aux différents modèles cités, d'autres méthodes existent à l'instar de celles proposées par Zisman (1964) et Fowkes (1963). Les modèles qui servent dans le cadre de cette recherche sont développés dans le prochain chapitre. Par ailleurs, la valeur de l'énergie obtenue dépend toujours du modèle employé (CR, 1999; Ho & Khew, 2000).

1.6 Conclusion de la revue de littérature

Au regard des différents aspects abordés dans la revue de littérature en ce qui concerne l'usinage des matériaux composites carbone/époxy ou verre/époxy, il est à noter que :

- L'usinage des composites requiert des outils particuliers. En fonction des finis de surface désirés, les outils généralement employés sont le CVD (pour les applications moins rigoureuses) et le PCD (pour les applications de hautes performances) car le premier outil, moins coûteux que le second, offre en termes de tolérance une rugosité plus élevée.
- Non seulement l'usure des outils de coupe influence la qualité de surface de coupe mais aussi le mode de coupe. En effet, l'usinage en opposition de coupe offre un bon fini de surface par rapport à l'usinage en avalant.
- Les paramètres de coupe ont une incidence sur la qualité du fini de surface. Ainsi une vitesse de coupe élevée associée à une vitesse d'avance faible sont recommandées dans l'optique d'obtenir des rugosités réduites, de faibles taux de délamination et une usure d'outil réduite laquelle engendre moins de chaleur pouvant endommager la matrice.
- Plus la distance de coupe est longue, plus l'outil s'use et par conséquent, le taux de délamination croît en fonction de la profondeur de coupe.
- En outre, la corrélation entre la distance de coupe, la température de coupe et les performances mécaniques n'a pas été démontrée.
- L'introduction d'additifs, en particulier l'argile, peut améliorer ou réduire les performances mécaniques des composites en fonction du dosage. Ainsi, un dosage de 1 wt% et 3 wt% de quantité d'argile pourrait conduire à une amélioration des propriétés mécaniques et une augmentation en durée de vie du stratifié. Par ailleurs, le choix du type d'argile doit être approprié.

- Le procédé de mise en forme incluant l'utilisation des additifs joue un rôle important dans l'amélioration des performances mécaniques. Ainsi, dans le cas de l'utilisation des particules d'argile, une exfoliation serait nécessaire pour l'obtention de bonnes propriétés. L'exfoliation est réalisée avec l'utilisation d'une machine à ultrason ou l'utilisation de produits tensioactifs.
- La combinaison des différents additifs fournit des propriétés mécaniques plus ou moins bonnes en fonction du type de test employé suivant la norme requise. En ce qui concerne la qualité de coupe évaluée par la rugosité, celle-ci peut avoir des valeurs élevées par rapport à celle obtenue avec des stratifiés de référence (résine non modifiée).
- La détermination de l'énergie de surface est importante dans la mesure où un revêtement de surface est requis. Plus l'angle de contact est grand plus l'énergie de surface est petite. Mais une valeur d'énergie de surface n'a pas de sens sans l'association à la méthode utilisée. Les travaux sur l'évaluation de l'énergie de surface des matériaux composites sont peu répandus. Par conséquent, il est difficile de trouver des articles qui traitent de ce sujet.
- En ce qui concerne l'adhésion d'un liquide ou un adhésif à un substrat, l'énergie de surface de ce dernier doit être supérieure à celle du liquide ou de l'adhésif. Cependant une exposition prolongée à l'humidité, voire aux liquides, d'un matériau composite peut altérer les propriétés mécaniques du composite.

La revue de littérature traite de plusieurs aspects sur l'usinabilité des matériaux composites, sur l'influence des additifs sur les propriétés mécaniques. En outre, les solutions apportées aux différents effets et défauts tels que la température de coupe et le délaminateur observés lors des opérations de coupe ne sont pas beaucoup évoquées par la littérature. J.-F. Chatelain et al. (2019) a été le seul et le premier à mener cette approche, dans le cadre d'un projet, de modification de la structure de la matrice afin de réduire les températures de coupe et

d'obtenir un bon fini de surface. Cependant, il reste plusieurs études à réaliser d'où le but de ce mémoire, à savoir : l'évaluation de la température de coupe sur une distance plus longue, de l'influence des additifs sur les propriétés en traction axiale des composites verre/époxy. Cette recherche effectue de nouvelles combinaisons d'additifs afin d'évaluer leur influence sur la température de coupe et les propriétés mécaniques. Elle fait une évaluation comparative entre la combinaison d'additifs proposé par J.-F. Chatelain et al. (2019) et une nouvelle combinaison proposée. Elle évalue l'énergie de surface sur la surface usinée et ensuite sur les surfaces de moulage (côté moule et côté sac à vide) du stratifié.

CHAPITRE 2

MÉTHODOLOGIE

2.1 Objectifs de recherche

Les objectifs de cette recherche visent à apporter une solution aux multiples effets et défauts observés lors d'une opération de détourage. Étant donné les difficultés d'usinage liées à l'abrasivité des fibres et en particulier des fibres de verre, la revue de littérature a permis de relever les éléments importants dans un procédé d'usinage. Il ressort aussi de cette revue, les consignes à suivre afin de mieux fabriquer les stratifiés pour l'étude à mener. Les éléments dont il faut tenir compte dans le cadre de cette étude sont :

- Le type et la géométrie de l'outil;
- Le mode de coupe;
- Les paramètres de coupe (vitesse de coupe V_c [m/min] et vitesse d'avance [mm/tr]);
- L'orientation des fibres (-45°);
- L'utilisation d'additifs;
- L'utilisation d'une machine à ultrason;

La prise en compte de ces différents éléments permettra de mieux jauger l'influence des additifs sur l'usinabilité des composites GFRP. Pour cela, plusieurs essais sont proposés pour déterminer:

- L'influence des additifs sur la température de coupe;
- L'influence des additifs sur la qualité de coupe (rugosité);
- L'influence des additifs sur l'effort de coupe;
- L'influence des additifs sur la résistance en traction axiale;
- L'influence des additifs sur la résistance en flexion 3-points;
- L'influence des additifs sur la résistance en cisaillement;
- L'influence des additifs sur l'énergie de surface de coupe.

Cette étude est expérimentale, c'est pourquoi les stratifiés ont des fibres unidirectionnelles orientées uniquement de (-45°) car, généralement, les fibres ont différentes orientations en industrie. La méthode de mise en forme est celle du moulage par transfert de résine sous vide communément appelée « infusion ». Ce chapitre décrit le protocole expérimental relatif aux objectifs cités précédemment. De plus, il fournit les caractéristiques et le type du composite choisi, de l'outil de coupe et des additifs.

2.2 Matériaux

2.2.1 Fibres de verre/époxy et caractéristiques

Le matériau composite faisant l'objet de cette étude est un composite verre/époxy dont les propriétés des constituants figurent dans le tableau 2.1. Le stratifié consiste en un empilement de 16 couches [-45]₁₆ d'une épaisseur moyenne de 4,7 mm et avec un taux volumique de fibres autour de 60%. Le processus de mise en forme est un moulage par transfert de résine sous vide communément appelé infusion dont le protocole est détaillé plus bas. De plus, les fibres unidirectionnelles ont une même orientation de façon à avoir un angle de -45 ° par rapport à la direction d'avancement de l'outil. Pour rappel, cette orientation est celle qui présente la pire surface de coupe et donc est idéale pour évaluer l'effet des additifs sur l'usinage de différents stratifiés GFRP. Des études antérieures ont montré qu'une telle orientation des fibres génère plus de délaminaison (fibres non coupées et arrachement de fibres) et la pire rugosité de surface que toute autre orientation en ce qui concerne le sens de coupe (El-Hofy et al., 2011; Pecat, Rentsch, & Brinksmeier, 2012; Rajasekaran, Vinayagam, Palanikumar, & Prakash, 2010; Ramulu, 1997).

Tableau 2.1 Caractéristiques des matériaux composites de base

Matériau	Nom	Entreprise	Densité	Densité de surface	Viscosité résine
Fibre	E-glass	TEXONIC	2.5 g/cm ³	440 g/m ²	-
Résine	Époxy (Marine 820)	ADTECH	1.106 g/cm ³	-	1.2 Pa.s

Le polymère époxyde dans un matériau composite permet de maintenir une orientation donnée des fibres qui sont des renforts afin que ces derniers obtiennent une résistance maximale en fonction des caractéristiques mécaniques désirées. Cependant, ces caractéristiques peuvent ne pas être atteintes après usinage de ces matériaux composites d'où l'introduction d'additifs qui réagissent avec la résine apportant de nouvelles caractéristiques pour pallier les différents défauts observés tels que le déclaminage, les fibres arrachées, les brûlures.

2.2.2 Les additifs et leurs fonctionnalités

Les additifs sont de petites particules de micro ou nano-dimension qu'on introduit dans les procédés de fabrication des composites afin d'améliorer les propriétés de ceux-ci. Comme la revue de littérature l'a montré, à chaque additif différent on a observé un résultat différent à parité de taux de concentration. L'utilisation de différents additifs dans la littérature a pour but d'améliorer les performances mécaniques des composites. L'utilisation d'additifs dans le cadre de cette recherche vise à influencer aussi la température de coupe pendant l'usinage. L'innovation de cette recherche consiste à utiliser la cire et un agent mouillant en plus des particules d'argile généralement utilisées dans différentes recherches. Les additifs sont regroupés dans le tableau 2.2.

Tableau 2.2 Caractéristiques des additifs

Additifs	Caractéristiques et Fournisseur
Agent mouillant (AM)	BYK-W 972, BYK
Particules d'argile (AR)	$\varnothing_{max} = 59 \mu m$ Garamite 1958, BYK
Particules de cire (CI)	$\varnothing_{max} = 11 \mu m$, Ceraflour 996, BYK

D'après ce qui ressort des fiches techniques du fournisseur et de la littérature, les additifs utilisés dans le cadre de cette recherche doivent avoir les effets et fonctions suivants :

- L'agent mouillant (AM), qui est antistatique, devrait mieux disperser, homogénéiser et stabiliser les particules d'additif dans le mélange avec la résine époxy. L'agent mouillant est une substance liquide qui vise à améliorer l'adhérence entre la matrice (résine) et les fibres de verre. L'AM est un copolymère à blocs de poids moléculaire élevé.
- Les particules d'argile (AR) ont une stabilité et une résistance à l'affaissement. Et comme l'a montré la revue de littérature, les particules d'argile améliorent les propriétés mécaniques des composites mais avec une concentration bien définie dans le mélange résine/argile. Cependant, l'objectif de ce travail est d'étudier l'effet de l'argile sur la température de coupe lors de l'usinage. Cet aspect est novateur compte tenu des travaux déjà réalisés par d'autres chercheurs. La granulométrie laser avec de l'eau distillée montre dans la figure 2.1 que 50 % des particules ont une taille inférieure à 23,9 μm et que 90 % des particules ont une taille inférieure à 55 μm .

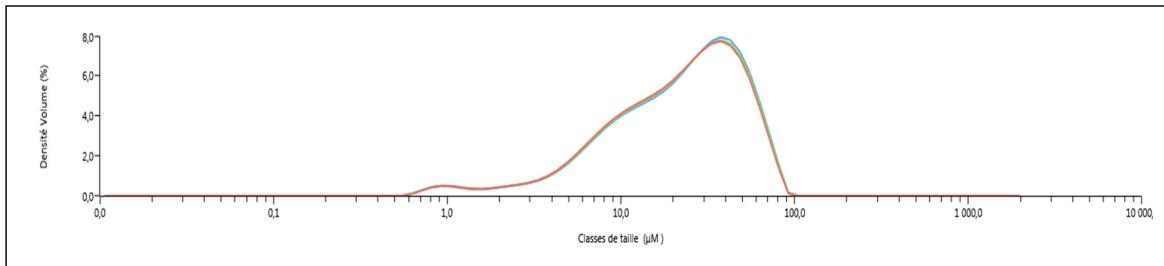


Figure 2.1 Granulométrie laser des particules d'argile (mesurée)

- Les particules de cire, qui ont une température de transition basse à 388,15 K (115 °C) et une faible viscosité, devraient fondre au niveau de la surface de coupe lors de l'usinage à haute température. Elles sont censées agir comme lubrifiants lors de la coupe, réduisant ainsi la température de coupe. Selon la fiche technique, l'analyse de la distribution volumique par diffraction laser effectuée sur ce matériau indique que 50 % des particules ont une taille inférieure à 6 μm et que 90 % des particules ont une taille inférieure à 11 μm .

2.2.3 Protocole de mise en forme des stratifiés utilisés dans les expériences d'usinage

Au vu des résultats obtenus dans la revue de littérature, les quantités en concentration ont été choisies de manière à garantir de bonnes propriétés mécaniques. Ainsi, 5 types de stratifiés différents sont fabriqués, comprenant un stratifié sans additif dont les noms et les symboles sont les suivants : résine époxy RE, résine époxy/agent mouillant RE-AM, résine époxy/agent mouillant/argile RE-AM-AR, résine époxy/agent-mouillant/cire RE-AM-CI et résine époxy/agent-mouillant/argile/cire RE-AM-AR-CI.

- Résine non modifiée (RE)
- Résine + 1 % wt d'agent mouillant (RE-AM)
- Résine + 1 % wt AM + 1,5 % wt argile (RE-AM-AR)
- Résine + 1 % wt AM + 2 % wt cire (RE-AM-CI)
- Résine + 1 % wt AM + 1 % wt AR+ 1 % wt CI (RE-AM-AR-CI)

Ensuite, dans une nouvelle combinaison d'additifs, 3 types de stratifiés différents ont été fabriqués. Les noms et les symboles sont les suivants : résine époxy/argile RE-AR, résine époxy/cire RE-CI et résine époxy/argile/cire RE-AR-CI.

- Résine + 1,5 % wt argile (RE-AR)
- Résine + 2 % wt cire (RE-CI)
- Résine + 1 % wt AR+ 1 % wt CI (RE-AR-CI)

Il est à noter que le calcul des quantités en masse des additifs prend pour référence la masse de la résine. En outre, la mise en forme des stratifiés s'inspire des travaux de Quaresimin et al. (2012), Zhou et al. (2012) et par (Withers et al., 2015). Par la suite, plusieurs machines ont été mises à disposition pour les différents mélanges à effectuer. La machine Silverson L5M-A (Figure 2.2 a)) est le mélangeur mécanique à haute vitesse qui permet de faire un premier mélange entre résine et additifs. Ce mélange a permis d'établir une vitesse de mélange à 2000 r/min afin d'éviter une augmentation de température à plus de 40°C. Pour cela, une sonde de

température a été fixée à l'intérieur du mélange. Pour éviter une montée rapide de température due à la viscosité du mélange, ce dernier est plongé dans un bain froid de glaces. Le temps du mélange était d'une heure pour avoir un mélange homogène. Cependant lors du mélange avec les particules d'argile, une étape supplémentaire a été nécessaire, à savoir l'utilisation d'un mélangeur à ultrason afin d'exfolier complètement les particules d'argiles. Le temps mis pour ce mélange en utilisant la machine Qsonica Q700 (figure 2.2 b)) et toujours dans un bain froid à glace était de 30 min avec une amplitude d'onde de 15 %. L'amplitude d'onde correspondait à une puissance consommée de 46 W. Une fois le mélange effectué, celui-ci a été mis dans l'étuve sous vide à température ambient pour extraire les bulles d'air formées durant le/s mélange/s précédent/s. La figure 2.3 montre un changement de la transparence de la solution avant et après l'utilisation de la machine à ultrason.

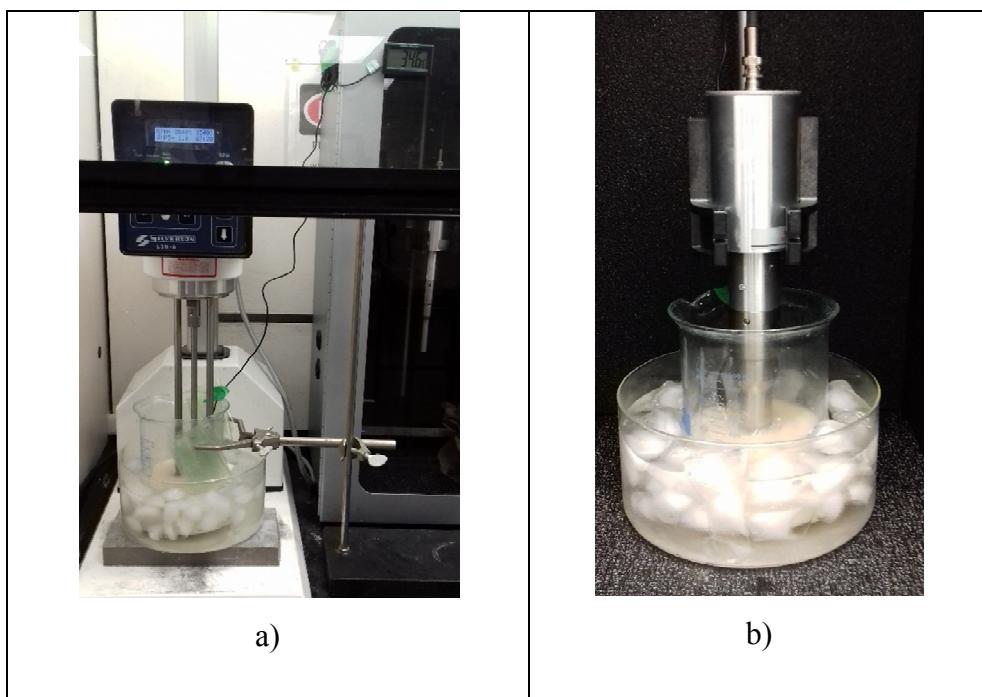


Figure 2.2 La configuration des mélanges :

- a) La machine Silverson L5M-A
- b) la machine Qsonica Q700



Figure 2.3 État de transparence de la solution avant (gauche) et après (droite) l'emploi du sonicateur

Après l'extraction des bulles, le durcisseur a été ajouté dans le mélange avec les proportions recommandées par le fournisseur, soit 18 % en masse du mélange. Un mélange manuel d'environ 5 min a été effectué et ensuite remis dans l'étuve pour extraire les bulles formées de nouveau. Après 30 min, la solution était prête à être infusée par la méthode de moulage par transfert de résine assisté sous vide. Notons que le durcisseur utilisé a un temps initial de réticulation de 1h.

Il est intéressant de noter que, durant la phase de mélange, la solution étant dans un bain froid à glace, sa température est basse par rapport à la zone où se trouve la tête du mélangeur ou du sonicateur. Après un certain temps, la zone deviendra plus visqueuse. Pour éviter ce changement de viscosité, il a fallu remuer les bords de manière périodique. Une augmentation de viscosité peut aussi être une conséquence de l'ajout d'une grande quantité d'additifs dans la résine, ce qui rend l'infusion difficile.

2.3 Procédure de moulage

Avant l'infusion, le moule doit être préalablement préparé. Cette préparation a consisté à nettoyer le moule avec successivement 3 types de liquides : le Waterclean, le Sealer GP et le Enviroshield (l'agent démolant) (figure 2.4). Tous ces produits sont fabriqués par l'entreprise Zyxax Inc, Howell, USA. Il est important de protéger ou recouvrir les bords du

moule où l'on place le ruban d'étanchéité avec un simple ruban adhésif (tape) avant le dépôt de la couche de l'agent démoulant. L'intervalle de temps entre la fin de l'utilisation de chaque liquide a été évalué de 15 à 20 min.



Figure 2.4 Solutions pour le traitement du moule

Étant donné que les expériences d'usinage ont été faites sur une distance maximale de 300 mm, le stratifié à fabriquer a eu les couches de fibres coupées de 13" x 13". Une fois le stratifié réalisé, les bords du stratifié sont retaillés dans les dimensions adéquates pour les tests d'usinage. Par conséquent, le moule utilisé pour le moulage a été d'une dimension minimale de 16" x 16".

La préparation terminée du moule, le simple ruban adhésif agissant comme protecteur des bords a été remplacé par le ruban d'étanchéité (figure 2.5 a). Ensuite, les couches de fibres de verre ont été déposées une après l'autre dans l'espace du milieu (figure 2.5 b). Le tissu d'arrachage (peel ply) a été ensuite placé sur l'empilement de fibres de verre de manière à faciliter le démoulage du stratifié fabriqué (figure 2.5 c). Les tuyaux hélicoïdaux ont été placés tant à l'entrée qu'à la sortie du moule. Le tuyau à l'entrée a été laissé libre mais celui de sortie, a été recouvert du tissu d'arrachage (figure 2.5 d). Ensuite, le médium d'infusion (mesh) a été déposé afin de faciliter l'avancement de la résine. Après avoir bien fixé les différentes couches, le tout a été recouvert par le sac à vide (vacuum bag) en le collant sur le

ruban d'étanchéité ce qui va permettre de maintenir sous pression tout l'empilement des fibres de verre (figure 2.5 e). La figure 2.5 montre l'image de chacune des étapes importantes dans le procédé de mise en forme.

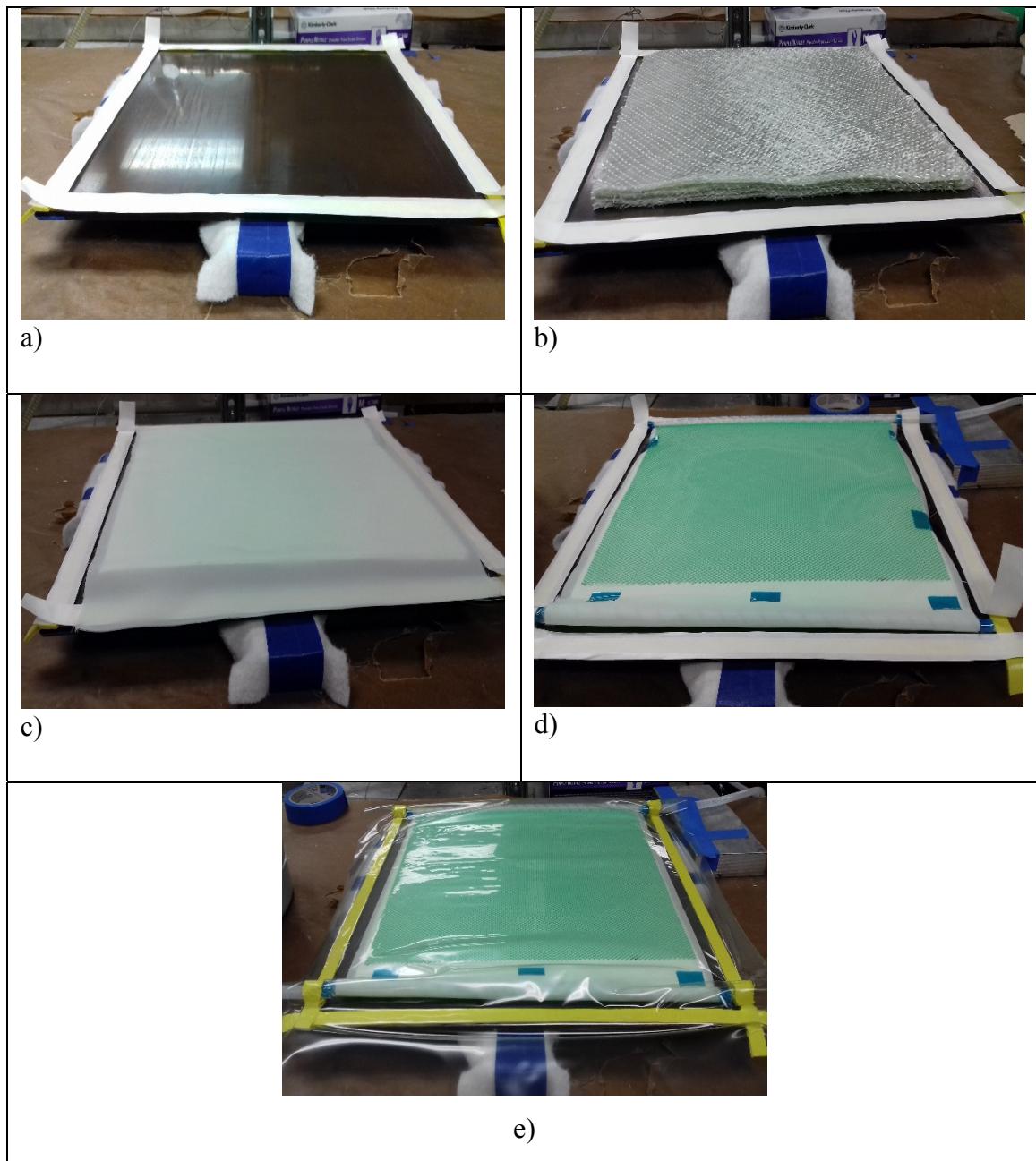


Figure 2.5 Différentes étapes de la mise en forme d'un stratifié par infusion

Le test du vide a été effectué pour vérifier les différentes fuites d'air marquées par les siflements. Une fois que le montage est étanche, que le sac à vide presse bien les renforts, le tout est prêt pour une infusion avec la configuration observée à la figure 2.6.

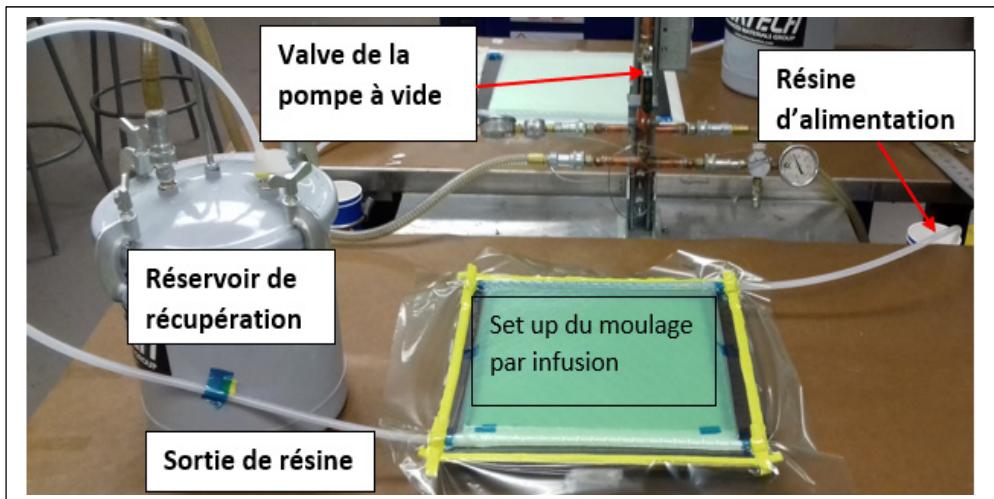


Figure 2.6 Configuration de mise en forme de l'infusion (VARTM)

2.4 Usinage et acquisition de la température et des forces de coupe

2.4.1 Équipement et outil de coupe

L'acquisition de la température de coupe a été faite par le biais de thermocouples soudés symétriquement entre les dents de l'outil de coupe suivant un processus de soudage approprié. Les thermocouples sont de type K et ont un diamètre de 0.076 mm (0.003") et un temps de réponse compris entre 0.05 et 1 sec. La pointe de soudure et la partie dénudée des thermocouples ont été recouvertes de ciment OmegaBond-400 qui possède une grande conductivité thermique. Le tout a été recouvert après 24h d'une résine époxy J-B weld pour renforcer la résistance en cisaillement et éviter que la soudure s'arrache facilement durant l'usinage. En outre, il a été déterminé expérimentalement que la distance entre la zone de coupe et la pointe soudée sur l'outil est de 1.7 mm afin d'éviter un détachement des thermocouples face au flux de copeaux et de variation de température (J.-F. Chatelain et al., 2019; Mullier, 2015). Cette donnée a été tenue en compte durant le processus de soudure

comme on peut voir à la figure 2.7. En outre, plus les thermocouples sont proches de la zone de coupe, plus les mesures sont précises. Le type d'outil est un CVD de diamètre 9.5 mm dont les caractéristiques sont dans le tableau 2.3 :

Tableau 2.3 Caractéristiques de l'outil de coupe

Outil de coupe	Matériau	Carbure de tungstène
	Matériau de revêtement	Diamant
	Processus de revêtement	Dépôt chimique en phase vapeur (DCV)
	Diamètre	9.5 mm (3/8")
	Nombre de dents	6
	Angle de l'hélix	10°

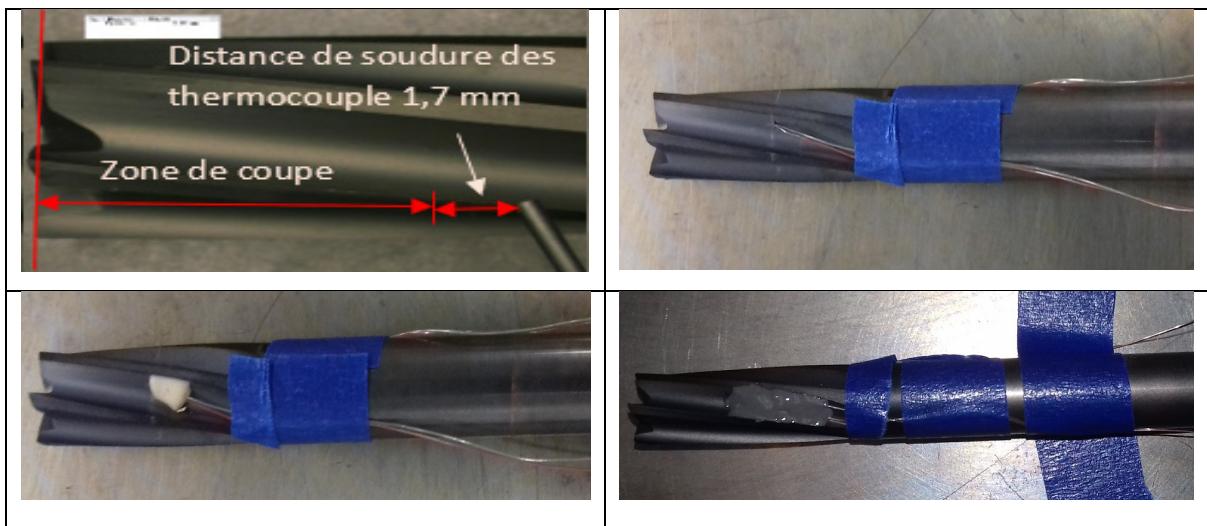


Figure 2.7 Soudure des thermocouples sur l'outil de coupe

L'outil ainsi soudé, a été monté sur le mandrin. Les thermocouples ont été connectés aux bornes du système de transmission sans fil des données de température suivant les couples fil rouge – AL (aluminium) et fil jaune – CR (chrome) comme on peut le voir à la figure 2.8.

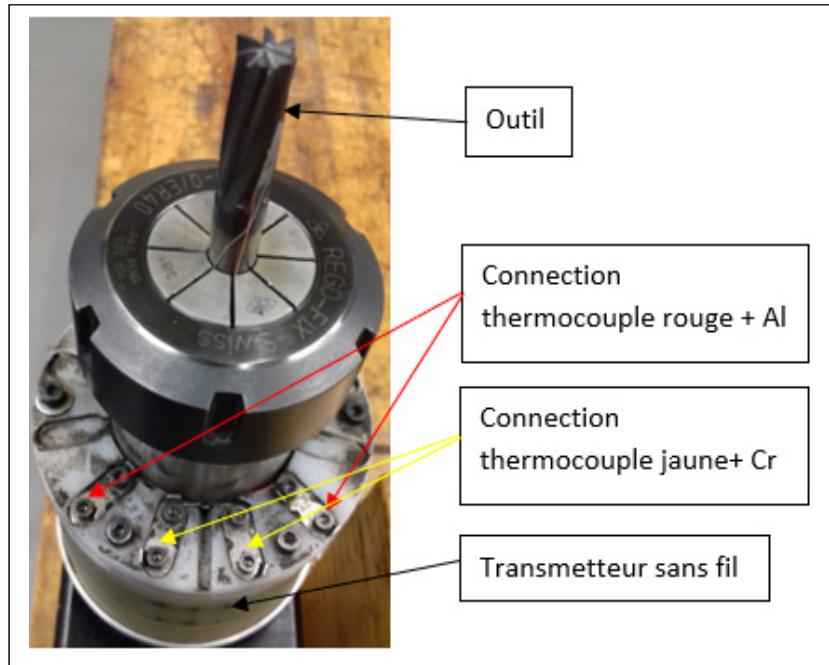


Figure 2.8 Montage de l'outil sur la broche

2.4.2 Centre d'usinage et configuration de coupe

L'opération de coupe a été faite par une fraiseuse CNC à 3-axes (figure 2.9) de la compagnie Huron de type K2X10 dont la vitesse maximale de rotation est de 28 000 rpm avec une puissance de 40 kW. Les données de température ont été enregistrées conjointement avec celles des forces provenant de la table dynamométrique de type Kistler 9255B (figure 2.10). Les données de force ont permis de synchroniser le contact entre l'outil et le stratifié et le signal de température. La figure 2.10 montre la configuration de coupe qui permet d'obtenir la température de coupe.



Figure 2.9 Machine-outil Huron K2X10

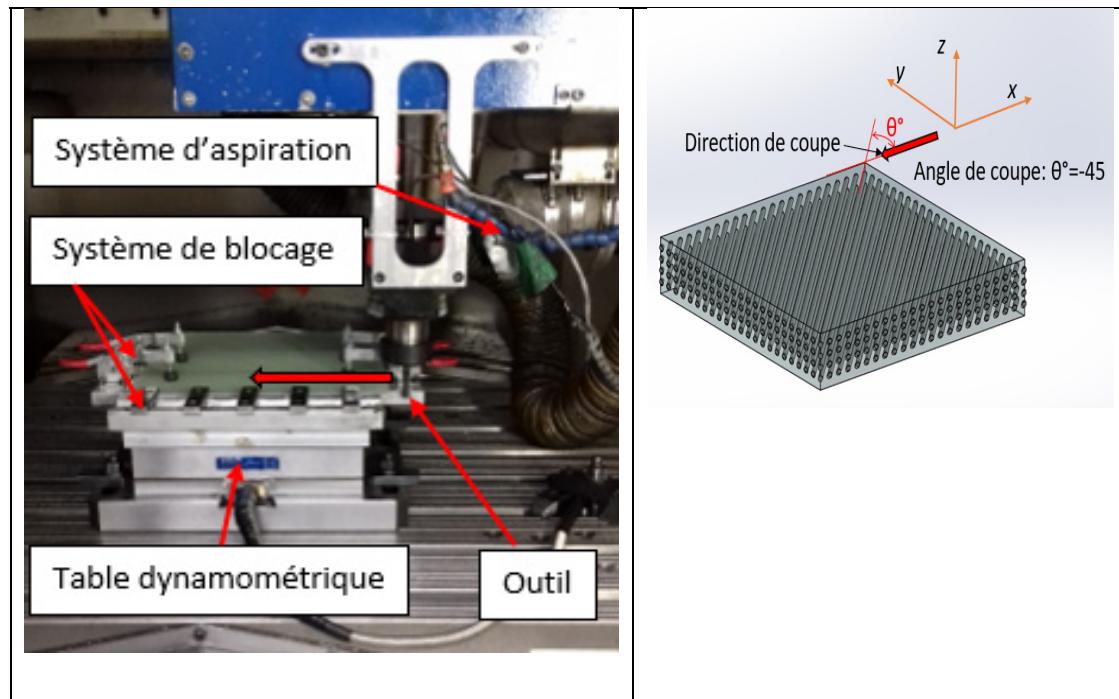


Figure 2.10 Configuration de coupe pour l'acquisition de température

L'observation de l'influence des additifs sur la température de coupe étant notre objectif, les paramètres de coupe ont été fixés constants. Par ailleurs, ces paramètres doivent garantir au moins une bonne qualité de coupe. Pour cela, la vitesse de coupe avait une valeur élevée et la vitesse d'avance une valeur faible (Hamedanianpour, 2013). Une contrainte liée à la transmission des données par un transmetteur sans fil est telle que, la vitesse maximale de rotation adoptée a été de 10 000 rpm correspondant à une vitesse de coupe de 300 m/min pour notre outil. Quant à la vitesse d'avance, elle a été de 1140 mm/min en considérant une avance par dent de 0.0190 mm/dent/tr. L'opération de coupe s'est effectuée sur deux distances, à savoir : 300 mm et 100 mm. La première distance (300 mm) correspondait à la longueur maximale du stratifié. La seconde distance (100 mm) correspondait à celle maximale obtenue avant la rupture des thermocouples pour des stratifié sans agent mouillant. Ainsi, le plan d'expérience pour l'acquisition de température a été celui indiqué au tableau 2.4.

Tableau 2.4 Plan d'expérience pour acquisition de température de coupe

Type de stratifié	Outil	Vitesse de coupe [RPM]	Vitesse d'avance [mm/min]	Distance de coupe [mm]	Configuration de coupe
RE	1	10000	1140	300	-45°
RE-AM	2	10000	1140	300	-45°
RE-AM-AR	3	10000	1140	300	-45°
RE-AM-CI	4	10000	1140	300	-45°
RE-AM-AR-CI	5	10000	1140	300	-45°
RE-AR	6	10000	1140	100	-45°
RE-CI	7	10000	1140	100	-45°
RE-AR-CI	8	10000	1140	100	-45°

2.4.3 Acquisition des forces de coupe

L'acquisition des forces de coupe a été faite par le biais de la table dynamométrique simultanément avec l'acquisition de la température de coupe. L'orientation du référentiel de la table dynamométrique est différente de celui du système de coordonnées. La figure 2.11 représente les différentes forces (F_x , F_y , F_z) dans le référentiel de la table ainsi que la configuration de l'angle de coupe employée. Pour rappel, le mode de coupe en opposition est celui utilisé pour l'acquisition de température. Il a été question de déterminer dans cette étude, les forces suivantes :

- La force F_a : représente la force d'avance qui résiste au mouvement;
- La force F_n : représente la force normale formant le trièdre (F_a , F_n , F_p);
- La force F_p : représente la force passive résultante autour de l'axe Z.

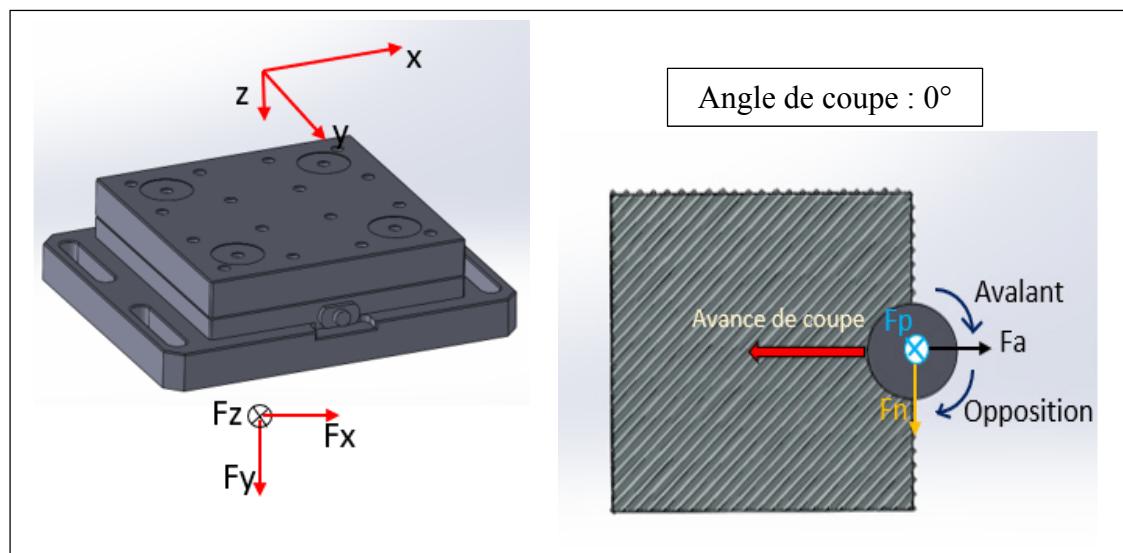


Figure 2.11 Forces et mode de coupe durant l'usinage

La détermination des forces F_a , F_n et F_p représentées au centre de l'outil en image, a été faite de manière intermédiaire sur la base des données brutes obtenues par la table dynamométrique Kistler 9255B. La plage de mesure de la table dynamométrique est de -20 kN à 20 kN dans les directions X, Y et de -10 kN à 40 kN dans la direction Z. Étant donné

que la plage des forces de la table dynamométrique est assez grande, la robustesse est garantie. La fréquence d'échantillonnage a été de 6000Hz. Le traitement des données brutes a été fait avec Matlab pour évaluer F_x , F_y et F_z afin d'extraire les valeurs nécessaires des forces maximales F_a , F_n et F_p et de les présenter avec Excel. En outre, l'angle de coupe, orienté selon l'axe X du système de la table, permet de correspondre les forces telles que :

- $F_a = F_x$
- $F_n = F_y$
- $F_p = F_z$

Les signaux des différentes forces acquis au moyen de la table dynamométrique sont oscillatoires (figure 2.12, 2.13 et 2.14). Ainsi, les forces ont été évaluées en sélectionnant des valeurs maximales à mi-parcours d'une distance de 300 mm. La zone d'évaluation des forces a été fixée entre 140 mm et 160 mm pour chaque type de stratifié.

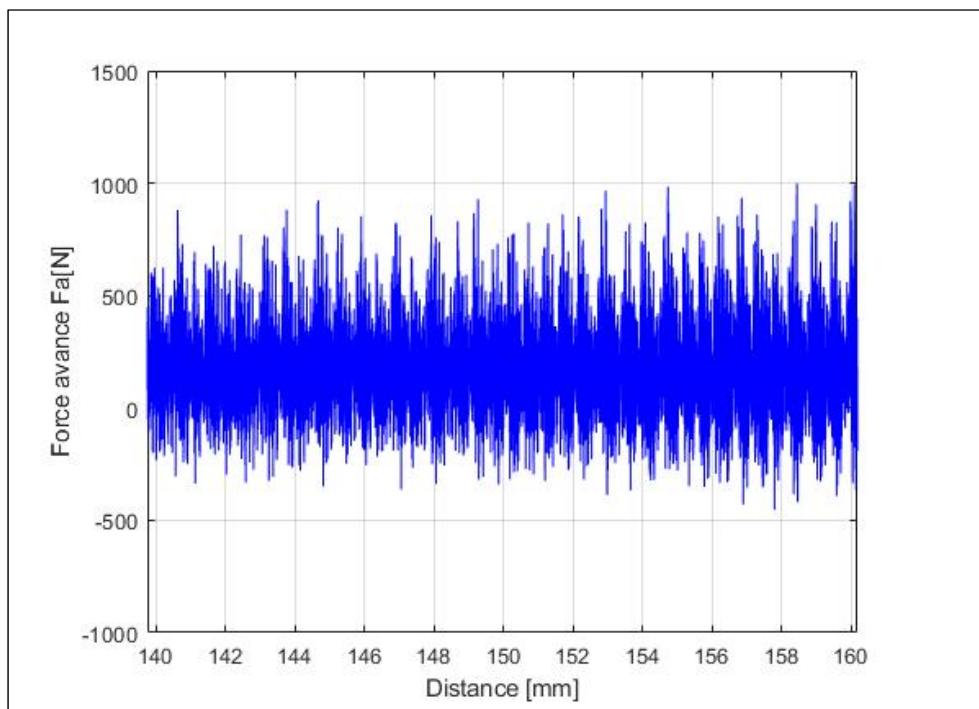


Figure 2.12 Le signal de la force d'avance

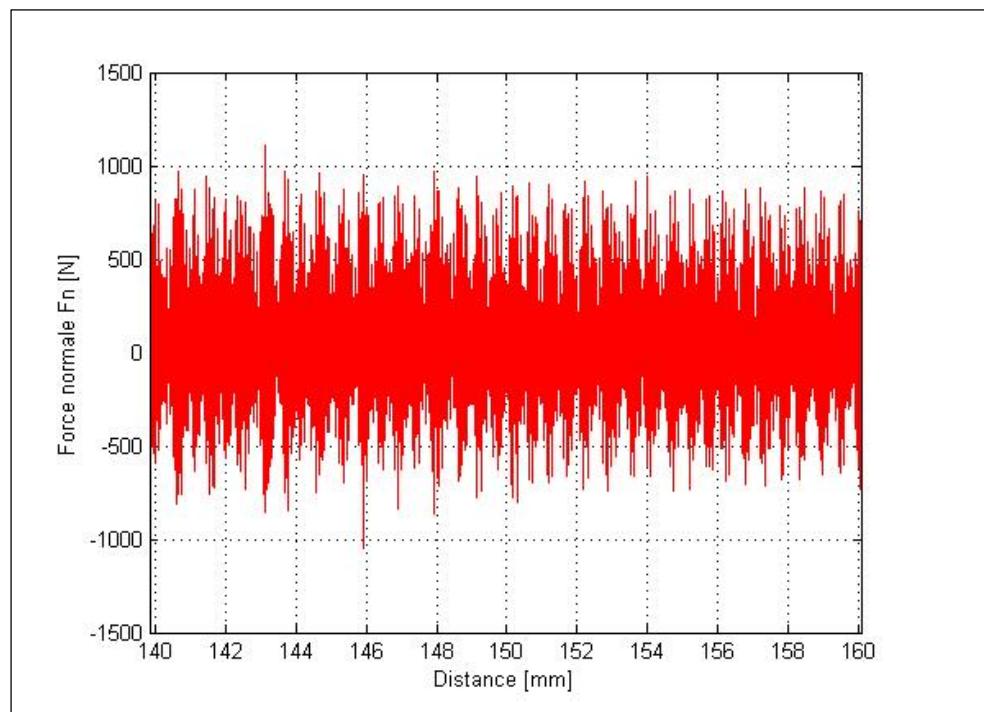


Figure 2.13 Le signal de la force normale

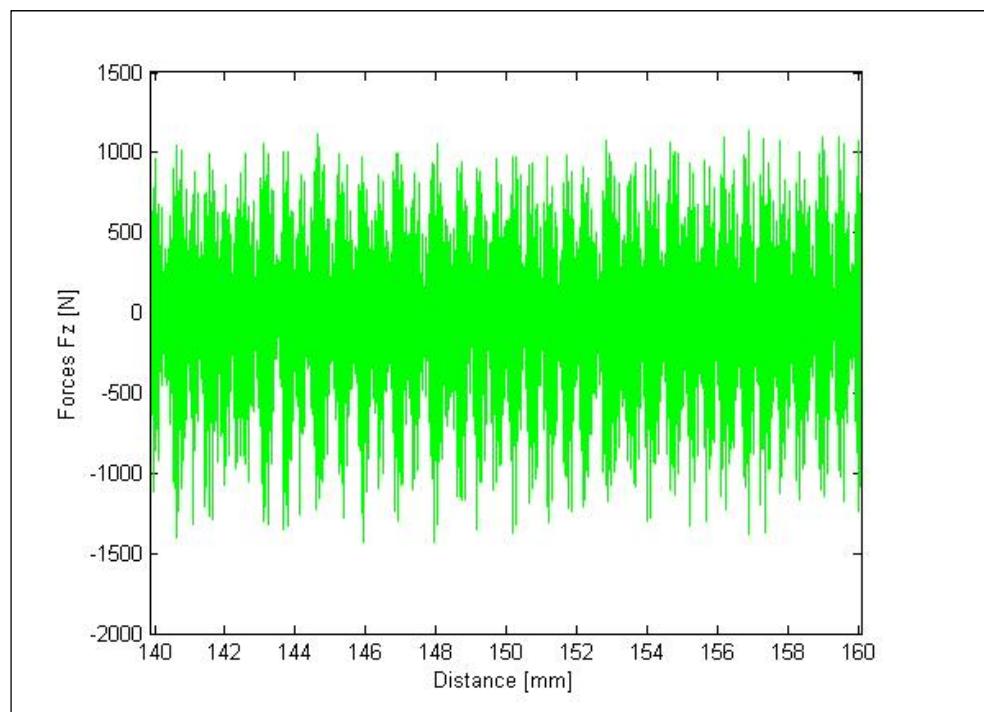


Figure 2.14 Le signal de la force axiale

2.4.4 Préparation des éprouvettes pour les essais mécaniques

La préparation des échantillons pour les essais mécaniques s'est faite suivant les recommandations des normes ASTM. Étant donné que les différents tests mécaniques à effectuer dans le cadre de ce travail sont les tests de traction, de flexion 3 points et de cisaillement, il est recommandé par la norme pour ces différents tests, de couper les échantillons avec une scie abrasive (figure 2.15).



Figure 2.15 Scie abrasive

2.5 Analyse de surface et mesure de rugosité

La rugosité étant un aspect indiquant aussi la qualité ou l'état de surface, il a été donc nécessaire de faire les mesures de rugosité des stratifiés usinés. Les mesures de rugosité ont été prises à l'aide de la machine Mitutoyo SJ400 (figure 2.16) suivant la norme ISO 1997 dans le cadre de cette recherche. Le système de blocage étant mis en place (figure 2.10) pour stabiliser les stratifiés durant l'usinage, la rugosité devrait être similaire sur toutes les zones de coupe. Les paramètres de configuration du profilomètre ont été déterminés en suivant la

norme. Une première mesure a été faite afin d'avoir une idée de la valeur de rugosité dont on s'attend. Par la suite, les valeurs de coupure (cutoff) et de longueur de mesure sont réglées en conséquence. Les valeurs des différents paramètres pour la détermination de la rugosité arithmétique sont regroupées dans le tableau 2.5.

Tableau 2.5 Paramètres de mesure de rugosité

Longueur de mesure (Lm)	12 mm
Longueur d'échantillonnage	8 μm
Longueur de coupure	2.5 mm
Nombre d'échantillons	5
Nombres de points	8000
Paramètre de mesure	Ra [μm]



Figure 2.16 La machine Mitutoyo SJ400

2.6 Essais mécaniques

Les essais mécaniques ont pour but d'évaluer l'influence des additifs sur les propriétés mécaniques. Il est à rappeler que la caractérisation de notre matériau composite n'est pas l'objectif final mais ce qui importe est la variation des propriétés mécaniques lorsque des additifs sont ajoutés comparativement à la référence sans additifs.

2.6.1 Essais en traction axiale

Les tests de traction ont été menés à priori sur des éprouvettes dont les dimensions ont été choisies suivant les recommandations de la norme ASTM D 3039/D 3039M. En effet, en considérant des éprouvettes avec une orientation des fibres à -45° symétriques de type $[-45]_{16}$ et non équilibrés, comme on peut le voir au tableau 2.6, il n'y a pas de recommandation spécifique concernant la dimension des éprouvettes. Par conséquent, les dimensions ont été tout de même choisies avec une largeur de 25 mm et une longueur de 250 mm. L'obtention d'une largeur des éprouvettes selon la norme a été faite après le polissage des côtés avec du papier sablé de grain 80,120 et 240. Notons qu'avec un papier sablé à grain de 240 pour la finition de dimension, on obtient une rugosité approximativement de 0.642 μm .

Tableau 2.6 Recommandations sur la dimension des éprouvettes selon
ASTM D 3039/D 3039M

Fiber Orientation	Width, mm [in.]	Overall Length, mm [in.]	Thickness, mm [in.]	Tab Length, mm [in.]	Tab Thickness, mm [in.]	Tab Bevel Angle,°
0° unidirectional	15 [0.5]	250 [10.0]	1.0 [0.040]	56 [2.25]	1.5 [0.062]	7 or 90
90° unidirectional	25 [1.0]	175 [7.0]	2.0 [0.080]	25 [1.0]	1.5 [0.062]	90
balanced and symmetric	25 [1.0]	250 [10.0]	2.5 [0.100]	emery cloth	—	—
random-discontinuous	25 [1.0]	250 [10.0]	2.5 [0.100]	emery cloth	—	—

^A Dimensions in this table and the tolerances of Fig. 2 or Fig. 3 are recommendations only and may be varied so long as the requirements of Table 1 are met.

Pour un test de traction préliminaire, du papier sablé a été placé aux extrémités des éprouvettes afin que celles-ci ne glissent pas dans les mors durant le test. À la suite des tests préliminaires, il a été observé que plusieurs ruptures étaient au niveau des mors. Nous avons

donc opté pour l'utilisation de talons. En fonction de la dimension des mors, la longueur des talons a été établie à 56 mm. Pour qu'il n'y ait pas de glissement entre les talons et l'éprouvette, de l'adhésif de type ARALDITE® AW 106 / Hardener HV 953U y a été ajouté. Cependant, au moins 70 % de chaque surface qui allait entrer en contact avec l'adhésif devait être préalablement poncée afin d'augmenter la surface de contact avec le dit adhésif. Ensuite, s'est ensuivie la phase de nettoyage avec de l'acétone pour enlever la poudre et les impuretés laissées. L'éprouvette à la fin devait ressembler à celle présentée à la figure 2.17.

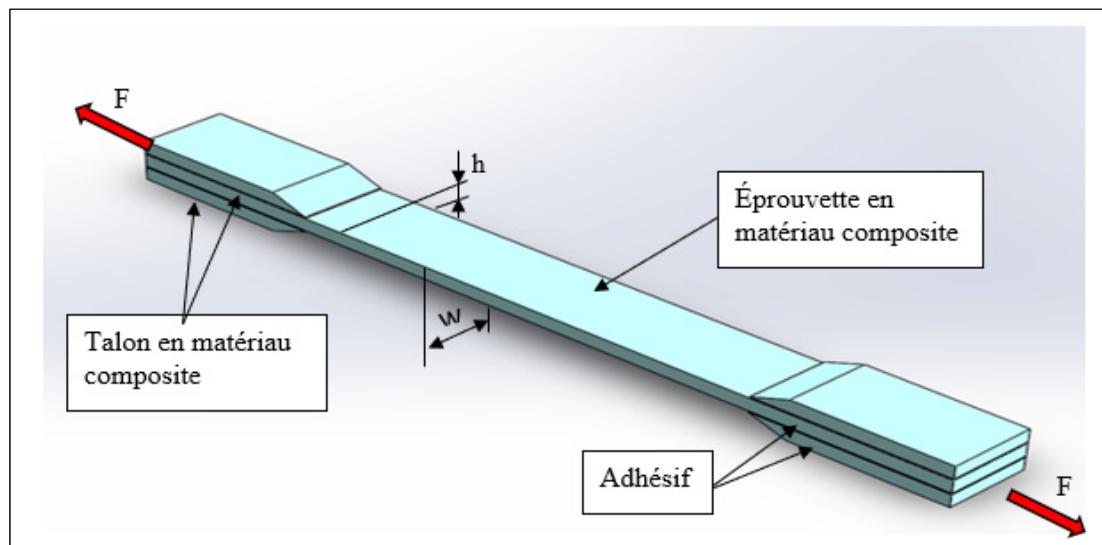


Figure 2.17 Modèle d'un échantillon pour l'essai de traction

Dans le but d'avoir une bonne adhésion et une bonne résistance en cisaillement de l'adhésif, les éprouvettes maintenues aux extrémités par les pinces (figure 2.18 a) ont été mises à chaud dans l'étuve réglée à 100°C pour une durée de 20 min.

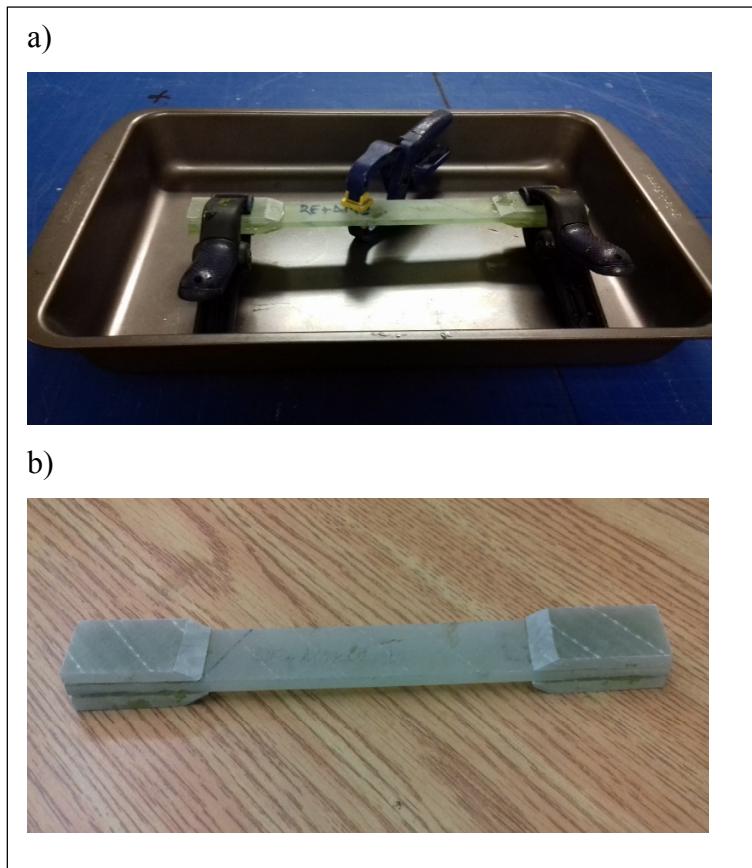


Figure 2.18 Collage des talons sur l'éprouvette a) et éprouvette finale b)

Après refroidissement naturelle des éprouvettes, celles-ci sont prêtes pour des essais en traction. Ce test destructif a eu pour but d'évaluer la contrainte et la déformation maximale de rupture des éprouvettes. Ce test s'est réalisé avec la machine de traction Alliance RF/200 (figure 2.19). Le paramètre de vitesse d'avance de la traction a été fixé à 2 mm/min, ce qui respecte la norme ASTM D3039/D3039M-17. Les différents modes de rupture ont été interprétés à partir de la figure 2.20.

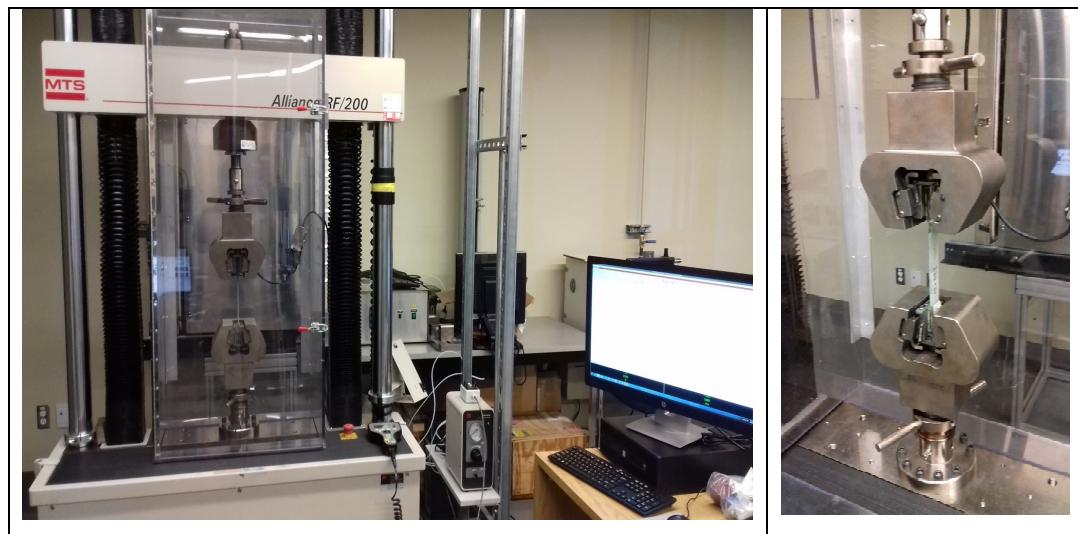


Figure 2.19 Machine de traction Alliance RF/200 et montage éprouvette

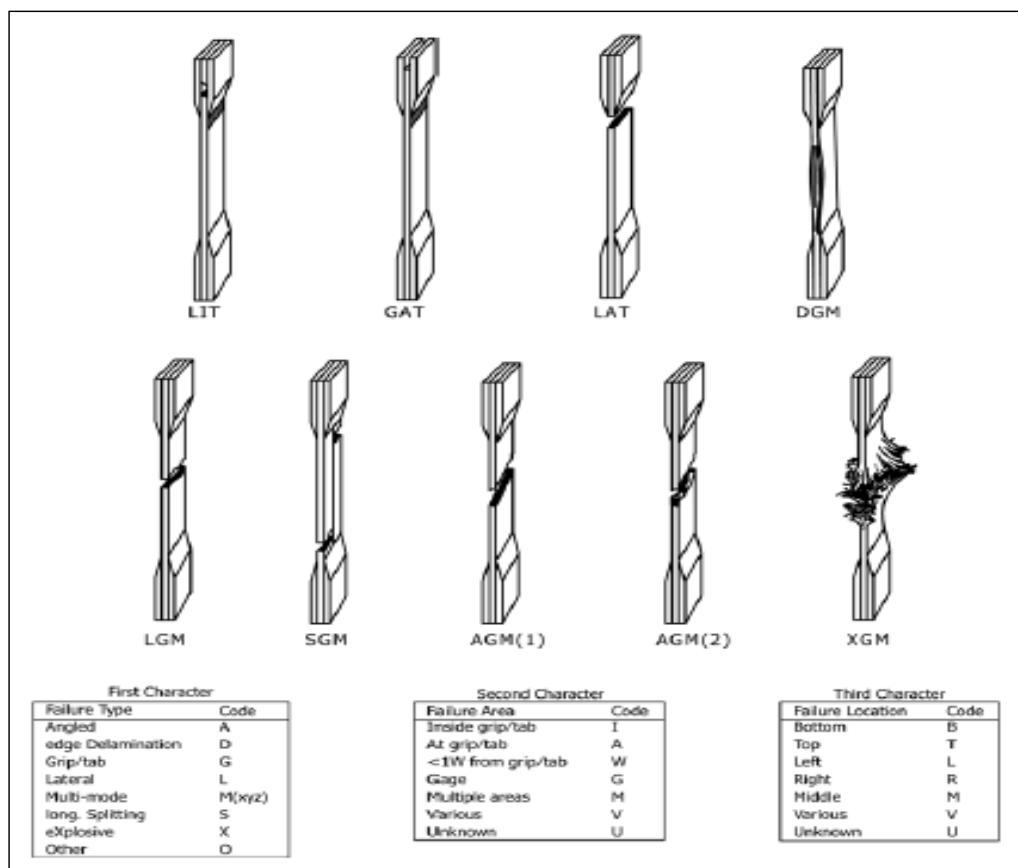


Figure 2.20 Code de rupture du test de traction/Mode typique
ASTM D3039/D3039M-17

L'évaluation de la contrainte à la rupture σ_{max} est validée par le modèle de l'équation 2.1.

$$\sigma_{max} = \frac{F_{max}}{w * h} \quad (2.1)$$

2.6.2 Essais en flexion 3-points

En ce qui concerne l'essai en flexion 3-points, l'objectif a été de rechercher la contrainte et la déformation maximale au centre de l'éprouvette. La norme qui guide ces essais en flexion est ASTM D 7264/D 7264M-07 suivant la procédure A. Ainsi pour la découpe des éprouvettes, les dimensions de ces dernières dépendent de l'épaisseur « h » sauf la largeur qui a été maintenue fixe comme on peut l'observer à la figure 2.21. Le tableau 2.7 récapitule les dimensions de l'éprouvette en notant que sa longueur est augmentée de 20 % de celle entre les supports (span).

Tableau 2.7 Dimensions des éprouvettes de flexion à 3 points

Longueur L [mm]	Largeur b [mm]	Épaisseur h [mm]	Span S [mm]
1.2 x S	13	h	32 x h
180.1	13	4.69	150.08

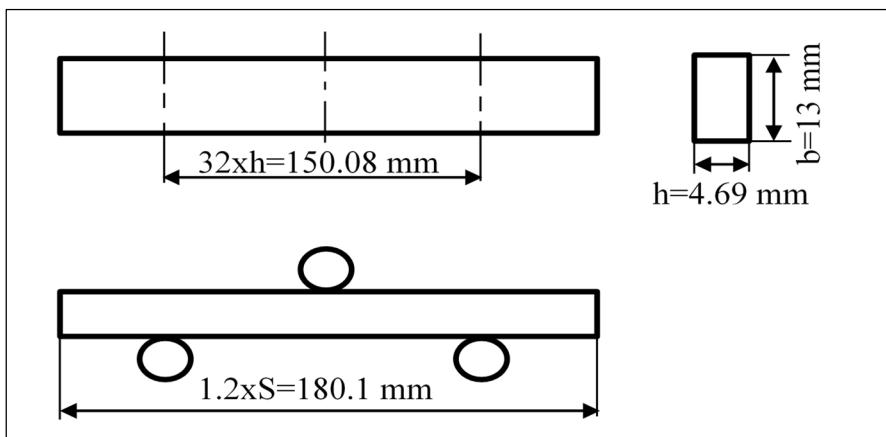


Figure 2.21 Dimensions et positionnement de l'éprouvette en flexion 3 points

La norme recommande aussi que les essais soient faits avec des barres ayant un diamètre de 6 mm comme il est indiqué à la figure 2.22. Compte tenu de la non disponibilité de ces barres, les essais ont été réalisés sur des barres ayant un diamètre de 5 mm.

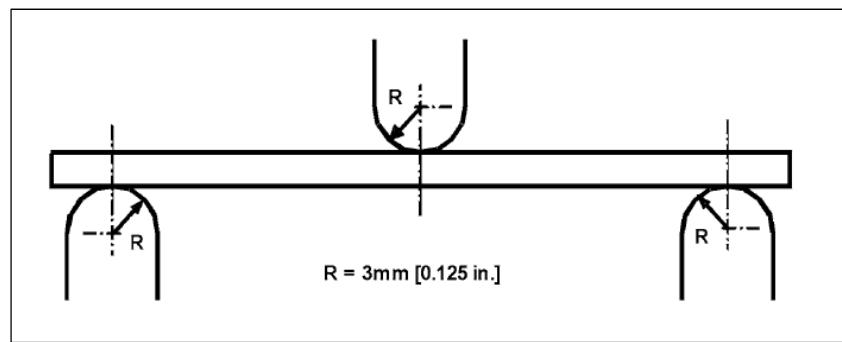


Figure 2.22 Configuration de l'essai de flexion 3 points selon la norme ASTM D 7264/D 7264M-07

L'évaluation des paramètres à la rupture, respectivement, la contrainte σ_{max} , la déformation ε_{max} et le module sécant E_f^{secant} peut se faire également par le biais des formules présentées respectivement par les équations 2.2, 2.3 et 2.4. Il est à noter que ces formules sont valables pour une déformation maximale de fibre de 2 %.

$$\sigma_{max} = \frac{3 * P_{max} * L}{2 * b * h} \quad (2.2)$$

$$\varepsilon_{max} = \frac{6 * \delta_{max} * h}{L^2} \quad (2.3)$$

$$E_f^{secant} = \frac{L^3 * m}{4 * b * h^3} \quad (2.4)$$

Avec :

P_{max} : Force maximale appliquée [N]

L : Distance entre les deux points d'appui [mm]

b : Largeur de l'éprouvette [mm]

h : Épaisseur de l'éprouvette [mm]

δ_{max} : Déplacement maximal au point d'appui [mm]

m : Pente de la droite sécante de la courbe force-déplacement.

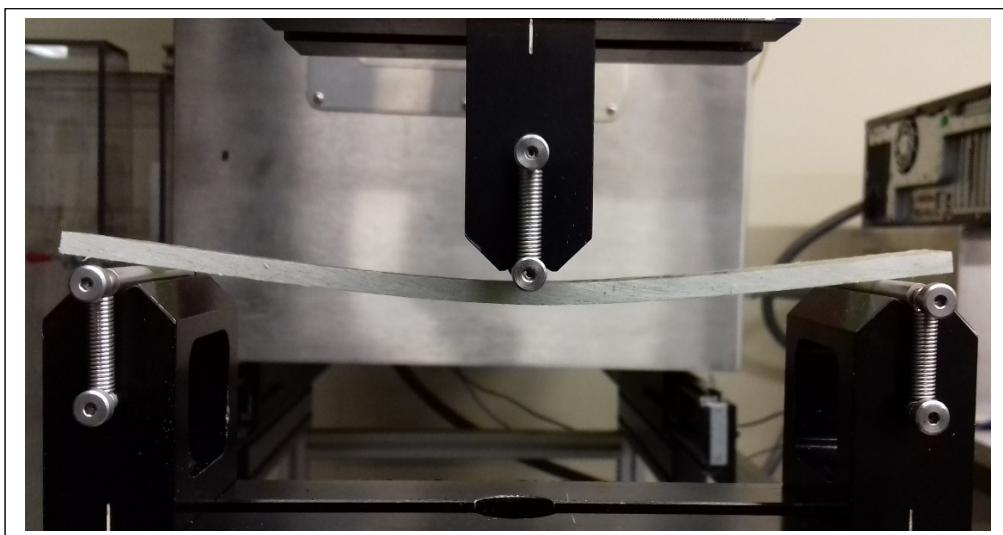


Figure 2.23 Montage éprouvette en flexion 3-points

2.6.3 Essais de cisaillement (short beam)

De même que les essais en flexion 3 points, les essais en cisaillement se sont réalisés avec la norme D 2344/D 2344M-00. Contrairement à la norme de flexion 3 points sur la dimension des éprouvettes, celles-ci dépendent de l'épaisseur « h ». Ainsi, les dimensions obtenues des éprouvettes sont présentées au tableau 2.8.

Tableau 2.8 Dimensions des éprouvettes de cisaillement

Longueur L [mm]	Largeur b [mm]	Épaisseur h [mm]	Span S [mm]
$6 \times h$	$2 \times h$	h	$4 \times h$
28.14	9.38	4.69	18.76

Les échantillons ayant une petite longueur, il a été moins difficile de faire respecter les normes sur les tolérances de planéité et de parallélisme en utilisant comme machine de coupe la scie abrasive recommandée. L'orientation des fibres étant de 45° et par conséquent, non équilibrée et non symétrique par rapport à l'axe longitudinal de la poutre, le modèle d'évaluation de la contrainte en cisaillement avec l'équation 2.5 n'a pas été respecté comme le prévoit la norme. Mais pour nous, l'objectif a été d'observer comment influent les additifs dans le composite. Et donc, il a été nécessaire et important d'avoir le même setup ou même dimensions des échantillons car le but n'est pas de caractériser le matériau en examen ayant une orientation unique des fibres à 45°, mais de permettre une évaluation sur une base comparative.

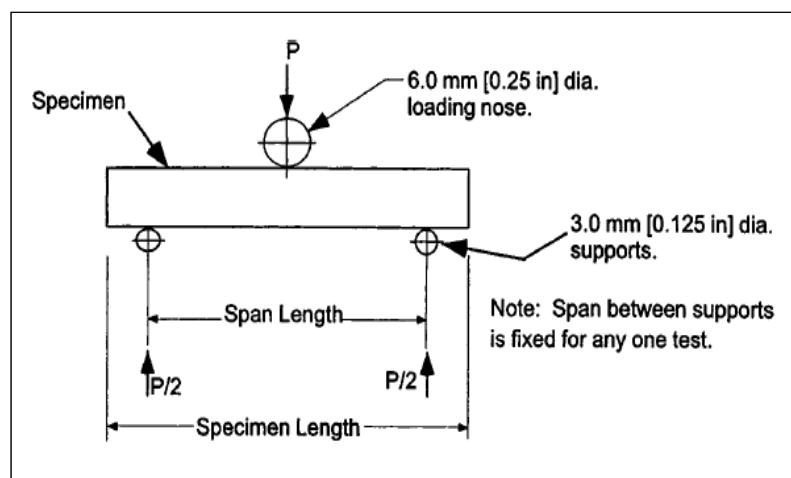


Figure 2.24 Configuration de l'essai en cisaillement selon la norme D 2344/D 2344M-00

$$\tau_{max} = 0,75 \times \frac{P_{max}}{b \times h} \quad (2.5)$$

Avec :

P_{max} : Force maximale appliquée [N]

b : Largeur de l'éprouvette [mm]

h : Épaisseur de l'éprouvette [mm]

τ_{max} : Contrainte maximale en cisaillement [MPa]

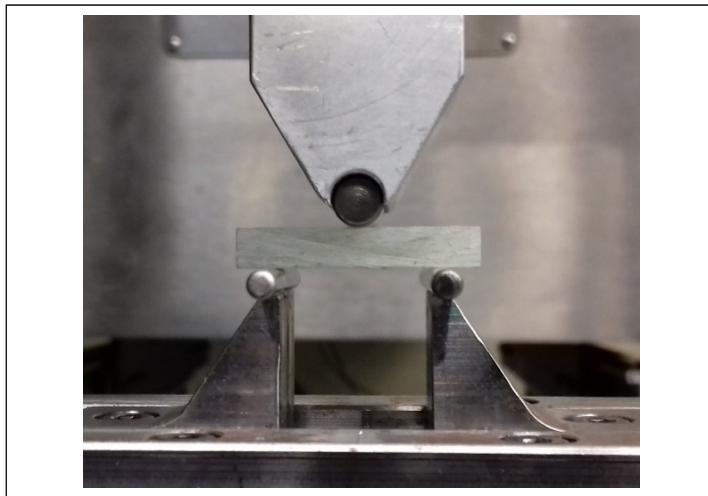


Figure 2.25 Montage d'éprouvette pour essai en cisaillement

2.7 Méthodes d'analyse de l'énergie de surface

L'influence des additifs sur l'énergie de surface a été déterminée par l'évaluation de cette dernière à partir de la mesure de l'angle de contact. Cette mesure a été effectuée sur une surface relativement plane afin d'éviter l'influence de la forme géométrique des surfaces. Sachant que les additifs utilisés ont pour but d'améliorer les performances mécaniques du composite, ces additifs devraient aider au mouillage des fibres par la résine. Ainsi, une bonne mouillabilité contribue à la protection des fibres. De plus, les particules d'argile en particulier, ayant une structure lamellaire, favorisent la formation d'une barrière face aux différentes infiltrations du composite des corps externes. Cette étude se focalise principalement sur l'évaluation de l'énergie de surface sur la surface usinée. L'état de coupe des surfaces est présenté dans la section 3.2 des résultats. Par ailleurs, d'autres études ultérieures (Annexe II) ont été menées pour déterminer l'énergie de surface sur les surfaces de moulage du stratifié (côté moule et côté sac à vide). Différents types de composites fabriqués dans le cadre de cette recherche ont été pris en compte pour évaluer l'énergie de surface. Les mesures d'angle de contact prises sont de 5 sur les surfaces de coupe et de 10 mesures significatives avec des écarts types sur les surfaces 1 et 2 (voir annexe II).

Le système de mesure d'angle de contact (figure 2.26), constitué d'une caméra pour la capture d'image, a permis d'effectuer des mesures d'angle de contact. Le principe de fonctionnement est simple. La seringue placée au-dessus de l'éprouvette contient le liquide avec lequel l'angle de contact est évalué. À l'aide d'une vis, le liquide est versé ou déposé sur la surface dont l'énergie de surface est à évaluer. Les surfaces sur lesquelles les mesures ont été effectuées n'ont pas été poncées pour empêcher l'infiltration de la gouttelette dans le matériau composite. Après le dépôt d'une goutte du liquide à examiner, la mesure de l'angle de contact a été faite lorsque la goutte s'est stabilisée.

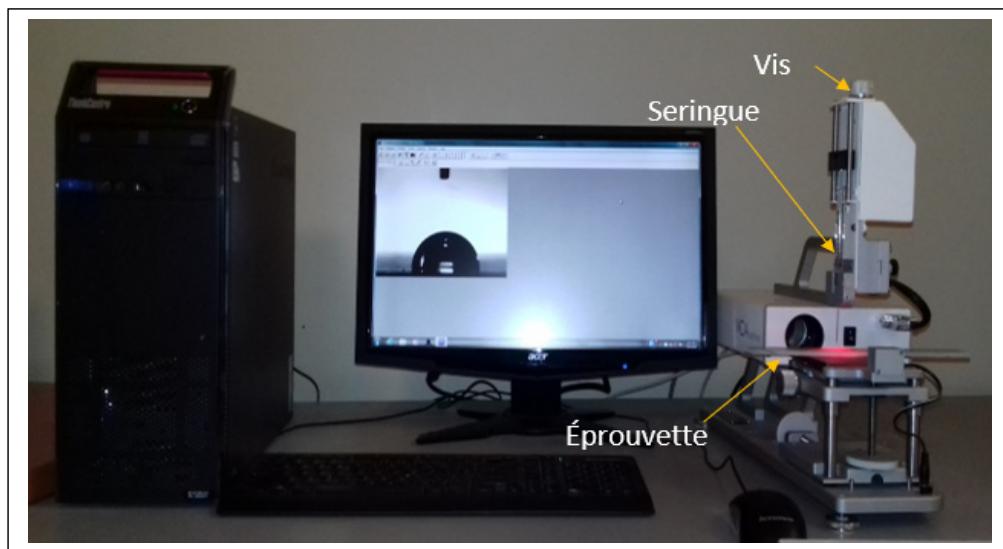


Figure 2.26 Système de mesure de l'angle de contact

2.7.1 Plan expérimental des mesures

Pour atteindre l'objectif de chaque partie, le plan d'expérience adéquat pour les 8 types de stratifiés est un plan à deux variables sur un niveau pour les surfaces de coupe. Pour les surfaces 1 et 2, un plan à trois variables maximales sur un niveau est adopté. Les trois variables correspondent à 3 types de liquide choisis dans le cadre de cette recherche, à savoir : l'eau, l'éthylène glycol et le diiodométhane (CR, 1999; Shimizu & Demarquette, 2000). Les tableaux 2.9 et 2.10 sont reproduits respectivement dans un plan expérimental avec plus de détails dans les tableaux 2.11 et 2.12.

Tableau 2.9 Plan d'expérience pour la mesure d'angle de contact
à la surface de coupe

Matériaux composite	Nombre de surface de mesure	Nombre de type de liquide	Nombre de mesure pour évaluation Énergie
RE	1	2	5
RE_AM	1	2	5
RE_AM_AR	1	2	5
RE_AM_CI	1	2	5
RE_AM_AR_CI	1	2	5
RE-AR	1	2	5
RE_CI	1	2	5
RE_AR_CI	1	2	5

Tableau 2.10 Plan d'expérience pour la mesure d'angle de contact aux surfaces 1 et 2

Matériaux composite	Nombre de surface de mesure	Nombre de type de liquide	Nombre de mesure pour évaluation Énergie
RE	2	3	5
RE_AM	2	3	5
RE_AM_AR	2	3	5
RE_AM_CI	2	3	5
RE_AM_AR_CI	2	3	5
RE-AR	2	3	5
RE_CI	2	3	5
RE_AR_CI	2	3	5

Tableau 2.11 Plan d'expérience détaillé pour la mesure d'angle de contact
à la surface de coupe

Matériaux	Surfaces	Liquides	Mesures i*
RE	Surf_coupe	Eau/Diiodométhane	Eau_i DiidoM_i
RE_AM	Surf_coupe	Eau/Diiodométhane	Eau_i DiidoM_i
RE_AM_AR	Surf_coupe	Eau/Diiodométhane	Eau_i DiidoM_i
RE_AM_CI	Surf_coupe	Eau/Diiodométhane	Eau_i DiidoM_i
RE_AM_AR_CI	Surf_coupe	Eau/Diiodométhane	Eau_i DiidoM_i
RE_AR	Surf_coupe	Eau/Diiodométhane	Eau_i DiidoM_i
RE_CI	Surf_coupe	Eau/Diiodométhane	Eau_i DiidoM_i
RE_AR_CI	Surf_coupe	Eau/Diiodométhane	Eau_i DiidoM_i

* i est l'indice de mesure qui varie de 1 à 5.

Tableau 2.12 Plan d'expérience détaillé pour la mesure d'angle de contact aux surfaces 1 et 2

Matériaux	Surfaces	Liquides	Mesures i*
RE	Surface_1	Eau/Diiodométhane/Éthylène Glycol	Eau_i
	Surface_2		DiidoM_i ÉthylGly_i
RE_AM	Surface_1	Eau/Diiodométhane/Éthylène Glycol	Eau_i
	Surface_2		DiidoM_i ÉthylGly_i
RE_AM_AR	Surface_1	Eau/Diiodométhane/Éthylène Glycol	Eau_i
	Surface_2		DiidoM_i ÉthylGly_i
RE_AM_CI	Surface_1	Eau/Diiodométhane/Éthylène Glycol	Eau_i
	Surface_2		DiidoM_i ÉthylGly_i
RE_AM_AR_CI	Surface_1	Eau/Diiodométhane/Éthylène Glycol	Eau_i
	Surface_2		DiidoM_i ÉthylGly_i
RE_AR	Surface_1	Eau/Diiodométhane/Éthylène Glycol	Eau_i
	Surface_2		DiidoM_i ÉthylGly_i
RE_CI	Surface_1	Eau/Diiodométhane/Éthylène Glycol	Eau_i
	Surface_2		DiidoM_i ÉthylGly_i
RE_AR_CI	Surface_1	Eau/Diiodométhane/Éthylène Glycol	Eau_i
	Surface_2		DiidoM_i ÉthylGly_i

* i est l'indice de mesure qui varie de 1 à 5

2.7.2 Méthodes d'évaluation de l'énergie de surface

Il est important de rappeler que deux différents types de liquides sont nécessaires pour déterminer l'énergie de surface du matériau composite. Ensuite, la moyenne des valeurs d'énergie de surface obtenue a permis d'évaluer une influence des additifs utilisés dans la fabrication des différents stratifiés.

2.7.2.1 La méthode de Wu

Pour ce qui est de la méthode de Wu (1971), elle prend en compte des interactions spécifiques de type polaire autre celui apolaire entre le solide et le liquide. Rappelons qu'une interaction de type polaire est une interaction entre deux atomes ou molécules ayant une distribution de charges positives et négatives de manière asymétrique. Pour ce qui est d'une interaction apolaire ou de Van der Waals, la distribution des charges est symétrique. Ainsi, l'énergie de surface est constituée de deux composantes, à savoir la composante polaire et celle dispersive exprimées dans l'équation (2.6).

$$\gamma_s = \gamma_s^p + \gamma_s^d \quad (2.6)$$

Ce modèle, basé sur l'approche de la moyenne harmonique, est représenté par l'équation suivante :

$$\gamma_{SL} = \gamma_s + \gamma_{LV} - 4\left(\frac{\gamma_{LV}^d \gamma_s^d}{\gamma_{LV}^d + \gamma_s^d} + \frac{\gamma_{LV}^p \gamma_s^p}{\gamma_{LV}^p + \gamma_s^p}\right) \quad (2.7)$$

où γ_{SL} est l'énergie d'interface solide-liquide, γ_s est l'énergie de surface du solide, γ_{LV} est l'énergie de surface du liquide, γ_s^d et γ_s^p sont respectivement les composantes de dispersion et polaires de l'énergie de surface du solide, γ_{LV}^d et γ_{LV}^p sont respectivement les composantes de dispersion et polaires de la tension superficielle du liquide. En développant l'équation (2.7) au dénominateur commun, on obtient l'équation suivante :

$$\begin{aligned}
& [4*\gamma_l^p*\gamma_l^d - (\cos(\theta*\pi/180)) * \gamma_l^p * \gamma_l - \gamma_l^p * \gamma_l] * \mathbf{X} + \\
& [4*(\gamma_l^p * \gamma_l^d - (\cos(\theta*\pi/180)) * \gamma_l^d * \gamma_l - \gamma_l^d * \gamma_l] * \mathbf{Y} + \\
& [4*\gamma_l^d + 4*\gamma_l^p - (1 + \cos(\theta*\pi/180)) * \gamma_l] * \mathbf{Z} \\
& = (1 + \cos(\theta*\pi/180)) * \gamma_l * \gamma_l^d * \gamma_l^p
\end{aligned} \tag{2.8}$$

où $\mathbf{X} = \gamma_s^d$, $\mathbf{Y} = \gamma_s^p$ et $\mathbf{Z} = \gamma_s^d * \gamma_s^p$ qui sont considérés inconnus et à déterminer à partir d'un système à 2 équations car l'équation contient juste 2 inconnues. Pour ce modèle, les composants de l'énergie de surface n'ont pas de contrainte sur les valeurs obtenues durant la résolution du système d'équations.

2.7.2.2 La méthode de Owens/Wendt-Fowkes

Les méthodes de Owens et Wendt (1969) et de Fowkes (1963) sont des méthodes basées sur la moyenne géométrique des deux termes constituants l'énergie de surface totale. En ce qui concerne l'approche commune de Owens/Wendt et de Fowkes, celle-ci est construit à partir de l'équation de Good comme suit :

$$\gamma_{SL} = \gamma_s + \gamma_{LV} - 2[(\gamma_{LV}^d \gamma_s^d)^{1/2} + (\gamma_{LV}^p \gamma_s^p)^{1/2}] \tag{2.9}$$

où γ_{SL} est l'énergie d'interface solide-liquide, γ_s est l'énergie de surface du solide, γ_{LV} est l'énergie de surface du liquide, γ_s^d et γ_s^p sont respectivement les composantes de dispersion et polaires de l'énergie de surface du solide, γ_{LV}^d et γ_{LV}^p sont respectivement les composantes de dispersion et polaires de la tension superficielle du liquide. L'équation (2.9) peut encore se présenter comme suit :

$$2 * \sqrt{\gamma_l^d} * \mathbf{b} + 2 * \sqrt{\gamma_l^p} * \mathbf{m} = (1 + \cos(\theta)) * \gamma_l \tag{2.10}$$

Où $\mathbf{b} = \sqrt{\gamma_s^d}$ et $\mathbf{m} = \sqrt{\gamma_s^p}$ sont tous des coefficients positifs.

La résolution peut aussi se faire à partir d'un système à deux équations. Par ailleurs, il est possible de se créer des points nuageux connaissant les variables de la partie liquide afin d'estimer correctement l'énergie de surface du solide. Ainsi, l'équation est mise sous la forme d'une droite $y = mx + b$ où m est la pente et b est l'ordonnée à l'origine telle que :

$$y = \frac{(1+\cos(\theta)) * \gamma_l}{2 * \sqrt{\gamma_l^d}} \quad x = \frac{\sqrt{\gamma_l^p}}{\sqrt{\gamma_l^d}} \quad (2.11)$$

2.7.2.3 La méthode de Fowkes (3 liquides ou plus)

La méthode Fowkes a permis d'évaluer l'énergie de surface avec 3 liquides utilisés dans le cadre de notre étude. De plus, le choix d'un des liquides de test doit avoir une composante uniquement dispersive comme le diiodométhane. Par ailleurs, pour une utilisation de deux liquides, la méthode recommande l'eau et du diiodométhane (CR, 1999). La détermination de l'énergie de surface se fait par étape :

- Détermination de γ_s^d à partir du diiodométhane en utilisant l'équation (2.12). Ainsi elle devient comme suit :

$$\gamma_s^d = \frac{(1 + \cos(\theta))^2 * \gamma_l}{4} \quad (2.12)$$

- Détermination de γ_s^p à partir de l'eau qui contient autant les composants dispersifs que polaires, connaissant déjà γ_s^d en utilisant l'équation (2.10).

Par ailleurs, ces étapes sont possibles lorsqu'on a juste 2 liquides différents. Étant donné que le but a été de déterminer l'énergie à partir de 3 liquides différents, les nuages de points ont été construits comme le permet la méthode de Fowkes. Ensuite, il a fallu linéariser les points afin de déterminer les différents inconnus comme il est proposé pour la méthode de

Owens/Wendt avec 2 liquides. Les valeurs connues des liquides nécessaires pour la résolution des différentes méthodes sont regroupées dans le tableau 2.13.

Tableau 2.13 Valeurs polaires et dispersives de la tension de surface
Tiré de Shimizu et Demarquette (2000)

Liquide	γ_L [mJ/m ²]	γ_L^p [mJ/m ²]	γ_L^d [mJ/m ²]
Eau	72.8	50.7	22.1
Diiodométhane	50.8	6.7	44.1
Éthylène Glycol	47.7	17.6	30.1

Les différents modèles élaborés plus haut sont valides pour les surfaces lisses. En effet, les surfaces des composites fabriqués par infusion ont des textures différentes qui influencent l'angle de contact. En outre, après l'usinage d'un composite, la surface usinée comporte des irrégularités qui constituent la texture de la surface de coupe ce qui influencent également sur les mesures d'angle de contact. Ainsi, la rugosité est un paramètre qui influence l'angle de contact mesuré car elle favorise l'aspect hydrophobe d'une surface. Faire des mesures d'angle de contact sans tenir compte de la rugosité conduit en erreur l'analyse caractéristique d'une surface. Pour y remédier, plusieurs chercheurs (Bell, Shahraz, Fichthorn, & Borhan, 2015; Laurent, 2017) ont fait des modèles ou configurations de contact de surface avec un liquide comme on peut le voir à la figure 2.27. Dans notre cas spécifique, la configuration de mouillage qui correspondait à notre problème était celui du régime de Wenzel.

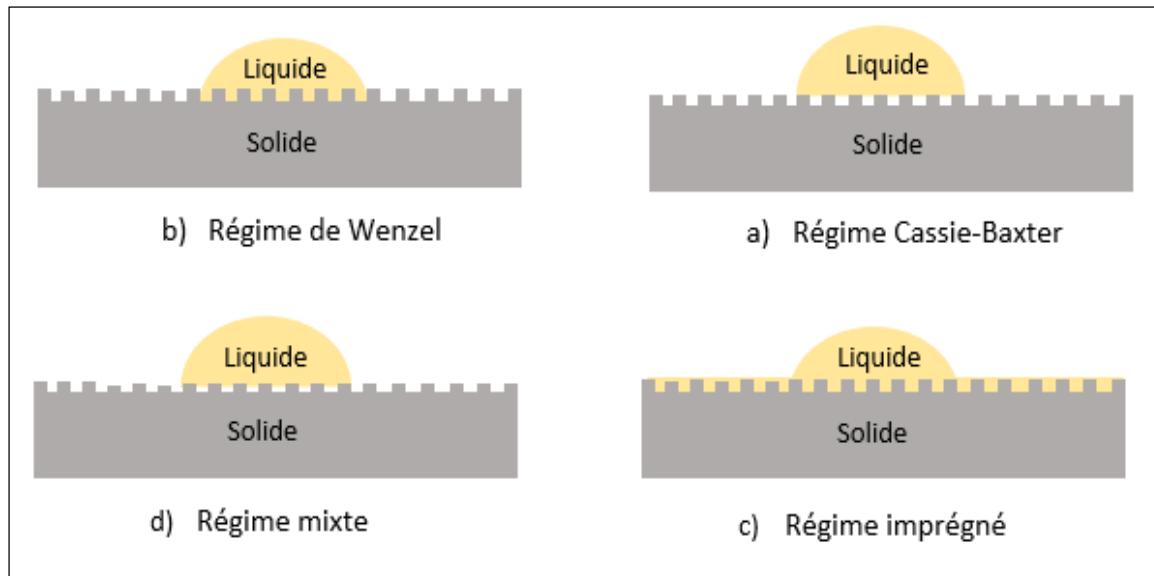


Figure 2.27 Représentation schématique des différents régimes de mouillabilité
Adaptée de Laurent (2017)

Dans le régime de Wenzel, ce dernier met en évidence la relation entre l'angle de contact d'une surface lisse et celui d'une surface rugueuse tel que :

$$\cos(\theta^*) = r * \cos(\theta) \quad (2.13)$$

Où θ est l'angle de contact entre une surface lisse et la goutte du liquide posé
 θ^* est l'angle de contact entre une surface rugueuse et la goutte du liquide posé.
 r est la rugosité de la surface rugueuse par rapport à celle lisse.

Ainsi, pour chaque valeur d'angle θ^* mesuré, sa valeur a été corrigée en déterminant θ . Cette valeur corrigée a été celle utilisée dans les différentes résolutions d'équations afin de déterminer l'énergie de surface.

CHAPITRE 3

RÉSULTATS ET DISCUSSION

Ce chapitre présente les résultats obtenus pour les différents essais. Les résultats ont été analysés afin d'évaluer l'influence des additifs sur les différents aspects liés à l'usinage. Ainsi, les résultats obtenus sont ceux de la température de coupe, de la rugosité de surface de coupe, des forces de coupe, des essais mécaniques (traction, flexion et cisaillement) et l'énergie de surface de coupe.

3.1 Influence des additifs sur la température de coupe

La température de surface de coupe a été présentée dans un premier temps avec AM sur 300 mm. Ensuite, une analyse comparative de température de coupe obtenue avec AM et sans AM sur 100 mm.

3.1.1 Influence sur la température de coupe avec agent mouillant (AM) sur 300 mm

Les opérations de détourage des différents stratifiés ont été réalisées à la température ambiante, ce qui correspond à 20 °C. La figure 3.1 montre la température sur une distance de coupe de 300 mm pour 5 types de stratifié. Les courbes présentées ont la forme parabolique où la courbe dont la température est supérieure aux autres atteint les 300°C environ après 300 mm. On peut noter que les stratifiés RE-AM, RE-AM-CI et RE-AM-AR-CI ont une température de coupe inférieure à celle du stratifié de référence contenant uniquement la résine époxy (RE). En revanche, seule la température de coupe du stratifié RE-AM-AR est supérieure à celle du stratifié de référence. Si on se focalise sur les stratifiés contenant des additifs, on note que les températures de coupe de RE-AM-CI et de RE-AM ont tendance à se stabiliser après la température maximale atteinte. Les courbes partent presque du même point et sont proches les unes des autres sur une distance de 20 mm. Ensuite, on observe que la courbe RE-AM-AR-CI offre visiblement la température la plus basse sur presque toute la distance de coupe.

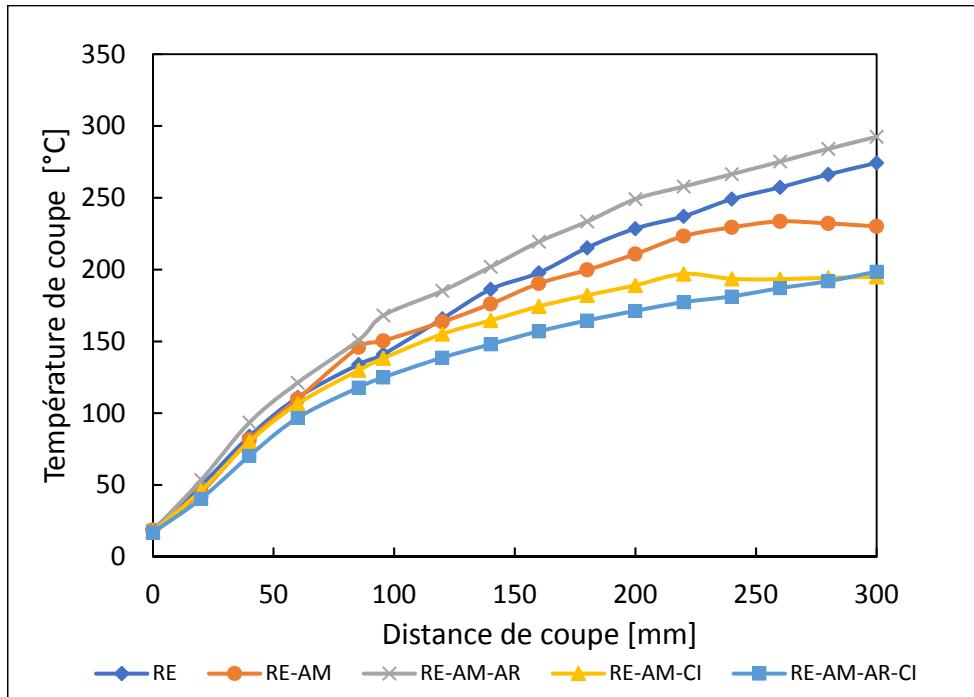


Figure 3.1 Température de coupe avec AM sur une distance de 300 mm

En évaluant les moyennes des écarts de température (Figure 3.2) par rapport à la température de référence, qui est celle de la résine non modifiée, on peut noter, comme prévu, que l'écart est positif seulement pour le stratifié RE-AM-AR. Par ailleurs, les valeurs moyennes de la différence de température sont significatives sur une distance de coupe de 300 mm. Les valeurs négatives des écarts moyens de température observés pour les stratifiés RE-AM, RE-AM-CI, RE-AM-AR-CI traduisent une réduction de la température de coupe par rapport à la température de coupe de référence (résine).

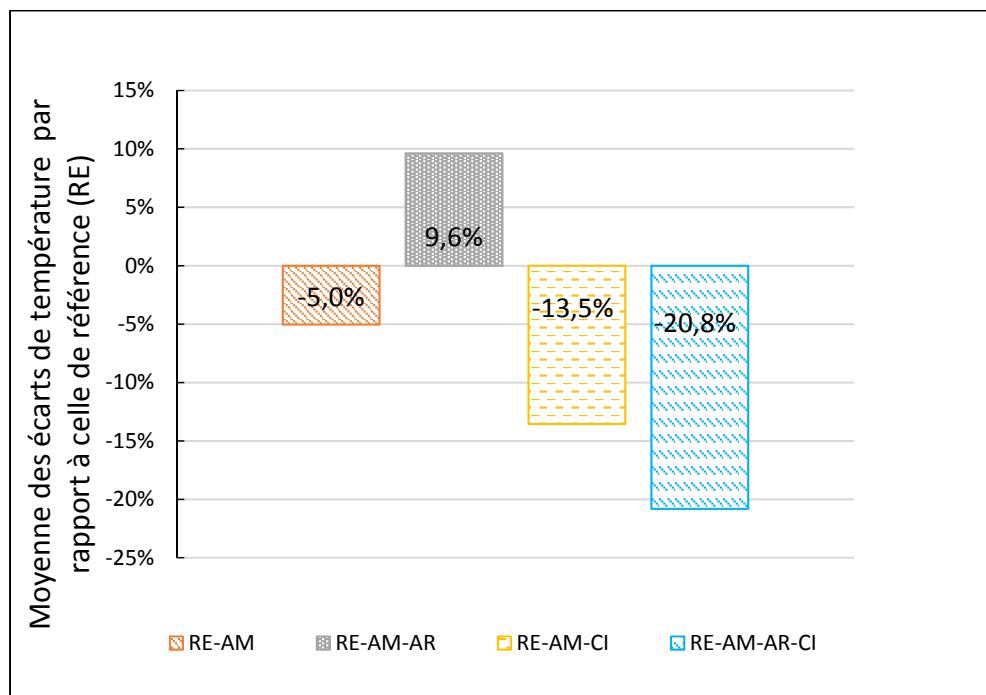


Figure 3.2 Moyenne des écarts de température par rapport à ceux de la résine non modifiée sur 300 mm avec AM

La figure 3.3 montre les valeurs maximales de température atteintes pour chaque stratifié. Le graphique reflète aussi l'analyse faite sur la réduction de température pour les stratifiés RE-AM, RE-AM-CI et RE-AM-AR-CI. De plus, à partir de cette figure, on observe que les stratifiés contenant RE-AM-CI et RE-AM-AR-CI sont ceux qui entraînent réellement une réduction de la température de coupe. Ainsi, il y a une diminution respective de 28,7 % et de 26,5 % de la température de coupe. L'argile contenue dans les stratifiés associés à RE-AM-AR et RE-AM-AR-CI a un comportement différent. Ceci mène à penser à une bonne interaction entre l'argile et la cire qui favorise une diminution de la température de coupe.

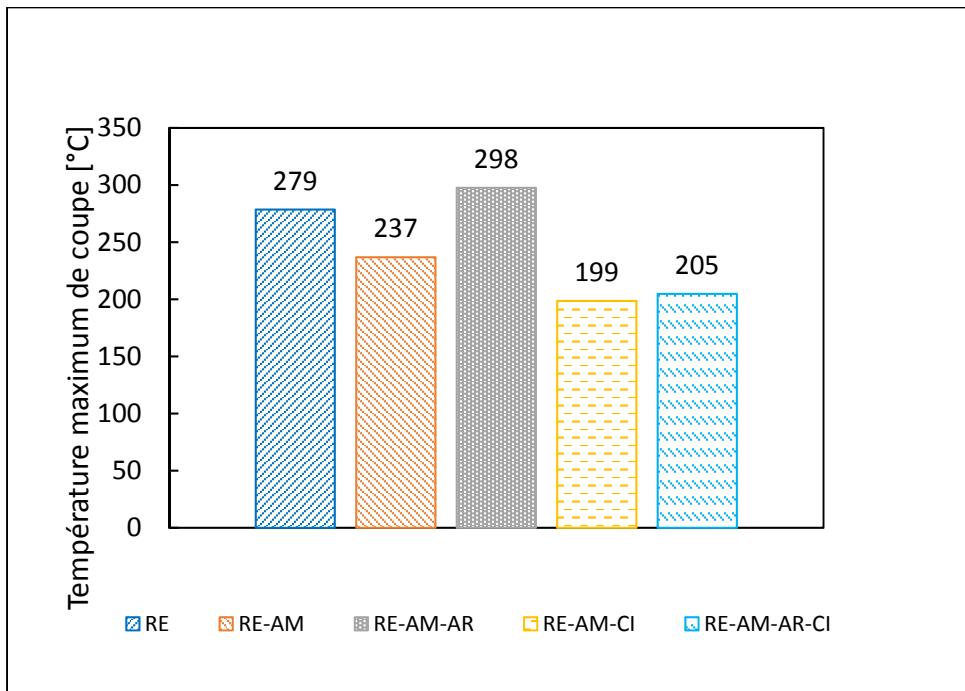


Figure 3.3 Température maximum de coupe avec AM sur 300 mm

3.1.2 Influence des additifs sur la température de coupe sur 100 mm

Les opérations de détourage des différents stratifiés ont été réalisées dans les mêmes conditions de coupe que celles effectuées sur 300 mm. Les figures 3.4 et 3.5 montrent la tendance de température sur une distance de coupe de 100 mm respectivement avec agent mouillant (AM) et sans AM. En ce qui concerne les courbes de température des stratifiés sans AM, l'analyse des données a été faite sur une distance de 100 mm à cause des difficultés à obtenir les données de températures sur une distance de 300 mm. Par conséquent, l'analyse de la température de coupe des 8 différents stratifiés s'est limitée sur une distance de 100 mm. Étant donné que les thermocouples ont été soudés manuellement, l'hypothèse à faire est de considérer la position de soudure à la même position pour tous les outils de coupe. Pour faciliter la distinction des différentes courbes de température de coupe, celles-ci sont présentées sur deux figures distinctes, à savoir avec AM (figure 3.4) et sans AM (figure 3.5). Ainsi, on observe distinctement les températures avec AM montrant que la température du stratifié RE-AM-AR est supérieure à celle du stratifié RE. Par ailleurs, la température de

coupe du stratifié RE-AM-AR-CI est inférieure à celle du stratifié RE. En outre, la température des stratifiés sans AM ont toutes une température inférieure à celle de référence RE. La température la plus basse est celle du stratifié RE-AR-CI.

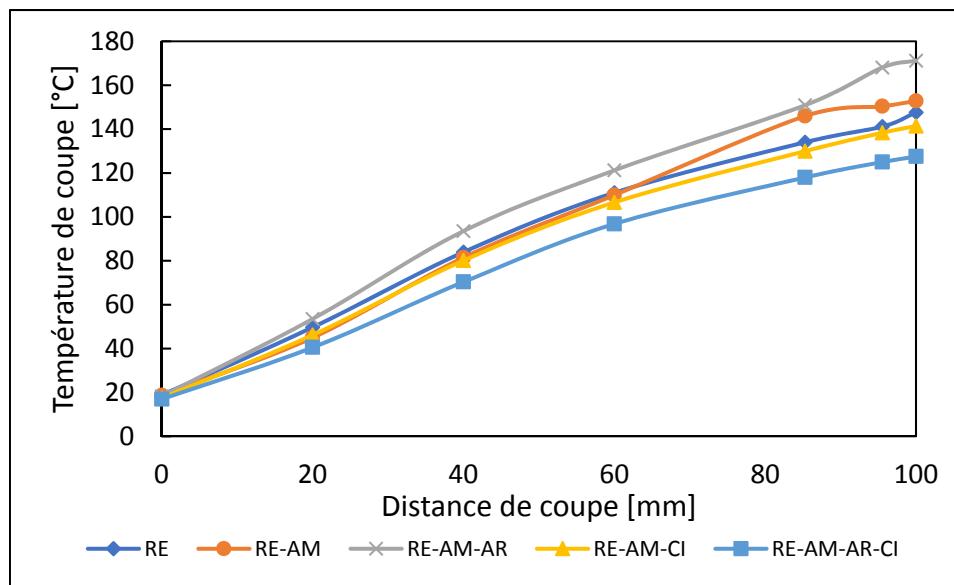


Figure 3.4 Température de coupe avec AM sur une distance de 100 mm

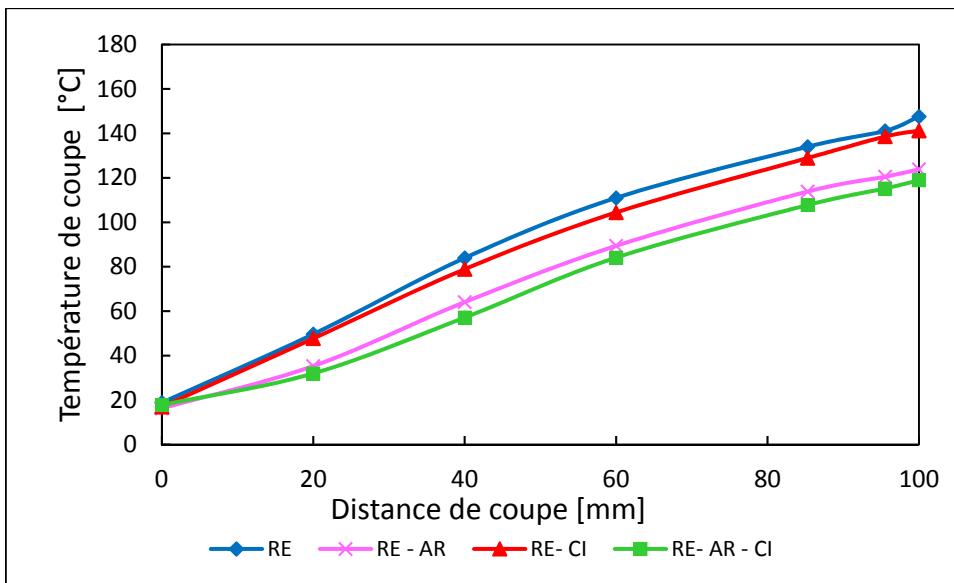


Figure 3.5 Température de coupe sans AM sur une distance de 100 mm

L'évaluation des écarts de température par rapport à la température du stratifié non modifié a été déterminée pour estimer la réduction ou l'augmentation de température (figure 3.6). Ainsi, sur les 7 stratifiés ayant la matrice modifiée par les additifs, 2 stratifiés ont eu une augmentation de température durant l'usinage, à savoir RE-AM et RE-AM-AR. Les 5 stratifiés, à savoir RE-AM-CI, RE-AM-AR-CI, RE-AR, RE-CI et RE-AR-CI ont eu une réduction de température de coupe.

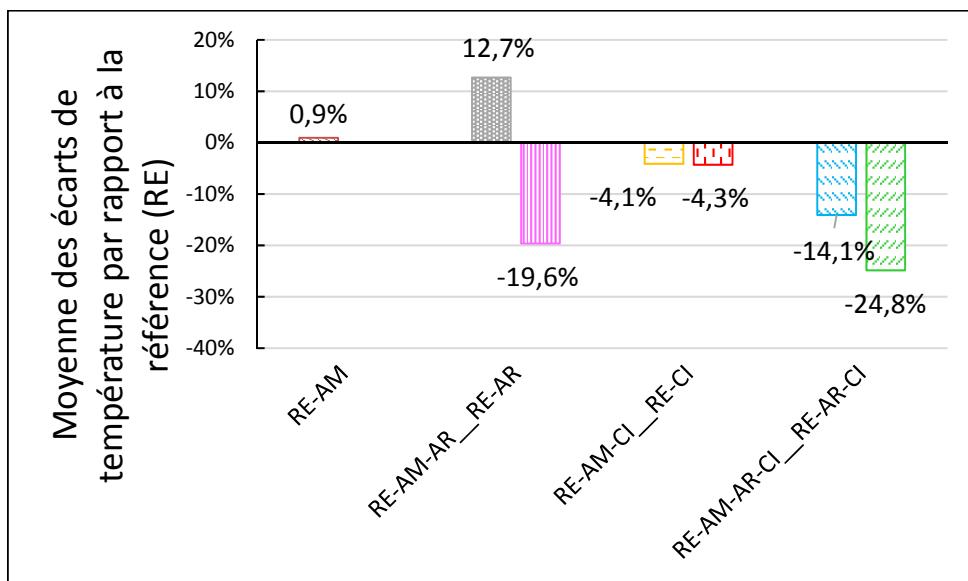


Figure 3.6 Moyenne des écarts de température par rapport à la référence (RE) sur 100 mm

Le stratifié RE-AM, bien que la valeur obtenue soit positive, a une valeur faible qui signifie que la courbe intercède et est proche de celle de référence (RE). En outre, l'effet de l'AM est bien observé avec une analyse des températures maximales atteintes durant le détourage (figure 3.7). En effet, on observe une augmentation de température de 3,4 % pour RE-AM et de 15,5 % pour RE-AM-AR. Cependant, une réduction de température a été observée pour les stratifiés RE-AR, RE-AM-CI, RE-CI, RE-AM-AR-CI et RE-AR-CI respectivement de 16,2 %; 4,7 %; 14,2 % et de 19,6 %. Les températures les plus faibles sont celles de RE-AR et RE-AR-CI sur la base des températures maximales atteintes.

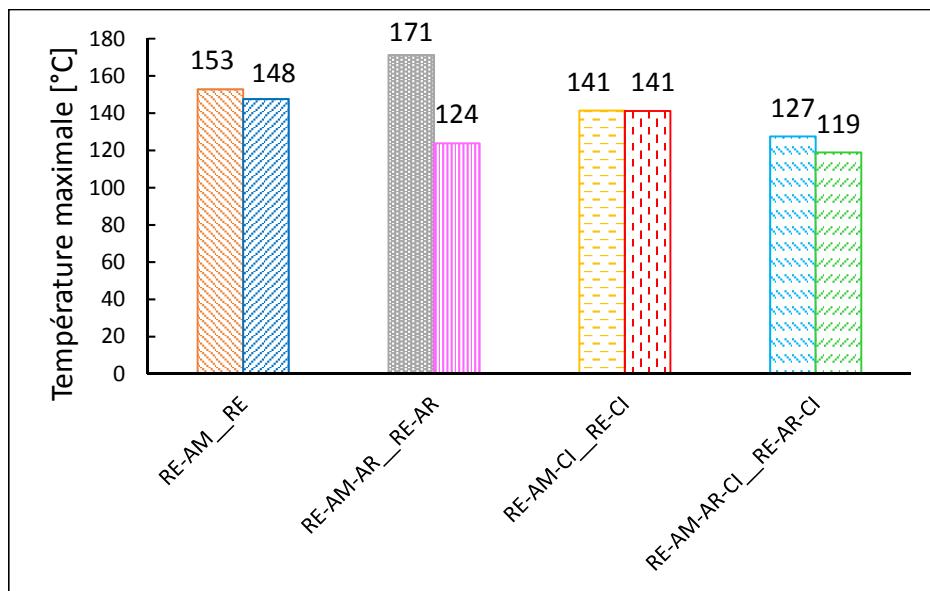


Figure 3.7 Température maximum de coupe sur 100 mm

3.2 État de surface

L'état de surface à la figure 3.8 est le résultat obtenu durant la coupe en opposition de phase. Le mode de coupe ainsi choisi est celui qui laisse de bons résultats lors de l'usinage des matériaux composites (opposition de coupe). L'aspect de surface est beaucoup plus blanc sur l'image RE et moins sur les autres images associées aux stratifiés contenant des additifs. Par conséquent, l'état de surface de coupe (RE) semble moins bon. Par ailleurs, les fibres non coupées ne sont pas observées à la surface de coupe sur chacun des stratifiés. Les résultats de la rugosité (Ra) à la figure 3.9 donnent une idée sur l'état de surface. Ainsi, on note une réduction de rugosité en modifiant la résine avec les additifs.

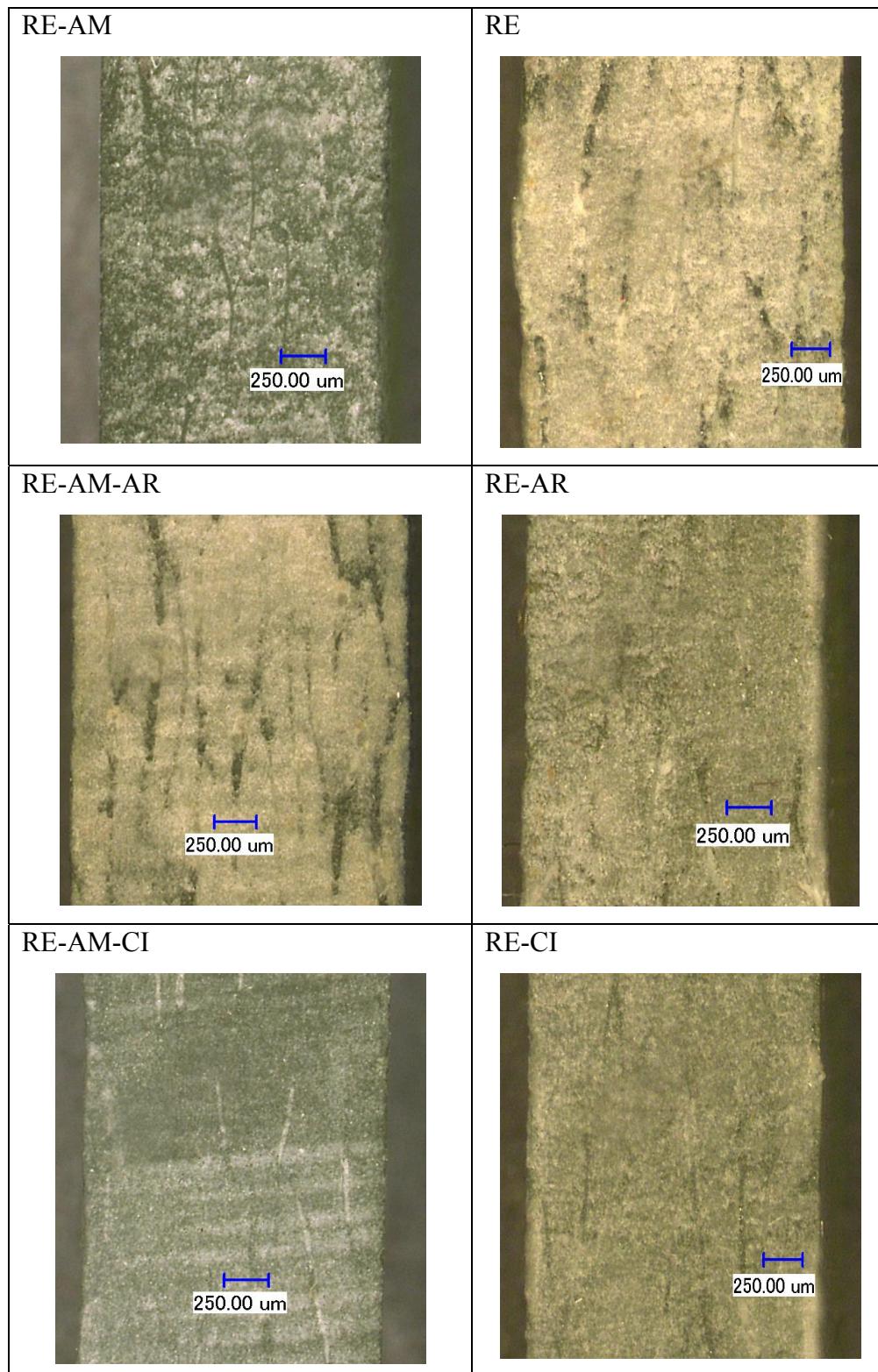


Figure 3.8 États de surface des différents stratifiés sur microscope
(250 $\mu\text{m}/\text{div}$)

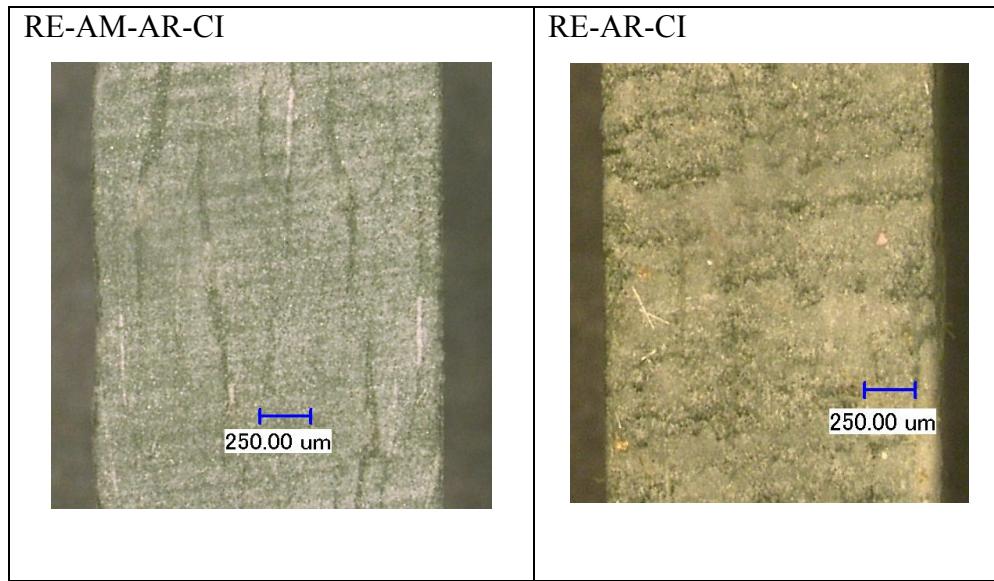


Figure 3.8 États de surface des différents stratifiés sur microscope (250 $\mu\text{m}/\text{div}$) (suite)

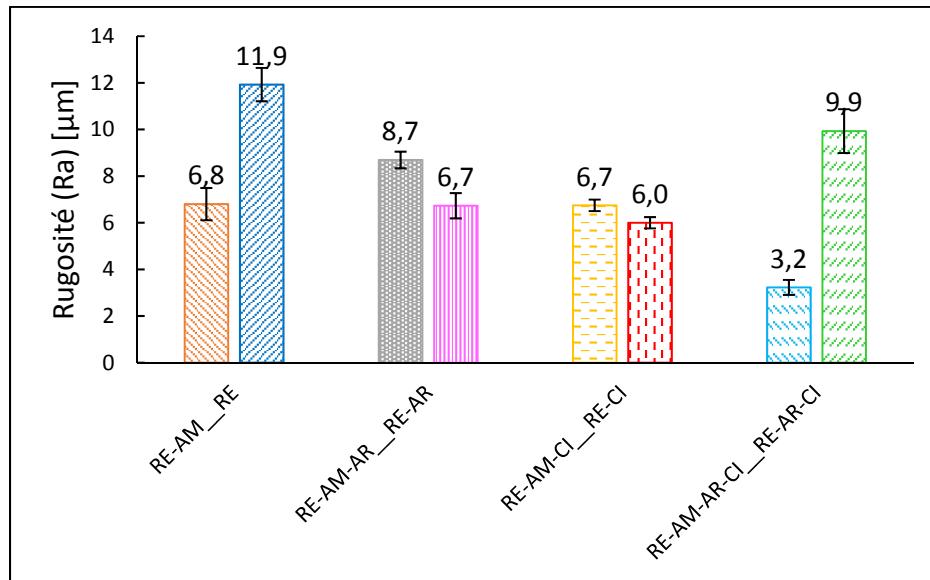


Figure 3.9 Rugosité des stratifiés avec et sans AM

L'ajout des additifs se traduit par une réduction de rugosité en ordre croissant de 16,8 % pour RE-AR-CI, de 26,9 % pour RE-AM-AR, de 42,9 % pour RE-AM, de 43,7 % pour RE-AR et RE-AM-CI, de 49,6 % pour RE-CI et de 73,1 % pour RE-AM-AR-CI. En effet, une

combinaison d'agent mouillant, d'argile et de cire conduit plutôt à une bonne réduction de rugosité.

3.3 Influence des additifs sur les efforts de coupe

Les forces générées lors de l'usinage équivalent aux efforts fournis par l'outil de coupe en contact avec le stratifié. L'objectif est d'évaluer la variation des différentes forces par rapport à celles générées par le stratifié sans additifs. Les fibres étant beaucoup plus abrasives que la matrice à base de résine, il est évident que la force au moment du contact entre la lame de l'outil de coupe et la fibre augmente. Ainsi, les forces ont été évaluées en sélectionnant des valeurs maximales à mi-parcours. La zone d'évaluation des forces est entre 140 mm et 160 mm. La figure 3.10 représente la force d'avance des différents stratifiés.

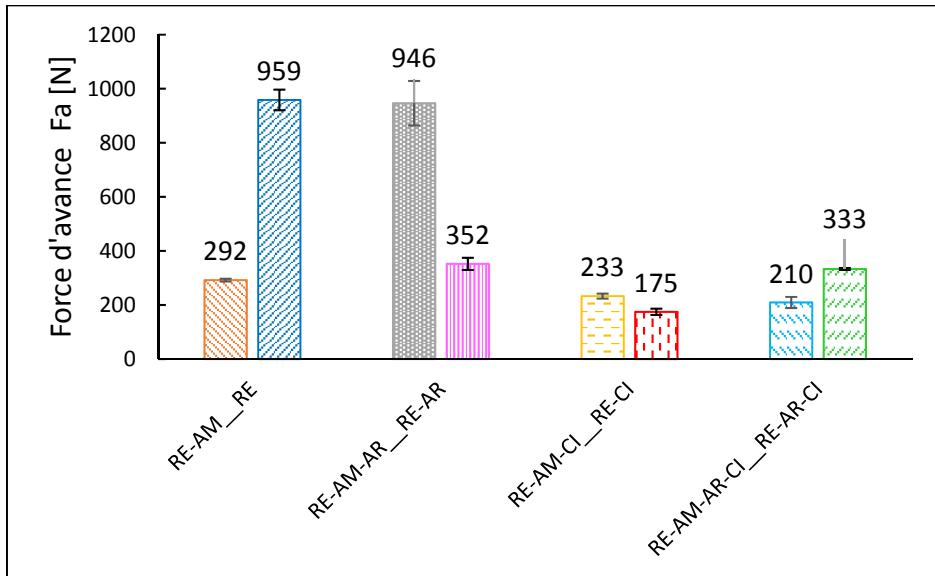


Figure 3.10 Forces d'avance en fonction des différents types de stratifiés

Les valeurs obtenues montrent une réduction générale de la force d'avance avec l'introduction des additifs dans les stratifiés. Ainsi, on note une réduction majeure de 81,8 % avec le stratifié associé à RE-CL. Les autres réductions de force d'avance classées dans l'ordre croissant sont de 78,1 % pour RE-AM-AR-CL, de 75,7 % pour RE-AM-CL, de 69,6 %

pour RE-AM, de 65,3 % pour RE-AR-CI, de 63,3 % pour RE-AR. En tenant compte de l'écart type élevé et associé à la force du stratifié RE-AM-AR, on ne constate aucune réduction de force d'avance devant celle associée à RE.

La force maximale moyenne associée à la force normale est représentée à la figure 3.11. On peut également constater que les forces normales varient en fonction des différents stratifiés. Ainsi, la réduction majeure observée est de 73,1 % pour RE-CI suivie respectivement en ordre croissant de 69,4 % pour RE-AR, de 67,7 % pour RE-AM-AR-CI, de 66,1 % pour RE-AR-CI, de 35,5 % pour RE-AM. Contrairement à l'écart type associé à la force d'avance de RE-AM-AR, pour la force normale, l'écart type est petit. Sur la base de la valeur moyenne, la réduction de la force normale est de 3,7 %.

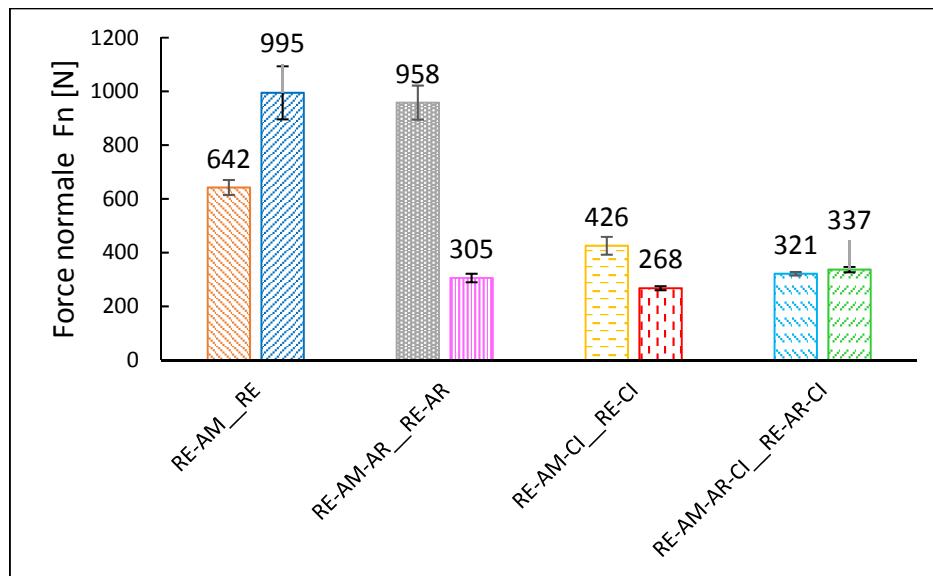


Figure 3.11 Forces normales en fonction des différents types de stratifiés

En ce qui concerne la force passive qui est la résultante des forces autour de l'axe Z, il a été également observé une variation de la force passive en fonction des stratifiés (figure 3.12). La force passive associée au stratifié RE est celle la plus élevée. Par conséquent, les stratifiés avec des additifs impliquent une réduction en ordre croissant de 84,3 % pour RE-Cl, de

77,5 % pour RE-AM-CI, de 75,6 % pour RE-AR-CI, de 75,4 % pour RE-AR, de 75,1 % pour RE-AM-AR-CI, de 67,3 % pour RE-AM et de 22,9 % pour RE-AM-AR.

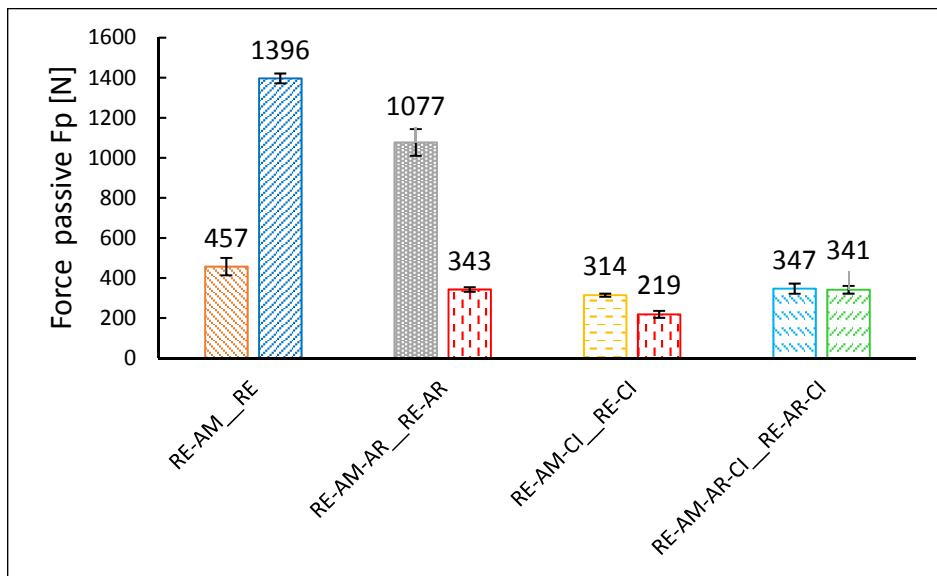


Figure 3.12 Forces passives en fonction des différents types de stratifiés

3.4 Influence des additifs sur les propriétés mécaniques

L'identification de l'amélioration ou de la dégradation des propriétés mécaniques s'effectue par l'évaluation à la rupture de la contrainte, de la déformation et du module sécant. Ainsi, après les tests de température, le processus de préparation des éprouvettes a été effectué pour les essais en traction axiale. Les essais étant destructifs, il est utile de rappeler que le but n'est pas de caractériser les différents matériaux mais d'évaluer l'influence que peuvent avoir les additifs sur les propriétés mécaniques.

3.4.1 Influence sur les essais mécaniques en traction axiale

Le comportement des différents matériaux composites sous une sollicitation mécanique en traction a permis de comprendre les effets des additifs. Ces effets ont été positifs ou négatifs si on prend comme point de comparaison le composite sans modification de résine. Le

comportement en traction des différentes éprouvettes est présenté à la figure 3.13 (avec AM) et à la figure 3.14 (sans AM).

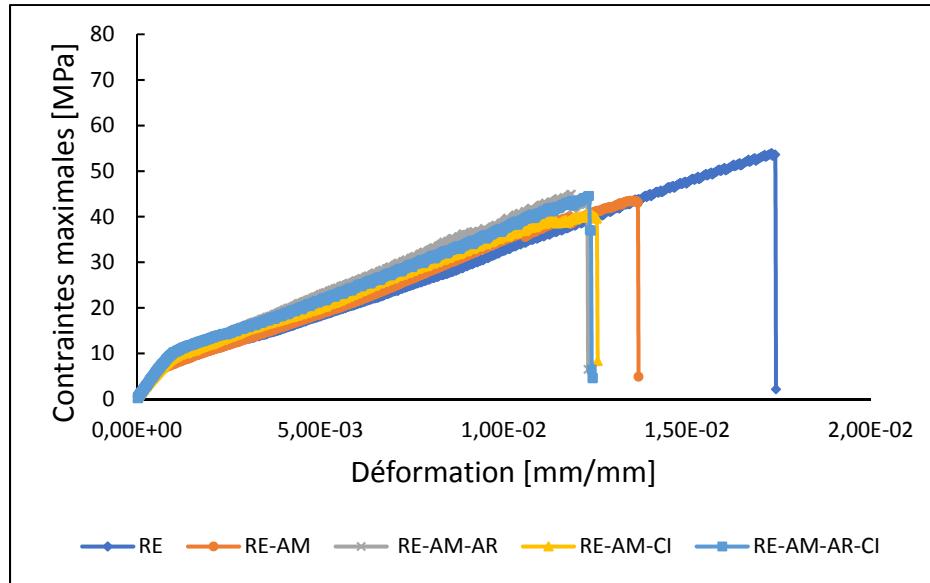


Figure 3.13 Courbes de Contrainte-Déformation avec AM

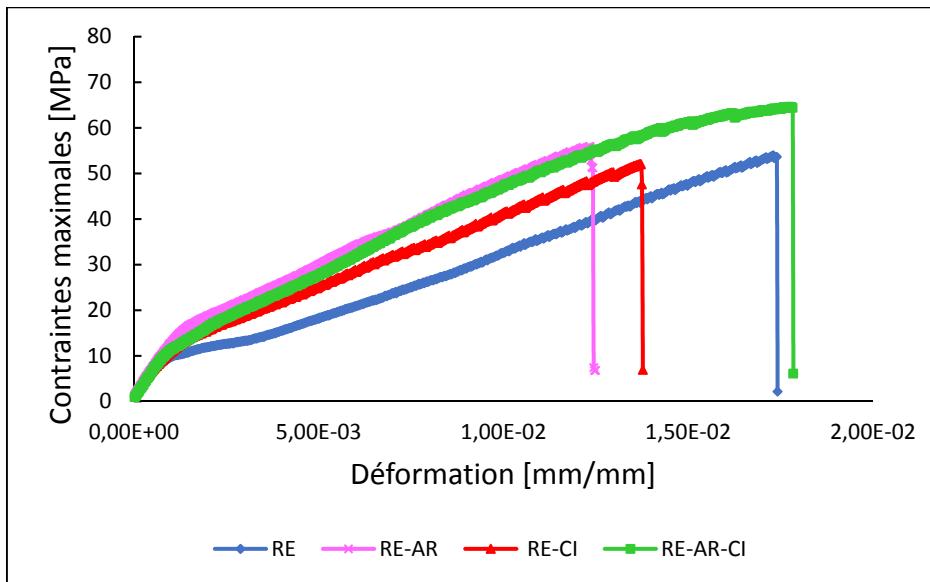


Figure 3.14 Courbes de Contrainte-Déformation sans AM

Une étude comparative des propriétés en traction axiale basée sur 6 éprouvettes pour chaque stratifié, a permis d'évaluer la contrainte à la rupture de chaque stratifié (figure 3.15). Il est à rappeler que le nombre d'éprouvette recommandé par la norme ASTM D 3039/D 3039M est de 5 minimum. Ainsi, il est constaté que les stratifiés ayant l'AM contribue à la réduction des contraintes. La réduction est de 15,4 % pour RE-AM, RE-AM-AR et RE-AM-AR-CI, de 21,2 % pour RE-AM-CI. Par ailleurs, les stratifiés sans AM donne des résultats meilleurs que ceux avec AM. Il a été constaté tout de même une réduction de contrainte de 1,9 % pour RE-CI. L'amélioration de contrainte a été observée pour les stratifiés RE-AR et RE-AR-CI, respectivement de 1,9 % et de 25 %.

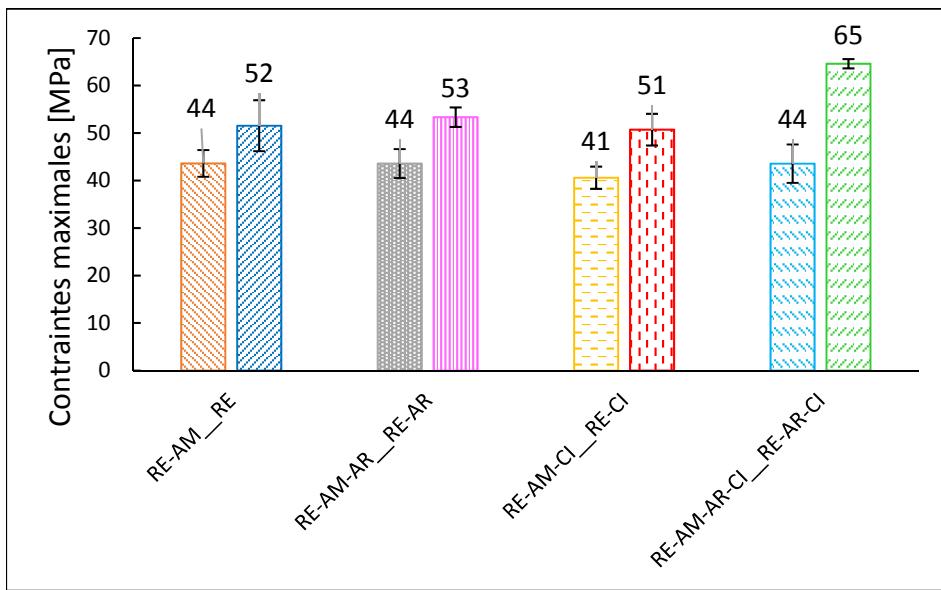


Figure 3.15 Contraintes maximales à la rupture

En ce qui concerne la déformation à la rupture, il est constaté une réduction générale de déformation maximale par rapport à celle de référence (RE) (figure 3.16). En effet, la réduction de déformation est de 25 % pour RE-AM-AR et RE-AM-AR-CI, de 18,8 % pour RE-AM-CI et RE-AR, de 12,5 % pour RE-AM et RE-CI. Le stratifié RE-AR-CI s'avère être le seul à avoir une déformation à la rupture supérieure à celle de référence avec une augmentation de 12,5 %.

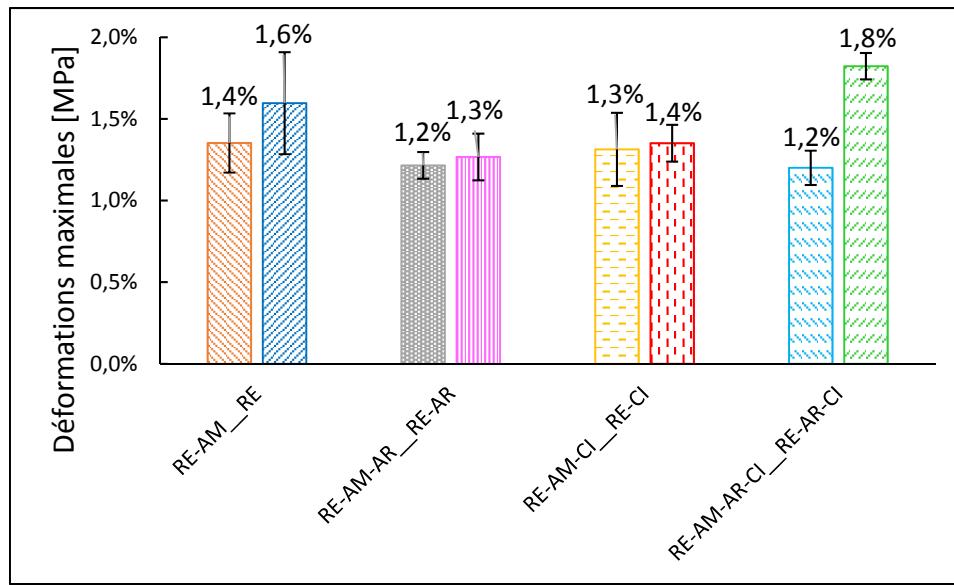


Figure 3.16 Déformation maximale à la rupture

Les résultats de l'évaluation de manière estimative du module sécant sont présentés à la figure 3.17. Ainsi, il a été constaté que sur 7 stratifiés ayant des additifs, 2 (RE-AM, RE-AM-Cl) ont un module sécant inférieur à RE. La réduction du module est de 1,3 % pour RE-AM et de 4,1 % pour RE-AM-Cl. Les 5 autres stratifiés ont un module sécant supérieur à RE. L'augmentation du module en ordre croissant est de 7,6 % pour RE-AR-Cl, de 9,3 % pour RE-AM-AR, de 10,5 % pour RE-AM-AR-Cl, de 14 % pour RE-Cl et de 28,8 % pour RE-AR.

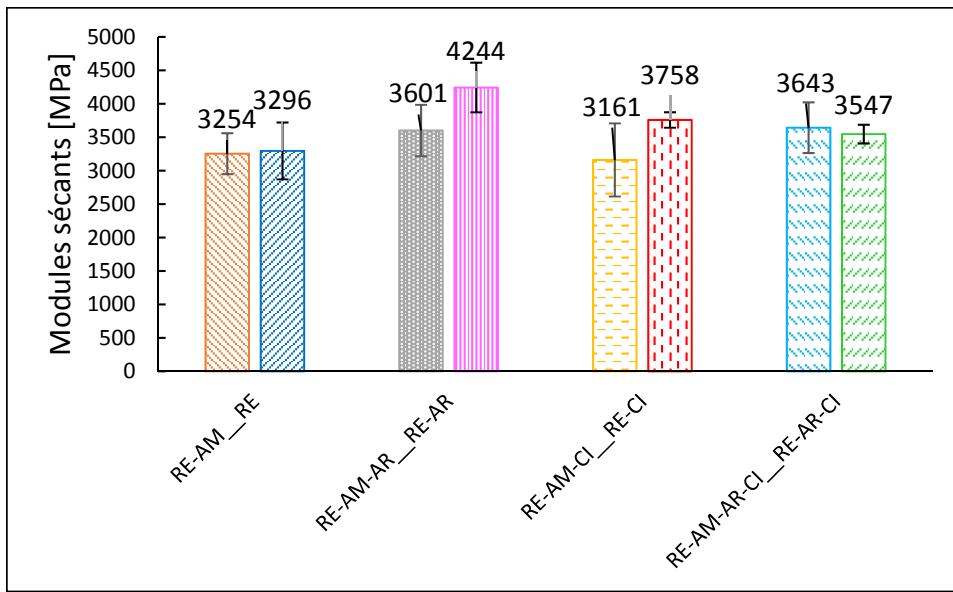


Figure 3.17 Module sécant des stratifiés en traction axiale

Les figures 3.18 et 3.19 montrent les modes de rupture obtenus après les essais de traction respectivement avec AM et sans AM. Ainsi, on observe différents modes de rupture des éprouvettes dans les deux cas. Le mode de rupture juge simplement la qualité de préparation ainsi que la qualité de l'interface fibres-matrice des éprouvettes. Les codes de rupture normés sont de type AAB avec une proportion de 1/6 et AGM (majoritaire et relevant une bonne rupture) avec une proportion 5/6.

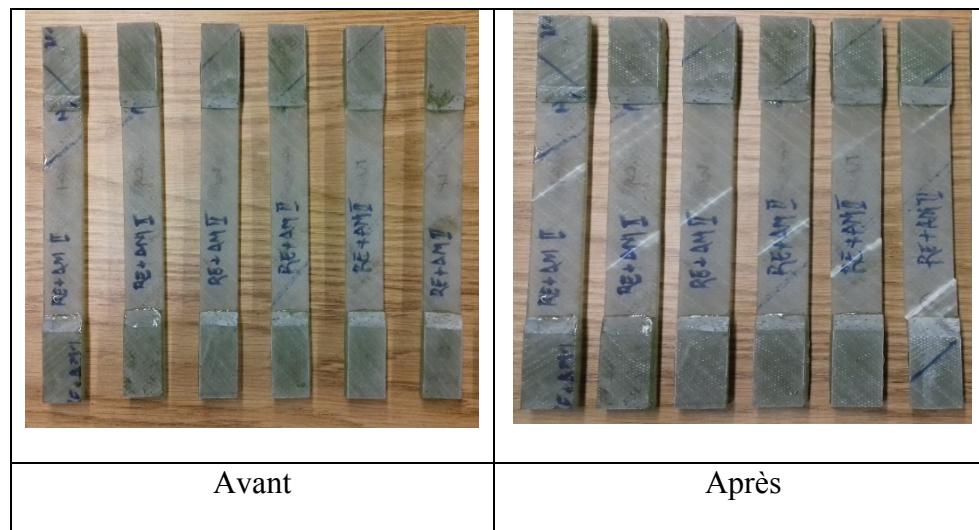


Figure 3.18 Image avant et après la rupture des éprouvettes avec AM

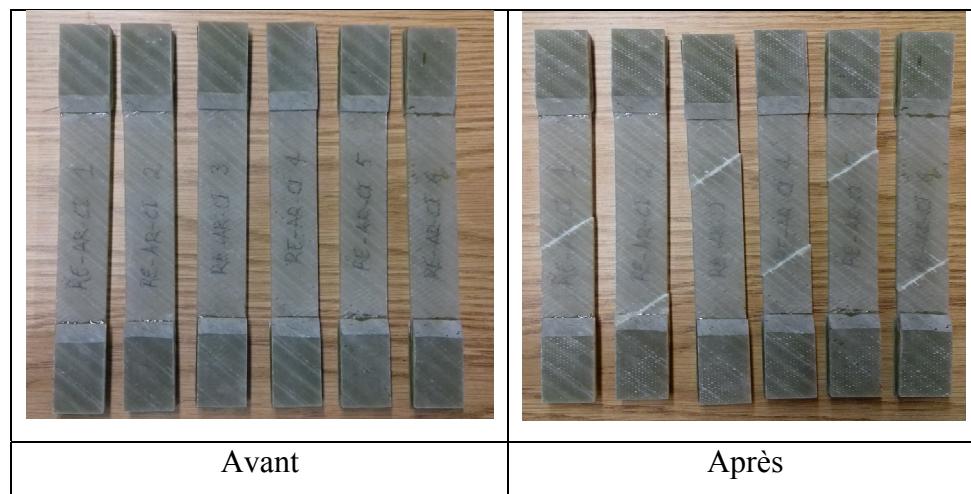


Figure 3.19 Image avant et après la rupture des éprouvettes sans AM

3.4.2 Influence des additifs sur les essais en flexion 3-points

Les essais en flexion 3-points permettent de déterminer la contrainte maximale au point d’application de la force. En utilisant comme vitesse d’avance 1 mm/min recommandée par la norme ASTM D 7264/D 7264M-07, les résultats obtenus sont représentés dans la figure 3.20. L’analyse des résultats est basée sur un échantillon de 6 éprouvettes. Ainsi, il a été observé une diminution de contrainte avec l’ajout des additifs sans AM de 20 %; 19,2 %;

9,2 % respectivement pour RE-AR, RE-CI et RE-AR-CI. En ce qui concerne les résultats avec AM, ils ont été produits par mon prédécesseur dans la section 1.4.3 de la revue de littérature (figure 1.27). Par ailleurs, les résultats avec AM sont issus des éprouvettes usinées par la machine CNC tandis que ceux sans AM sont issus des éprouvettes coupées à la scie abrasive et poncées par la suite.

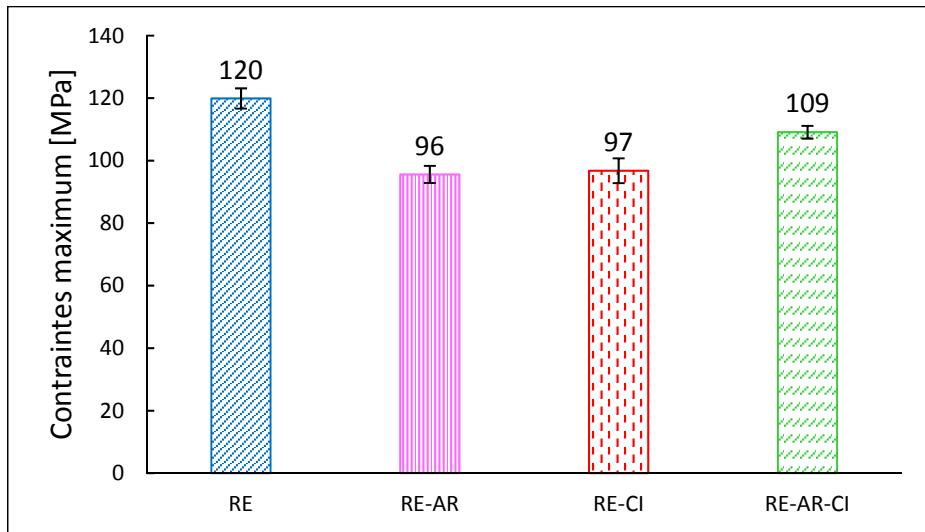


Figure 3.20 Contraintes maximales de rupture en flexion
3-points sans AM

Pour ce qui est des résultats de la déformation au point d'application de la force représentée dans la figure 3.21, on observe une réduction considérable de déformation de 31,3 % pour RE-AR et RE-AR-CI et de 37,5 % pour RE-CI. Également en ce qui concerne les résultats avec AM, ils se trouvent à la section 1.4.3 de la revue de littérature (figure 1.28).

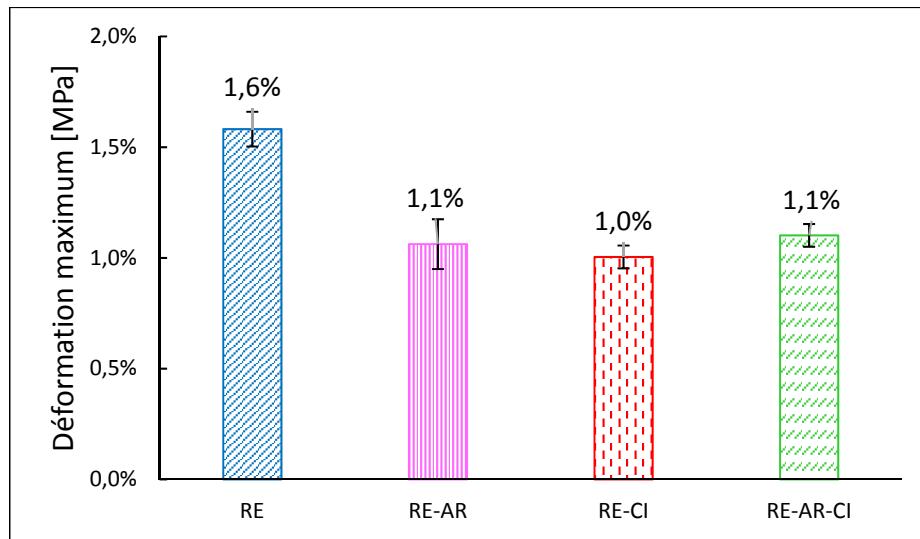


Figure 3.21 Taux de déformation maximale de rupture en flexion
3-points sans AM

Le module sécant montre par contre une augmentation comme on peut l'observer à la figure 3.22. La valeur de cette augmentation est de 19,3 % pour RE-AR, de 27 % pour RE-CI, de 30,1 % pour RE-AR-CI.

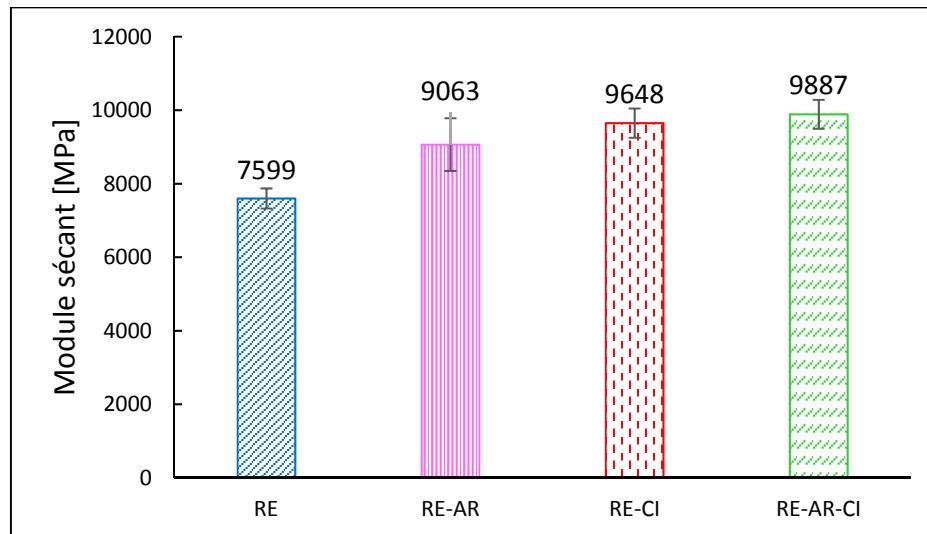


Figure 3.22 Modules sécants de rupture en flexion
3 points sans AM

3.4.3 Influence des additifs sur les essais en cisaillement (short beam)

Les essais en cisaillement sont prévus pour des stratifiés équilibrées et élastiques par rapport à l'axe longitudinal de l'éprouvette selon la norme. Il est donc évident que les essais en cisaillement ne soient pas applicables pour nos éprouvettes car contenant une seule orientation des fibres (-45°). L'objectif de cette partie n'est pas de caractériser les propriétés mécaniques mais plutôt d'évaluer l'influence des additifs sur les essais en cisaillement. Ainsi, les contraintes obtenues comme résultats durant ces essais montrent une réduction de contrainte en modifiant la résine avec des additifs (figure 3.23). Cette réduction s'évalue d'un taux respectif de 17,5 % pour RE-AR, de 13,1 % pour RE-CI et de 8,1 % pour RE-AR-CI.

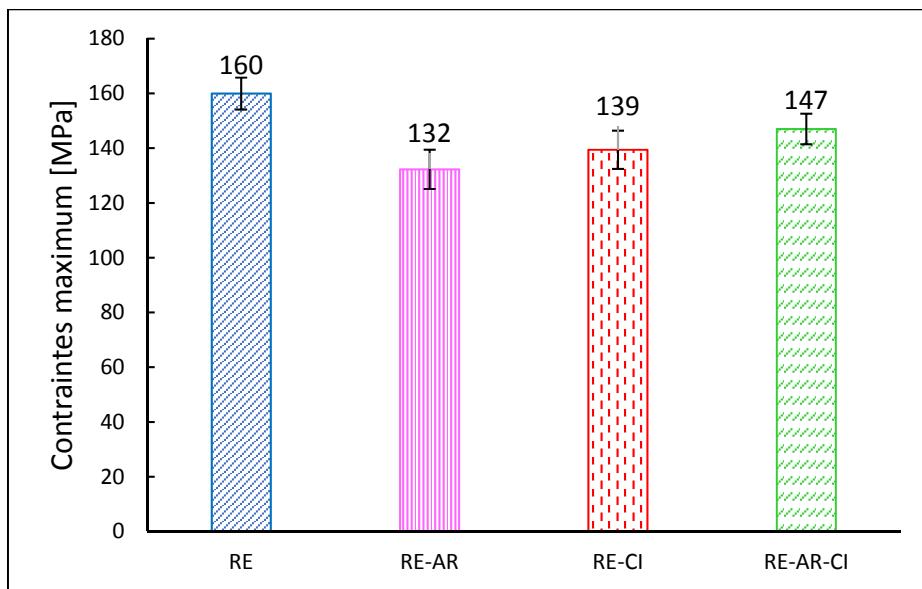


Figure 3.23 Contraintes maximales en cisaillement sans AM

3.5 Influence des additifs sur l'énergie de surface

Les résultats relatifs à l'énergie de surface sont répartis en deux. La première partie est l'évaluation de l'énergie de surface de coupe (avec AM et sans AM) suivie par l'évaluation supplémentaire de l'énergie de surface des différents côtés (surface 1 et surface 2) du stratifié faite en deuxième partie (annexe II). La vérification de la distribution normale sur des valeurs

d'angle a été faite. Pour ce faire, l'évaluation des coefficients respectifs d'asymétrie et d'aplatissement ont donné des valeurs comprises dans l'intervalle [-2 ; 2]. Ces coefficients ont été évalués avec un niveau de confiance de 95 %. L'énergie de surface est aussi un indicateur pour les propriétés d'adhésion d'une surface avec d'autres matières. Ceci dans un procédé de collage de 2 pièces avec un adhésif choisi de manière appropriée. Elle peut également expliquer certains phénomènes observés sur différents essais. En fonction de différents types de surface, l'angle mesuré détermine la zone de mouillabilité comme indiqué à la figure 1.36.

3.5.1 L'énergie de surface de coupe

L'énergie de surface de coupe a été évaluée avec uniquement 2 liquides, à savoir : l'eau et le diodométhane. La figure 3.24 présente un condensé des mesures d'angle de contact avec AM sans facteur de correction lié à la rugosité. Pour plus de détail sur la variation des mesures d'angle de contact, les figures-A I-1 jusqu'à I-4 présentent les 5 mesures effectuées pour chaque type de stratifié. Les mesures d'angle de contact ont été corrigées selon le modèle de Wenzel (figure 2.27 a)). Ainsi, les résultats à la figure 3.25 présentent les mesures obtenues avec l'application du facteur de rugosité.

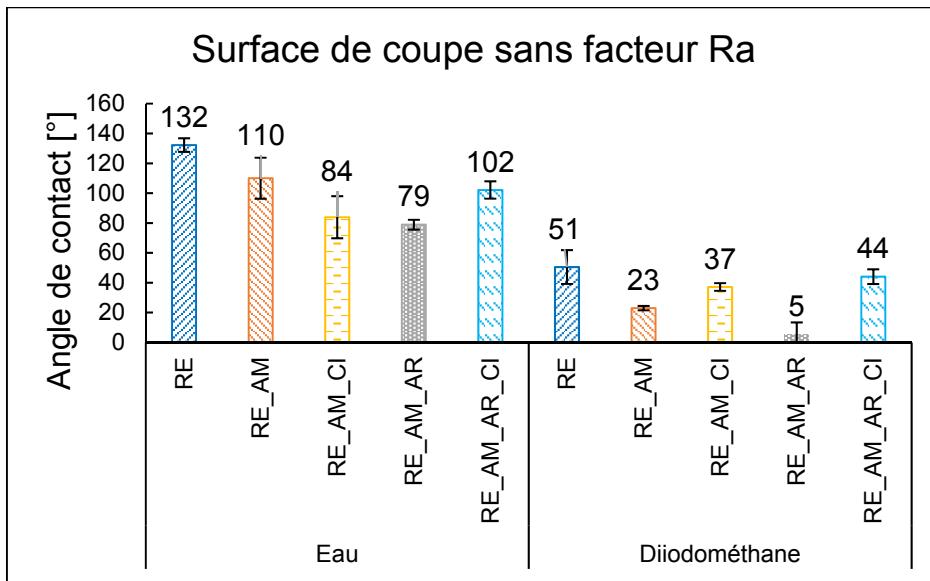


Figure 3.24 Variation d'angle de contact sur la surface de coupe avec AM sans facteur de rugosité

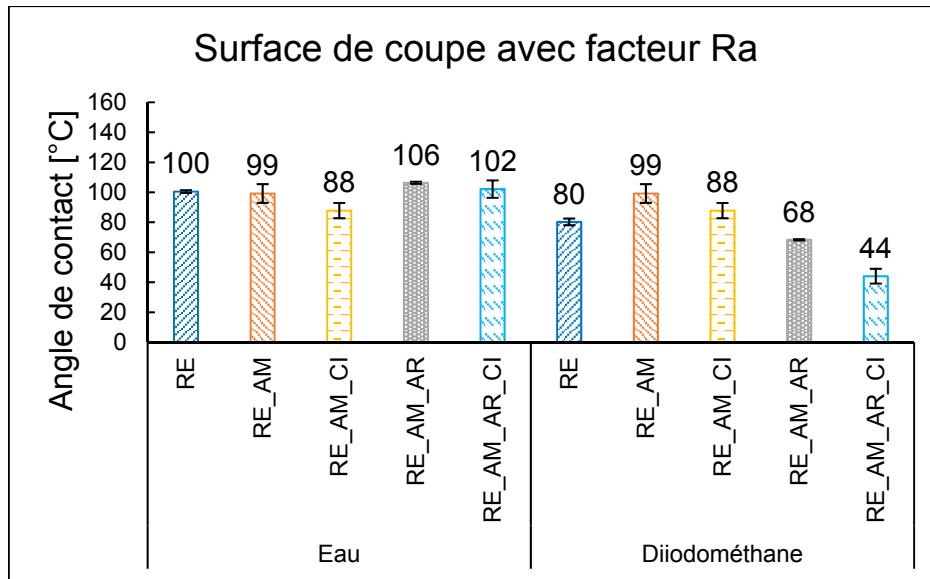


Figure 3.25 Variation d'angle de contact sur la surface de coupe avec AM avec facteur de rugosité

À titre de rappel, le facteur de rugosité est le rapport entre la rugosité d'une surface et celle de référence. La rugosité prise comme référence est celle la plus faible et associée à

RE-AM-AR-CI. Si on se limite aux mesures d'angle de contact sans facteur de rugosité, la valeur de l'énergie de surface doit être proche à l'énergie de surface du diiodométhane. En effet, les mesures d'angle de contact sont plus petites. Or, le facteur de rugosité a été pris en compte pour la correction de l'angle de contact avec l'équation (2.13).

En ce qui concerne les mesures prises avec les surfaces de coupe sans AM, les mesures d'angle de contact sans facteur de rugosité sont présentées à la figure 3.26. Les mesures en détail sont présentées en annexe de la figure-A I-5 à la figure-A I-8. Par ailleurs, on observe que les surfaces associées à RE, RE-AR et RE-CI restent hydrophobes à l'eau tandis que la surface associée à RE-AR-CI est hydrophile à l'eau. De plus, l'angle de contact avec du diiodométhane est autour de 65°. L'application du facteur de rugosité des différentes surfaces de coupe permet d'avoir les mesures obtenues à la figure 3.27.

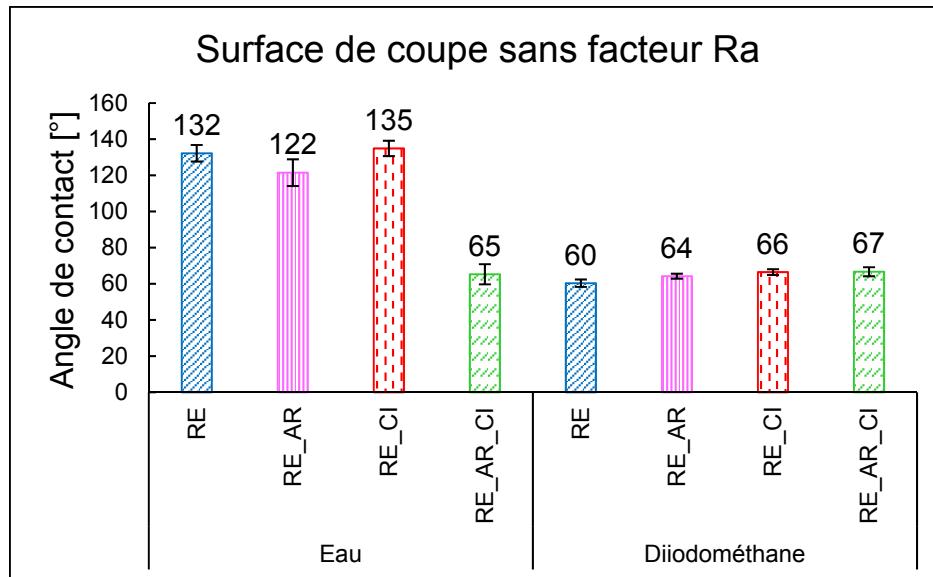


Figure 3.26 Variation d'angle de contact sur la surface de coupe sans AM sans facteur de rugosité

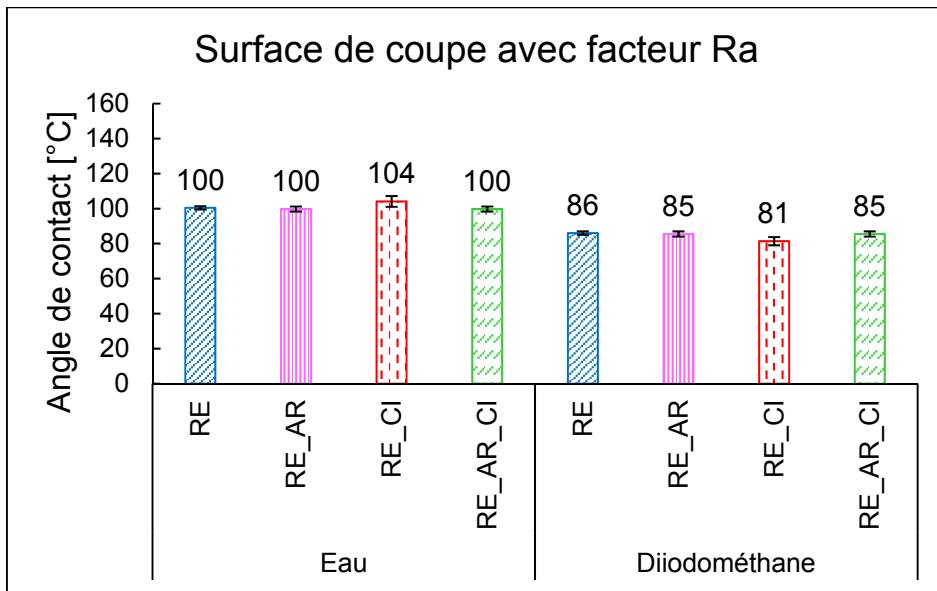


Figure 3.27 Variation d'angle de contact sur la surface de coupe sans AM avec facteur de rugosité

Dans l'ensemble des résultats obtenus pour les cas avec AM et sans AM, il a été noté que pour le même type de liquide, l'angle de contact varie d'une surface à l'autre sans le facteur de correction. L'introduction du facteur de correction a conduit à rapprocher les angles autour de 90°. Les différentes mesures d'angle de contact tenant compte du facteur de rugosité ont permis de déterminer l'énergie de surface de coupe avec la méthode de Owens/Wendt. Des calculs ont été effectués des calculs avec les méthodes de Van Oss, Wu et de Fowkes (à 3 liquides) mais les résultats obtenus étaient irréels (complexes) dus aux conditions imposées sur les inconnues.

3.5.1.1 Résultats de la méthode de Owens/Wendt

Le modèle Owens/Wendt suit une approche de moyenne géométrique s'inspirant du modèle de Fowkes, et consiste à déterminer la pente d'une droite et son ordonnée à l'origine. Les valeurs de la pente de la droite et de l'ordonnée à l'origine ont permis d'évaluer indirectement les inconnus γ_S^p (énergie polaire de la surface solide) et γ_S^d (énergie dispersive de la surface solide). Les conditions à respecter pour la détermination desdits inconnus sont

telles que la pente et l'ordonnée à l'origine soient toutes positives. Ainsi, les résultats obtenus avec la combinaison eau-diiodométhane sont regroupés dans le tableau 3.1. Le tableau contient les valeurs de l'énergie de surface de coupe avec AM et sans.

Tableau 3.1 Énergie de surface des différentes surfaces de coupe

Surface de coupe	Owens/Wendt		
	γ_s^p [mJ/m ²]	γ_s^d [mJ/m ²]	γ_s [mJ/m ²]
RE-AM	1,3 ± 1,5	26,5 ± 3,0	27,8 ± 1,5
RE	2,8 ± 0,5	14,7 ± 1,5	17,4 ± 1,1
RE-AM-AR	0,1 ± 0,1	26,1 ± 0,4	26,2 ± 0,4
RE-AR	1,7 ± 0,9	15,5 ± 1,9	17,1 ± 1,4
RE-AM-CI	7,1 ± 4,5	17,9 ± 3,3	25,0 ± 1,9
RE-CI	0,2 ± 0,1	17,8 ± 0,4	18,0 ± 0,5
RE-AM-AR-CI	0,5 ± 0,4	45,2 ± 4,3	45,2 ± 4,3
RE-AR-CI	4,2 ± 0,7	11,1 ± 0,9	15,3 ± 0,7

L'énergie de surface associée à RE-AM-AR-CI est la plus élevée (45 mJ/m²) tandis que celle associée à RE-AR-CI résulte la plus faible (15 mJ/m²). En outre, on note que l'énergie de surface pour les différents stratifiés contenant l'AM a une valeur supérieure à 20 mJ/m². Par conséquent, l'AM est l'additif qui influence plus l'énergie de surface. L'augmentation de l'énergie de surface conduirait à une mouillabilité ou adhésion facile des substances externes ayant une tension de surface inférieure ou égale à celle de la surface usinée. Ceci augmenterait le risque d'infiltration dans le composite et par conséquent, affecterait les propriétés mécaniques à la baisse. On note également une variation des valeurs des différentes composantes polaires et dispersives de l'énergie de surface. Ces différentes valeurs traduisent l'effet de l'état de surface de coupe constituée de différents additifs.

3.6 Interprétations et discussions des résultats

3.6.1 Essais d'usinage

Dans un but d'observer la réduction de la température de coupe sous l'influence des additifs, il a été introduit différents additifs dans la conception de différents stratifiés à fibre de verre. Lors de l'opération de coupe, il a été observé effectivement une variation de température de coupe dans les mêmes conditions autant sur distance de 300 mm que sur une distance de 100 mm.

À la suite des résultats obtenus pour une coupe sur 300 mm, la courbe ayant comme seul additif l'agent mouillant (AM) est proche de celle de référence (RE). Cette observation a été prévisible puisque l'agent mouillant favoriserait l'homogénéisation du mélange avec d'autres additifs et contribuerait à une bonne adhésion entre la résine et les fibres de verres. Mais ceci est valide jusqu'à un certain point car après 240 mm de coupe l'écart entre les deux courbes s'agrandit. Il est à noter que les différentes valeurs permettant l'analyse ont été calculées sur 300 mm.

En ce qui concerne les essais de température sur une distance de 100 mm, la réduction de température est perceptible sans agent mouillant (figure 3.5). Comparativement aux courbes avec agent mouillant (figure 3.4), l'allure des courbes RE-AM-CI et RE-CI est presque similaire sur 100 mm. Étant donné que l'AM dans le stratifié RE-AM implique une réduction faible de température de 5 % sur une distance de 300 mm, il est fort probable que la propriété lubrifiante apportée par la cire dans RE-CI se conserve. Par ailleurs, l'effet de stabilisation de température après l'atteinte de la température de transition (115°C) de la cire ne s'est pas directement réalisé. Cet effet a été observé autour de 197°C avec une coupe sur 300 mm. L'explication à apporter est la combinaison des molécules de la cire avec celles de la résine d'où l'effet tardif de la cire initialement prévu.

Les particules d'argile (AR) qui ont pour rôle principal d'améliorer les propriétés mécaniques, ont pour effet d'augmenter la température de coupe. Une telle augmentation de

température conduirait à réduire la résistance du stratifié (Mullier, 2015). Cependant, la combinaison d'argile à la cire dans les mêmes proportions a des effets bénéfiques sur la température de coupe avec l'AM.

De plus, un effet totalement différent s'est produit avec l'argile dans le stratifié RE-AR sur 100 mm. Sans agent mouillant, l'argile semble mieux mouiller et adhérer à la résine et par ricochet la résine aux fibres. Cette bonne mouillabilité aux fibres entraînerait une réduction de l'abrasivité des fibres afin d'avoir un effet bénéfique sur la température de coupe et par conséquent sur la rugosité. Par conséquent, l'argile ne devrait pas avoir les propriétés dégradantes en contrainte.

Par ailleurs, l'absence de l'agent mouillant dans le stratifié RE-AR-CI n'a pas d'effet néfaste car on note plutôt une amélioration de température de coupe. Sur une distance de 100 mm, il reste le stratifié qui garantit une réduction maximale de température (25 %) bien qu'ayant une réduction de rugosité de 16,8 %. La faible réduction de rugosité par rapport aux autres stratifiés avec des additifs, pourrait laisser penser à une bonne dissipation de chaleur pendant l'usinage. Cependant, une étude de micrographie manque pour évaluer correctement l'état de surface. L'hypothèse d'un effet bénéfique sur la température en combinant l'argile et la cire se conforte. Ainsi, l'argile combiné à la cire semblerait mouiller et adhérer mieux que les autres combinaisons d'additifs. Cette combinaison étant innovante, il est recommandé de faire plusieurs autres essais afin de valider et de poursuivre l'étude.

En ce qui concerne les efforts de coupe, les différents additifs ont favorisé la réduction des différentes forces de coupe. La force d'avance est celle à minimiser car la littérature a montré qu'une vitesse d'avance élevée favorise son augmentation et par conséquent un mauvais état de surface (Bérubé, 2012; Haiyan, Xuda, Hao, & Chengzu, 2012). Ainsi, il a été constaté une réduction maximale de 81,8 % de force d'avance avec le stratifié associé à RE-CI. Il est à rappeler que la cire a un rôle de lubrifiant dans le but de réduire la température de coupe. Or, il a été observé que la combinaison argile-cire favorise une meilleure réduction de température. Mais, les valeurs obtenues de forces d'avance sont un peu plus élevées pour les

stratifiés associés respectivement à RE-AM-AR-CI (210 N) et RE-AR-CI (333 N) devant celle de RE-CI (175 N). Le stratifié associé à RE-AM-AR résulte être celui qui génère de plus grandes forces (946 N).

La réduction de la force d'avance combinée avec une réduction de rugosité permet de réduire les pertes d'énergies en garantissant un bon état de surface. Ainsi, la plus faible rugosité obtenue est celle du stratifié associé à RE-AM-AR-CI (3,2 µm) par rapport à celle obtenue avec le stratifié associé à RE-AR-CI (9,9 µm). Par conséquent, on est amené à conclure que l'agent mouillant combiné aux autres additifs joue effectivement un rôle important qui favorise la réduction de la rugosité.

La tendance des valeurs de force d'avance (F_a) semble identique avec celle obtenue pour la rugosité. L'exception est faite pour le stratifié associé à RE-AR-CI qui a une rugosité beaucoup plus élevée par rapport à celle associée à RE-AM-AR-CI. L'ordre des valeurs de forces (F_a , F_n , F_p) est élevé par rapport aux valeurs obtenues par Bérubé (2012) avec les fibres de carbone. Par ailleurs, les fibres de verre sont plus abrasives par rapport à celles de carbone et encore plus avec les fibres naturelles de lin. Il est ainsi évident que les forces obtenues avec les fibres de verre soient supérieure aux fibres de lin ou de carbone (Karabibene, 2017). Aussi, la forme des dents de l'outil et le type de l'outil (CVD) utilisés dans cette étude génère plus d'effort de coupe par rapport à un PCD ou un autre type d'outil approprié (Bérubé, 2012; Girot et al., 2009).

3.6.2 Essais mécaniques

En ce qui concerne les essais de traction faits à température ambiante, les stratifiés contenant l'agent mouillant ne semblent pas résister longtemps avec les fibres orientées à -45° par rapport à la direction de la force de traction. D'où la contrainte de rupture qui est vite atteinte avec une vitesse standard de traction de 2 mm/min. De plus, on observe une réduction de contrainte sur les stratifiés contenant l'AM. L'agent mouillant ayant pour rôle de faciliter la mouillabilité entre la résine et les fibres, on constate plutôt les propriétés dégradantes

associées aux stratifiés contenant l'AM. Par ailleurs, on souhaiterait au moins avoir des contraintes avec l'argile supérieures à celles de référence sans additif comme ce fut dans le cas des travaux de Zhou et al. (2012) avec les fibres de carbone. Les résultats en contrainte avec l'AM concordent avec ceux de Gurusideswar et Velmurugan (2014) qui utilisent le même type d'argile (Garamite 1958) employé dans le cadre de notre recherche mais sans agent mouillant. Aussi sans agent mouillant, Zerda et Lesser (2001) ont obtenu une dégradation des contraintes avec la présence de l'argile. En présence d'un agent mouillant dans la résine, Isik et al. (2003) obtiennent également les mêmes tendances. Ainsi, on peut conclure à ce niveau que, l'amélioration des contraintes dépend du type d'argile (Tjong, 2006) outre à la quantité du dosage. Par ailleurs, l'agent mouillant employé dans le cadre de cette recherche, ne semble pas efficace pour améliorer l'interaction entre la matrice et les fibres de verre (Chen & Yang, 2002; Isik et al., 2003).

En ce qui concerne les tests de traction sans AM, il a été observé une amélioration de contrainte de 3.5% pour le stratifié RE-AR par rapport à celui de référence (RE). Cette amélioration corrobore celle trouvée par Zhou et al. (2012) et Withers et al. (2015) malgré qu'elle soit moindre. Ayant utilisé les mêmes types d'argile (Garamite 1958) que Gurusideswar et Velmurugan (2014), les résultats sont plutôt meilleurs. Pour ce qui est des particules de cire, le stratifié associé à RE-CI a des contraintes légèrement réduites pour ne pas dire similaires à celles de la référence tenant compte de l'écart type. En outre, combinant l'argile et la cire sans l'agent mouillant, la contrainte est nettement supérieure de 25,4 % par rapport au stratifié RE. Ceci conforterait d'avantage l'hypothèse selon laquelle la combinaison AR-CI favoriserait la mouillabilité entre la résine et les fibres avec une porosité réduite. Ainsi, après la réticulation interne du stratifié, ce dernier résiste plus longtemps en traction. Cependant, il est important de rappeler que la contrainte d'un stratifié sans fibres peut atteindre la valeur de 62 MPa dans le cas où une post-cuisson de 4h à 100 °C est effectuée. Par ailleurs, l'orientation des fibres à -45° durant le moulage est celle qui révèle plus de difficulté à l'avancement de la résine ce qui pourrait causer un possible problème d'interface fibres-matrice. Ainsi, cette difficulté a une influence sur les contraintes finales obtenues sur tous les différents stratifiés. La difficulté étant constante sur tous les stratifiés,

l'analyse s'est faite en comparant les résultats obtenus par rapport à ceux obtenus sans additifs.

Pour ce qui est de la déformation, il a été observé une diminution du taux de déformation aux stratifiés associés respectivement à RE-AM, RE-AM-CI, RE-CI, RE-AM-AR, RE-AR et RE-AM-AR-CI. Bien qu'ayant un dosage différent pour chacun des additifs associés aux stratifiés, la déformation est presque similaire mais reste réduite par rapport à celle de référence. L'exception revient au stratifié associé RE-AR-CI qui a une déformation augmentée de 12,5 % par rapport au stratifié de référence. Les résultats de déformation en général corroborent ceux obtenus par Gurusideswar et Velmurugan (2014). Les particules d'argile ont permis d'avoir une déformation similaire à celle de la référence dans les travaux de Lan et Pinnavaia (1994). Cependant, le stratifié associé à RE-AR-CI a la déformation la plus élevée. Ainsi, pour une amélioration de la déformation, la combinaison entre argile et cire révèle être la bonne solution.

Les modules sécants moyen indiquent une nette amélioration des stratifiés avec les additifs, à l'exception des stratifiés associés à RE-AM et RE-AM-CI. Étant donné que l'agent mouillant n'a pas la fonction principale d'améliorer les propriétés mécaniques contrairement aux particules d'argile par sa structure moléculaire, la réduction du module était prévisible. L'augmentation marquant du module sécant est celui associé à RE-AR qui est de 28,8 %. Cela se traduit à un matériau plus résistant et fragile puisqu'ayant une déformation réduite par rapport au stratifié RE. L'amélioration du module obtenu est liée à l'utilisation des additifs, en particulier les particules d'argile (Haque, Shamsuzzoha, Hussain, & Dean, 2003; Zerda & Lesser, 2001). La cire n'est pas en reste car son module est amélioré de 14 % avec une déformation presque similaire à celle du stratifié RE-AR. Par conséquent, la cire seule rend aussi le stratifié plus rigide et fragile. De même, une augmentation du module sécant est observée de 7,6 % pour RE-AR-CI en plus d'une déformation plus élevée. D'où sa performance à résister longtemps aux charges appliquées sur les éprouvettes ce qui se traduit par une contrainte élevée en traction axiale. L'augmentation de module avec une diminution de taux de déformation observée, nous mène à conclure que l'utilisation des additifs conduit

à un comportement fragile du stratifié (Gurusideswar & Velmurugan, 2014; Zhou et al., 2012).

L'augmentation du module avec une réduction des déformations des stratifiés avec des additifs, traduisant ainsi la rigidité desdits matériaux, s'observe aussi sur les résultats obtenus des tests de flexion 3-points. Ainsi, on peut constater la réduction des contraintes des stratifiés RE-AR et RE-CI respectivement de 20 % et de 19,2 %. Il a été noté également une réduction des contraintes de 9,2 % pour le stratifié RE-AR-CI. La contrainte du stratifié RE a été la plus élevée et a été le stratifié qui a résisté le plus de temps avec une déformation aussi élevée. En ce qui concerne la déformation en flexion 3-points, les stratifiés associés à RE-AR, RE-AR-CI ont eu une réduction de 31,3 % et celui associé à RE-CI a eu une réduction de 37,5 %. Ainsi, ces différents stratifiés n'ont pas résisté longtemps à la rupture en flexion 3-points. La tendance des résultats corrobore avec celle obtenue par J.-F. Chatelain et al. (2019) obtenus avec AM. Ces observations sont confortées avec les résultats obtenus par Lin et al. (2006). Par contre Chowdhury, Hosur, et Jeelani (2006) obtiennent des améliorations en contraintes et en module. Cependant, leurs résultats ont été obtenus avec la norme ASTM D790-02 destinée pour les matériaux composites à renforcement plastique ou thermoplastiques.

En réduisant les dimensions des éprouvettes afin d'effectuer les essais de cisaillement, la tendance des résultats est semblable aux contraintes obtenues avec les essais en flexion 3-points. En effet, l'observation faite d'une réduction de contraintes se traduit par une rupture précoce des éprouvettes par rapport à celle de la référence. Par conséquent, les stratifiés avec des fibres de verre unidirectionnelles orientées à -45°, ont des contraintes moins élevées avec l'ajout des additifs. Cependant, l'orientation de -45° dans ce travail de recherche est à titre expérimental. Une orientation multidirectionnelle comme demande la norme, réduirait peut-être l'écart entre les contraintes des stratifiés RE et ceux avec des additifs. Car ayant une orientation équilibrée et symétrique par rapport à l'axe longitudinal de l'éprouvette et utilisant de l'argile, les effets de couplage sont éliminés (Kong & Wang, 2009).

3.6.3 Énergie de surface

L'énergie de surface ou tension de surface déterminée par le dépôt d'un liquide et qui se solde par un angle de contact égale à 0° , signifie que la surface du solide a une énergie supérieure ou égale à l'énergie de surface du liquide (Zisman, 1964). Par conséquent, une surface rugueuse dont l'énergie est déterminée sans tenir compte de la rugosité et donc évaluée avec un angle de contact élevé, donnerait une valeur plus petite qu'il devrait. Il est donc nécessaire de tenir compte de la rugosité afin d'évaluer l'influence des additifs sur les différentes surfaces. Pour ce qui est de l'évaluation de l'énergie de surface, plusieurs méthodes adoptées ont permis de déterminer la valeur de la tension de surface pour chacun des stratifiés.

L'énergie de surface a été évaluée pour la surface de coupe uniquement par la méthode de Owens et Wendt (1969) avec de l'eau et le diiodométhane. Il a été constaté que l'énergie de surface augmente en présence de l'AM. De plus, la valeur augmente en fonction du facteur de rugosité. Ainsi, plus le facteur est petit, plus la valeur de l'énergie de surface augmente. La rugosité du stratifié associée à RE-AM-AR-CI étant la plus petite ($3,2 \mu\text{m}$), l'énergie de surface est la plus élevée. Cependant, une exception est faite pour la surface associée à RE-AM-CI qui a une énergie inférieure aux surfaces avec AM dont le facteur de rugosité est plus élevé. Par contre, en l'absence de l'AM, les stratifiés associés à RE-AR, RE-CI ont une énergie de surface similaire au stratifié pris comme référence (RE). En outre, l'énergie de surface la plus faible est celle du stratifié RE-AR-CI ($15,3 \text{ mJ/m}^2$). Ayant une valeur inférieure à l'énergie de surface associée à RE, il est possible de conclure que la surface de coupe du stratifié RE-AR-CI a un caractère hydrophobe par rapport aux autres stratifiés. Il est aussi noté que plus la surface usinée est hydrophobe, plus le risque d'infiltration dans le composite est minime. Le caractère hydrophobe d'un mélange de résine et des additifs perfluorés a été démontré en obtenant une énergie de $21,6 \text{ mJ/m}^2$ par rapport à celle de la résine non modifiée ($48,9 \text{ mJ/m}^2$) (Glaris, 2013). Par ailleurs, il est à noter que les résultats de Glaris (2013) sont obtenus sur des échantillons dont la réticulation s'est faite à une température de 180°C sans les fibres. Les stratifiés dans cette recherche ont été réticulés à

température ambiante et ceci expliquerait la différence de valeur obtenue avec le stratifié non modifié ($17,4 \text{ mJ/m}^2$). Bien qu'ayant des facteurs de rugosité différents, on s'attend à des énergies de surface différentes suivant l'ordre du facteur de rugosité. Par conséquent, non seulement l'énergie de surface est influencée par le facteur de rugosité, mais elle est aussi influencée par les additifs.

La nature de la surface de coupe des stratifiés avec AM, exceptée de la surface associée à RE-AM-AR-CI, a un comportement comparable à celui d'un latex en caoutchouc. En effet, les composantes polaires et dispersives obtenues avec la méthode de la moyenne géométrique (Owens/Wendt) sont dans le même ordre de grandeur (Ho & Khew, 2000). Une telle observation est une conséquence de la présence d'une texture rugueuse après la coupe et qui influence la valeur finale de l'énergie de surface (Bell et al., 2015; Hao et al., 2018). En outre, il a été constaté une diminution de l'énergie de surface avec l'ajout de l'argile. Étant donné que les particules d'argile sont constituées en grande partie de silice (Ertekin et al., 2009), elles contribuent à la réduction de la tension de surface observée aussi par Jin, Li, Geng, et Jing (2018).

En ce qui concerne la nature de la surface de coupe sans AM, elle semble être comparable à des surfaces amphiphiles fluorés de copolymères (Cwikel, Zhao, Liu, Su, & Marmur, 2010). En effet, les surfaces sans AM sont plus hydrophobes par rapport aux surfaces avec AM. En faisant une observation sur les valeurs obtenues avec RE-CI et RE-AR-CI, on constate pour le premier, une légère augmentation de l'énergie de surface en ajoutant seule la cire. Ensuite, en ajoutant la combinaison AR-CI, la valeur de l'énergie de surface diminue par rapport à celle de référence RE. Ainsi, il est possible de déduire la présence des espèces chimiques constitutantes à la fois un groupe hydrophobe et un groupe hydrophile.

Les résultats obtenus dans les différents essais ont permis d'évaluer l'influence de l'ajout des additifs dans les différents stratifiés. Il s'est avéré que l'amélioration ou la dégradation des propriétés est observée avec la combinaison spécifique des additifs. Cependant, une combinaison d'additifs n'a pas permis d'obtenir une amélioration sur tous les essais

effectués. Ainsi, le choix orienté vers une combinaison d'additif dépend des propriétés désirées de l'opérateur.

CONCLUSION

Au terme de ce travail de recherche, l'objectif était de faire usage d'additifs afin d'améliorer la température de coupe, l'état de surface, les efforts de coupe, les propriétés mécaniques et d'énergie de surface. Il est important de rappeler que le but n'était pas de déterminer la température exacte de coupe ou de caractériser les propriétés mécaniques d'un stratifié. La finalité ici était plutôt d'observer l'influence des additifs dans les différents essais effectués. Pour mener à bien ces différentes expériences, des stratifiés [−45]₁₆ ont été préalablement fabriqués avec des dosages d'additifs spécifiques. Les résultats obtenus ont permis d'observer comment influent les additifs dans les différents essais effectués.

En effet, la combinaison de l'argile et de la cire donne d'excellents résultats. En outre, en combinant l'argile, la cire et l'agent mouillant, il a été obtenu une réduction de température de coupe de 20,8 % sur une distance de 300 mm. Or, en y ajoutant l'agent mouillant, il a été constaté un effet négatif sur les contraintes en traction axiale avec une réduction générale de contraintes de 15,4 % par rapport aux stratifiés sans additifs. Par ailleurs, la combinaison AR-CI sans agent mouillant contribue à une réduction ultérieure de température de 24,8 % évaluée sur une distance de 100 mm. Ces effets bénéfiques s'observent aussi sur les contraintes en traction qui subissent une augmentation de 25 %. Par contre, en flexion 3-points, il a été observé une réduction de contrainte maximale de 9,2 % ainsi qu'en cisaillement de 8,1 %. Cependant, au vu des différents modules sécants et taux de déformations, l'ajout des additifs favorise une plus grande rigidité du stratifié. En outre, en ce qui concerne la rugosité de la surface usinée, on observe une amélioration de 21,6 %.

Bien qu'elles aient effectivement contribué à une réduction de température, avec ou sans l'agent mouillant, les particules de cire ont des effets plus ou moins négatifs selon les différents types d'essais mécaniques. En effet, les contraintes pour RE-CI ont une réduction de 19,2 % en flexion et une réduction de 13,1 % en cisaillement. Par contre, on observe une réduction remarquable de rugosité sur la surface de coupe de 49,6 % sans AM. Ce qui expliquerait la réduction de température de coupe (4,3 % sur une distance de 100 mm) en

plus d'avoir un bon état de surface de coupe par rapport à celui de la résine non modifiée. L'association des particules de cire à l'agent mouillant a un même comportement de température de coupe sur une distance de 100 mm. Par ailleurs, sur une distance plus longue (300 mm), le stratifié associé à RE-AM-CI a une réduction de 13,5 %.

L'argile comme la cire ne présente pas de bons résultats avec son association avec l'agent mouillant. En effet, il a été noté une augmentation de température de coupe de 9,6 % sur 300 mm de distance pour le stratifié RE-AM-AR. De plus, sur une distance de 100 mm, l'augmentation de température est considérable de 12,7 %. Les particules d'argile, connues pour leur fonction dans l'amélioration des propriétés mécaniques, combinées avec l'agent mouillant, dégradent les propriétés de contrainte en traction axiale de 15,4 % sur un échantillon de 6 éprouvettes. Par ailleurs sans agent mouillant ces contraintes sont améliorées de 1,9 %. L'argile seule permet de réduire la température de coupe de 19,6 % avec une rugosité réduite de 49,3 %, d'où son bon état de surface.

En ce qui concerne l'agent mouillant utilisé seul, qui a pour rôle d'homogénéiser les différents mélanges, son ajout n'a pas été bénéfique pour presque tous les essais bien qu'on ait observé une réduction de température de coupe de 5 % sur 300 mm de distance. De plus, les différents stratifiés contenant l'agent mouillant ont des contraintes inférieures au stratifié avec résine non modifiée. Une réduction de 15,4 % de contrainte et de 25% de déformation en traction axiale de RE-AM sur un échantillon de 6 éprouvettes permettent de conclure à l'effet néfaste de l'agent mouillant. Contrairement aux stratifiés sans AM, où les résultats des tests de traction axiale ont presque toutes été améliorées en contrainte et en module.

L'évaluation des efforts de coupe a permis d'observer une variation des différentes forces (F_a , F_n , F_p) en fonction des combinaisons des additifs. Dans le but d'améliorer aussi l'état de surface, la force importante est celle d'avance car une corrélation existe entre la force d'avance et la vitesse d'avance. Ainsi, la valeur minimale de la force d'avance est à rechercher. Il résulte que la valeur minimale a été obtenue avec le stratifié associé à RE-CI (175 N) suivi de celui associé à RE-AM-AR-CI (210 N). Les valeurs minimes précédentes

équivalent à une réduction respective de 81,8 % et 78,1 %. Par ailleurs, la rugosité est plutôt faible pour la surface associée à RE-AM-AR-CI devant celle associée à RE-CI. Étant donné que les stratifiés contenant l'AM ont des propriétés mécaniques dégradantes, le stratifié associé à RE-AR-CI s'avère être le meilleur vu la température de coupe et les bonnes propriétés en traction.

En ce qui concerne l'évaluation de l'énergie de surface, les modèles adaptés pour les composites à fibre de verre contenant des additifs sont ceux de Wu (utilisé en annexe II) et de Owens/Wendt. Les liquides recommandés sont l'eau et le diiodométhane. Cette évaluation a permis de situer l'énergie de surface de chaque type de surface dont la valeur dépend de la méthode utilisée. L'énergie de surface de coupe déterminée avec la méthode de Owens/Wendt a permis d'observer une variation de l'énergie de surface. En outre, la présence de l'AM favorise l'augmentation de l'énergie de surface de coupe. Cependant, les valeurs d'énergie dépendent du facteur de rugosité de surface. En effet, plus le facteur est petit, plus la valeur d'énergie de surface est grande. Pour ce qui est des stratifiés sans AM et associés à RE-AR et RE-CI, l'énergie de surface est similaire à celle du stratifié RE. De plus, l'énergie de surface plus faible à la surface de coupe est celle du stratifié associé à RE-AR-CI. Étant donné la dépendance du facteur de rugosité, les additifs ont aussi un effet sur la valeur finale de l'énergie de surface des stratifiés sans AM.

RECOMMANDATIONS

Pour des études ultérieures, il serait nécessaire d'utiliser les différents additifs employés dans cette recherche, et dans les proportions (%wt) égales afin de pouvoir bien mesurer l'influence d'un additif par rapport à un autre.

Il serait aussi important de faire une étude uniquement sur les propriétés de la matrice sans fibres afin de déterminer à priori les combinaisons d'additifs qui fourniront de bonnes performances avec de la fibre. Une analyse au moyen de la diffraction à rayons-X permettrait d'évaluer la dispersion des additifs comme l'argile.

Sachant que les pièces en composite durant leur cycle de vie font face à des sollicitations mécaniques multiples, il serait intéressant de faire des essais de fatigue en plus des essais de traction, de flexion et de cisaillement déjà effectués. Ceci dans le but d'améliorer le cycle de vie des composites avec l'apport des additifs.

Sachant que l'orientation des fibres influence la distribution homogène des additifs lors de la mise en forme, il serait nécessaire d'évaluer directement les performances des stratifiés avec des orientations multidirectionnelles pour une application.

L'étude ayant été purement expérimentale, une étude dans un cas pratique avec différentes orientations des fibres est recommandée. En effet, les résultats en contrainte de flexion 3 points et de cisaillement n'ont pas été concluants dans le cas d'une orientation unidirectionnelle des fibres. Sachant que la résistance perpendiculaire aux fibres est la plus faible, il serait idéal d'améliorer cette résistance au moyen des additifs.

Il serait aussi intéressant d'étudier l'influence des paramètres de coupe sur la température de coupe et les propriétés mécaniques des composites avec les mêmes additifs afin de valider complètement l'influence que peut avoir la cire, voire l'interaction cire-argile.

Il serait également intéressant de mener une autre étude sur une combinaison des additifs argile-cire avec des proportions différentes afin d'identifier l'additif qui contribue le plus à l'amélioration d'une propriété.

L'agent mouillant utilisé dans le cadre de cette recherche a produit des propriétés mécaniques dégradées. Ainsi, une étude ultérieure serait intéressante avec un autre type d'agent mouillant afin de conclure de la nécessité à utiliser un agent mouillant pour l'amélioration des propriétés d'un composite. Ceci accompagné d'une étude de dispersion des additifs dans les stratifiés.

Faire un bilan d'énergie serait idéal pour comprendre la relation entre l'énergie de surface déterminée sur une surface de coupe et la température de coupe.

ANNEXE I

VARIATION D'ANGLE DE CONTACT SUR LES SURFACES DE COUPE

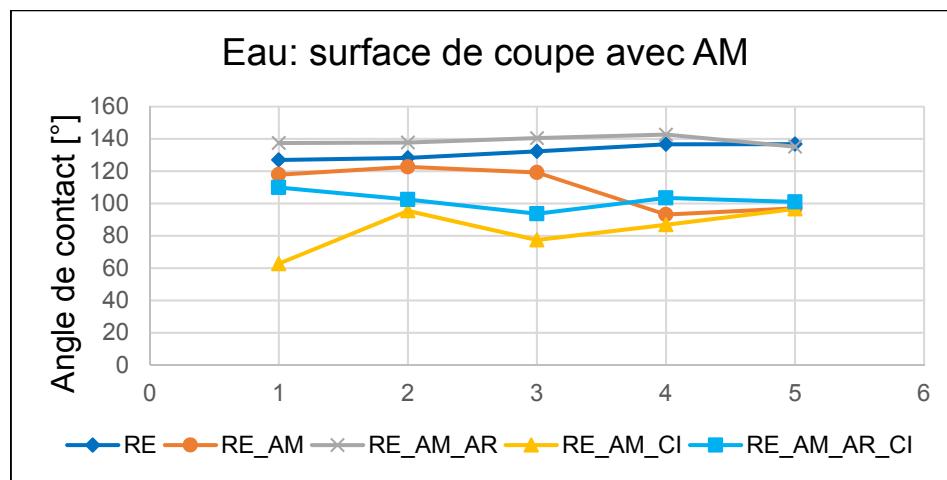


Figure-A I- 1 Variation d'angle de contact sans facteur de rugosité avec eau sur la surface de coupe selon le nombre de réplications

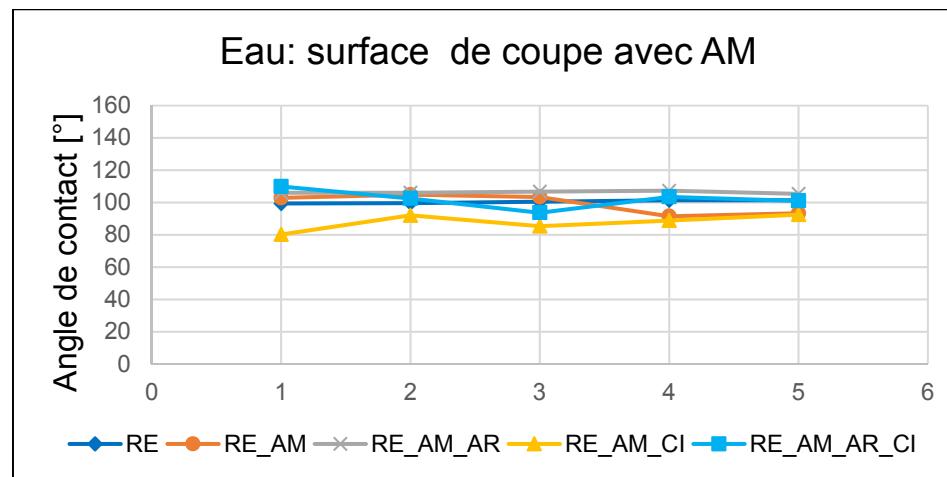


Figure-A I- 2 Variation d'angle de contact avec facteur de rugosité avec eau sur la surface de coupe selon le nombre de réplications

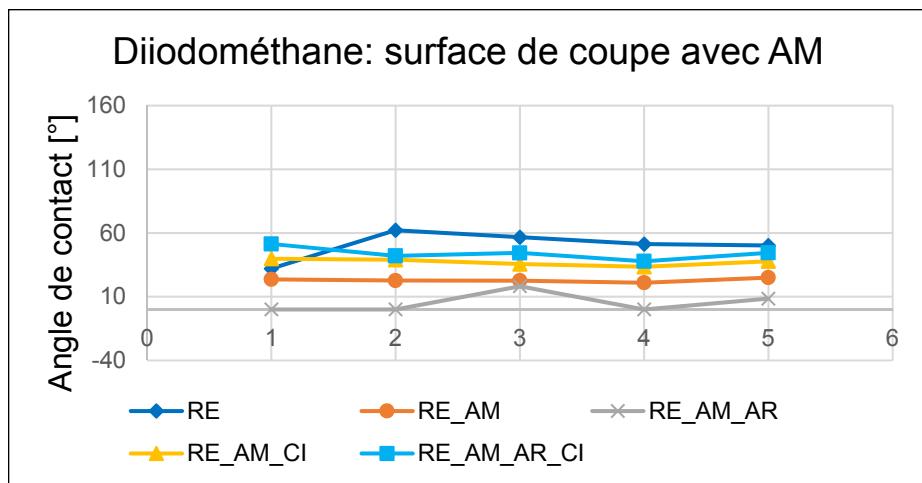


Figure-A I- 3 Variation d'angle de contact sans facteur de rugosité avec le diiodométhane sur la surface de coupe selon le nombre de réplications

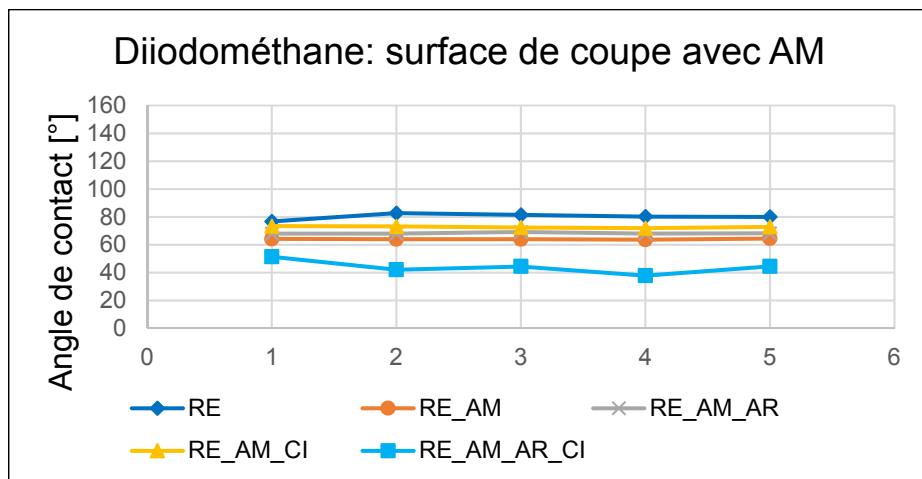


Figure-A I- 4 Variation d'angle de contact avec facteur de rugosité avec le diiodométhane sur la surface de coupe selon le nombre de réplications

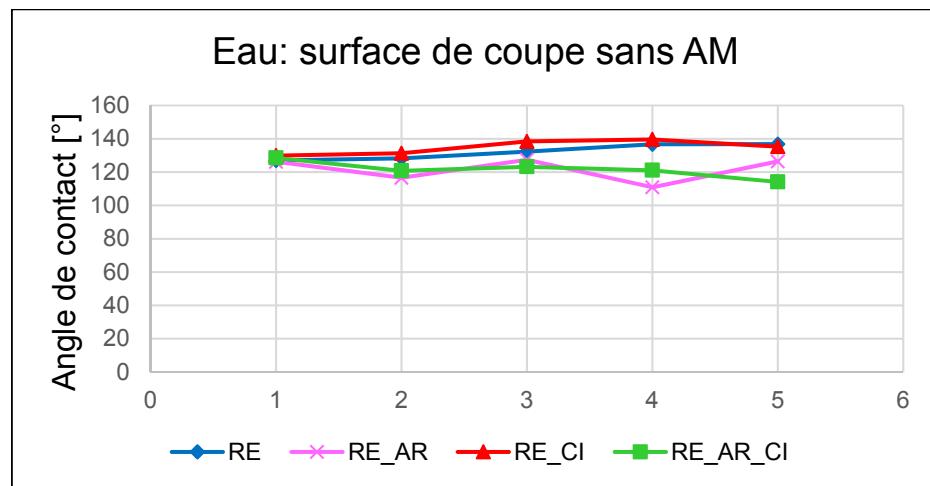


Figure-A I- 5 Variation d'angle de contact sans facteur de rugosité avec eau sur la surface de coupe selon le nombre de réplications

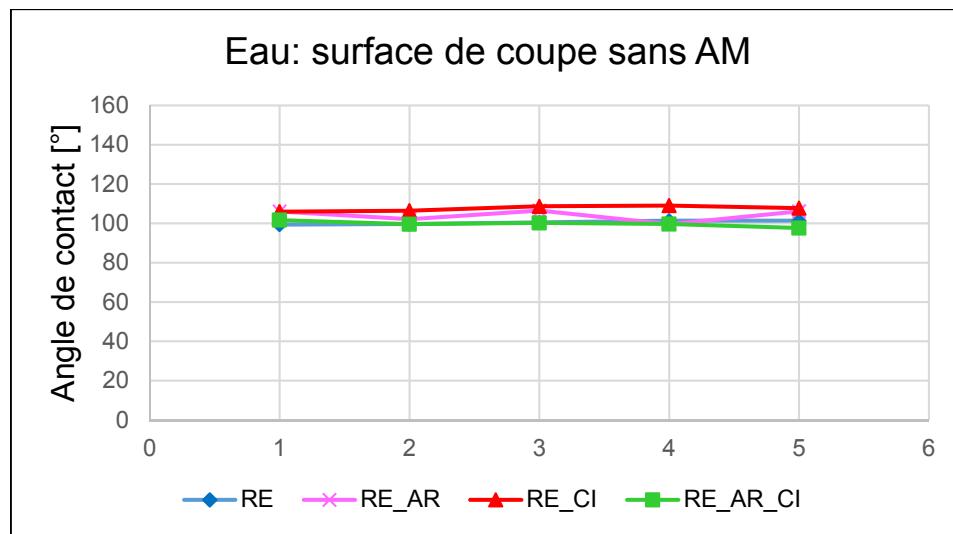


Figure-A I- 6 Variation d'angle de contact avec facteur de rugosité avec eau sur la surface de coupe selon le nombre de réplications

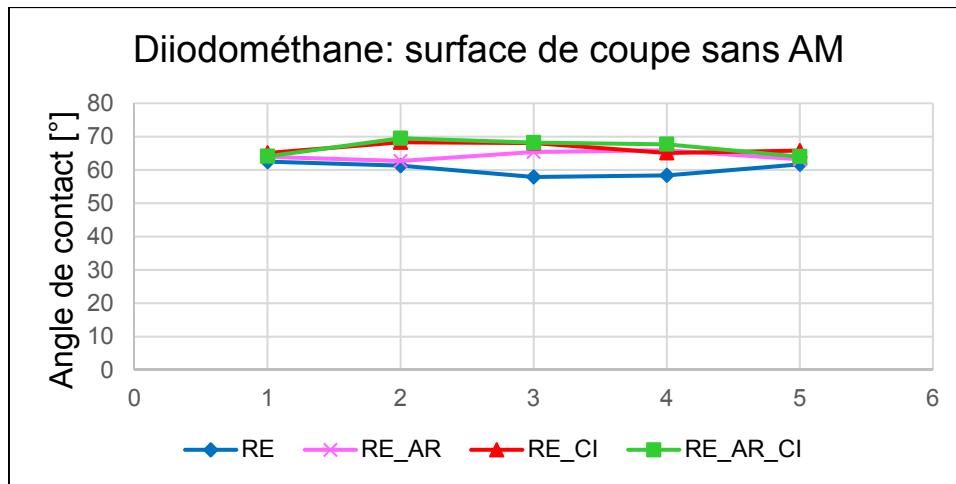


Figure-A I- 7 Variation d'angle de contact sans facteur de rugosité avec le diiodométhane sur la surface de coupe selon le nombre de réplications

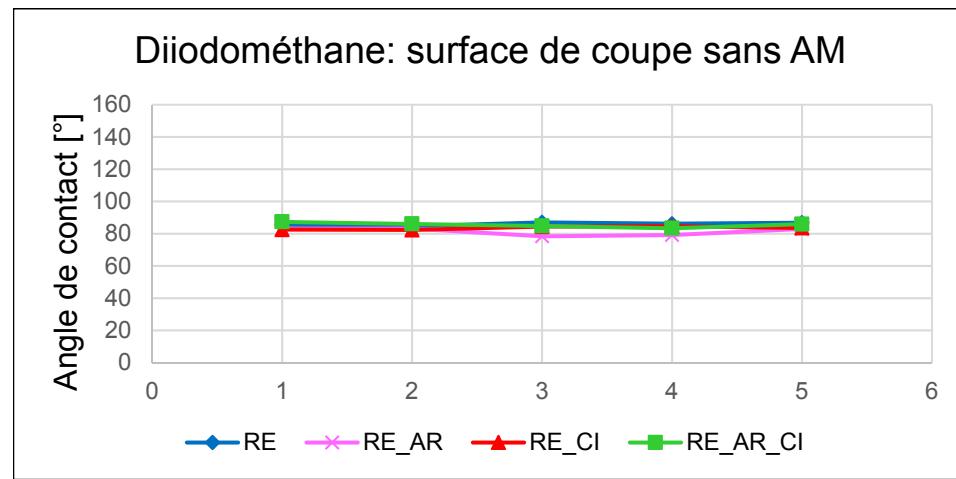


Figure-A I- 8 Variation d'angle de contact avec facteur de rugosité avec le diiodométhane sur la surface de coupe selon le nombre de réplications

ANNEXE II

ÉNERGIE DE SURFACE DES SURFACES 1 ET 2

L'Étude de l'énergie de surface des surfaces supérieures et inférieures du stratifié a été aussi mené dans le cadre de cette recherche. La fabrication des stratifiés par la méthode communément appelée « infusion » a produit 2 textures différentes de surface (figure-A II-1). Il a été observé une surface rugueuse (Surface 1) et une surface lisse (Surface 2). La rugosité étant un facteur influent sur l'angle de contact comme indiqué par les différents régimes de mouillabilité (figure 2.27), elle favorise une augmentation de l'angle mesuré.

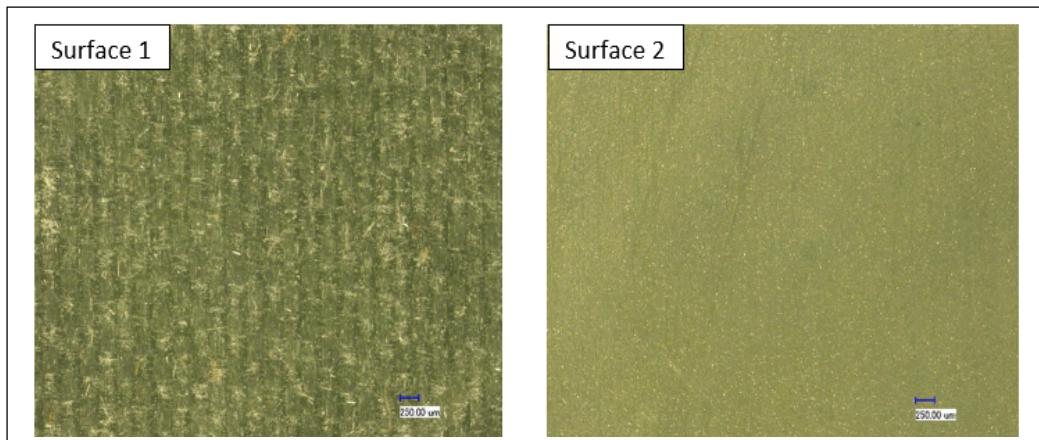


Figure-A II- 1 Texture de différentes surfaces du stratifié laissée par le démoulage

1. Mesures d'angle de contact

En ce qui concerne les mesures, il a été considéré trois liquides sondes au lieu de deux comme dans le cas de l'évaluation de l'énergie de surface de coupe. Les liquides sont respectivement l'eau, le diiodométhane et l'éthylène glycol. Les figures suivantes (de figure-A II-2 à figure-A II-23) représentent les mesures en détails et regroupées faites sur les différentes surfaces. Le facteur de rugosité a été appliqué sur la surface 1 et non sur la surface lisse qui est considérée comme la référence.

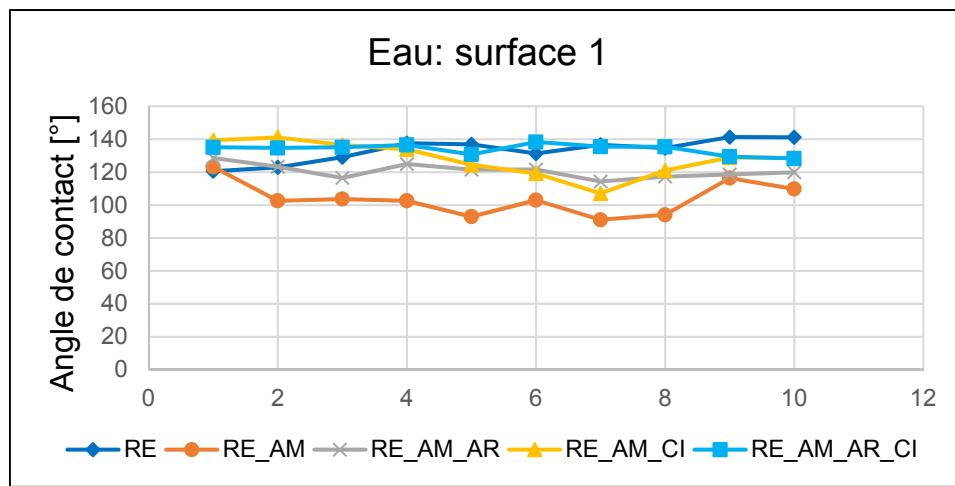


Figure-A II- 2 Variation d'angle de contact avec AM et sans facteur de rugosité avec l'eau sur la surface rugueuse

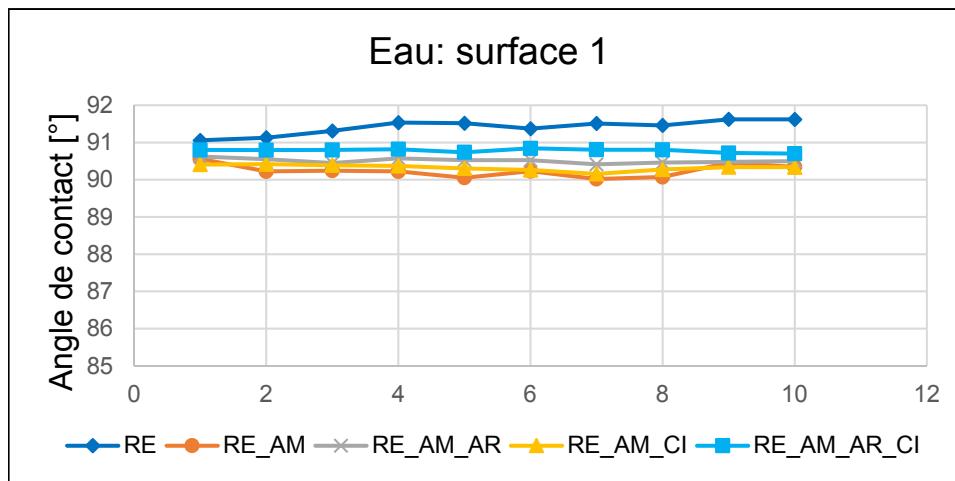


Figure-A II- 3 Variation d'angle de contact avec AM et avec facteur de rugosité avec l'eau sur la surface rugueuse

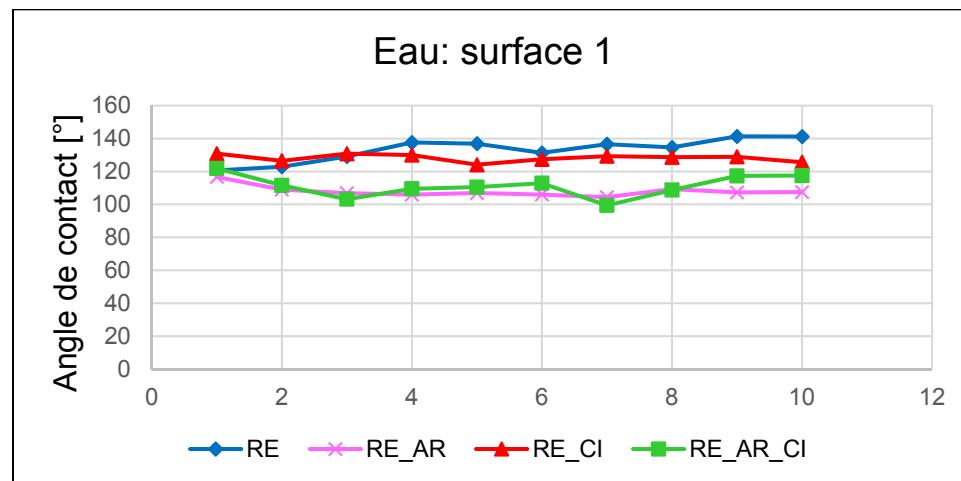


Figure-A II- 4 Variation d'angle de contact sans AM et sans facteur de rugosité avec l'eau sur la surface rugueuse selon le nombre de réplications

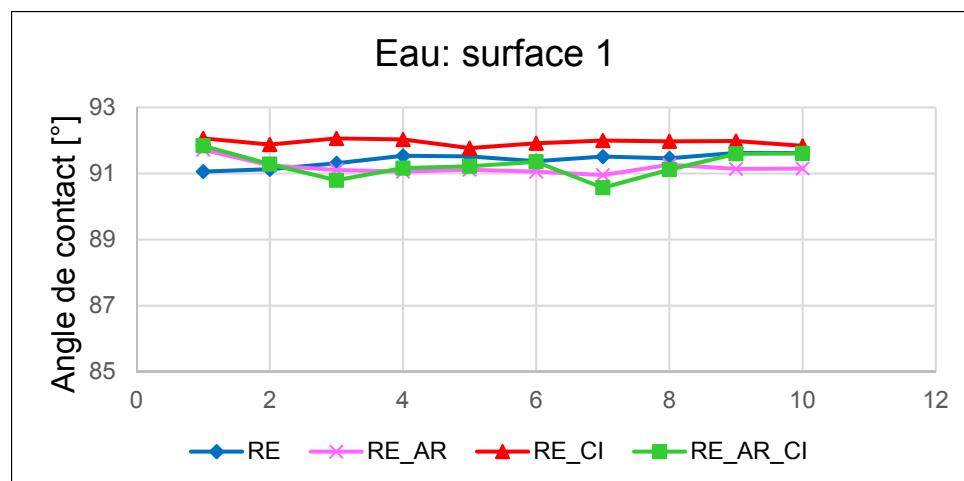


Figure-A II- 5 Variation d'angle de contact sans AM et avec facteur de rugosité avec l'eau sur la surface rugueuse selon le nombre de réplications

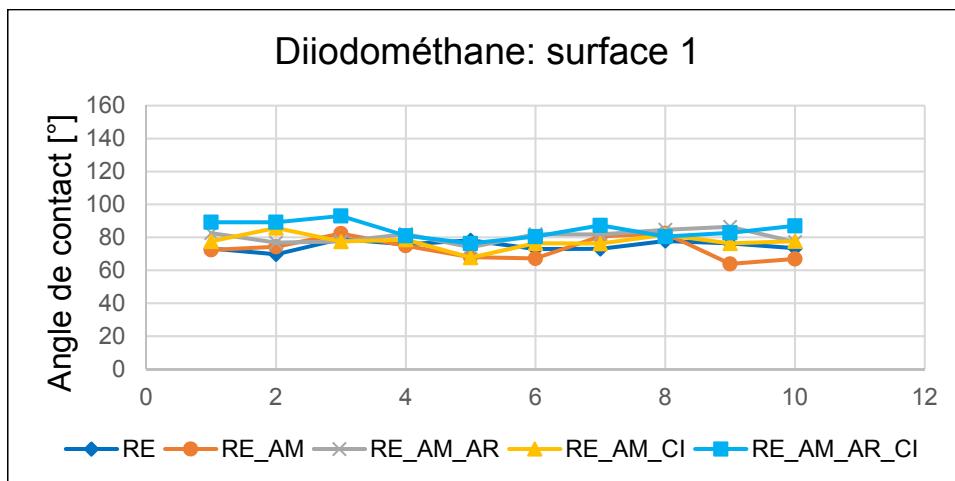


Figure-A II- 6 Variation d'angle de contact avec AM et sans facteur de rugosité avec le diiodométhane sur la surface rugueuse selon le nombre de réplications

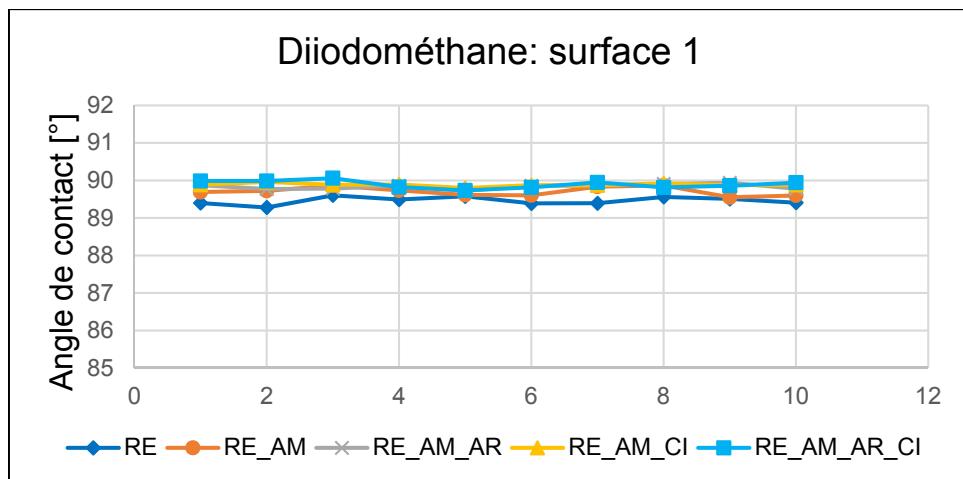


Figure-A II- 7 Variation d'angle de contact avec AM et avec facteur de rugosité avec le diiodométhane sur la surface rugueuse selon le nombre de réplications

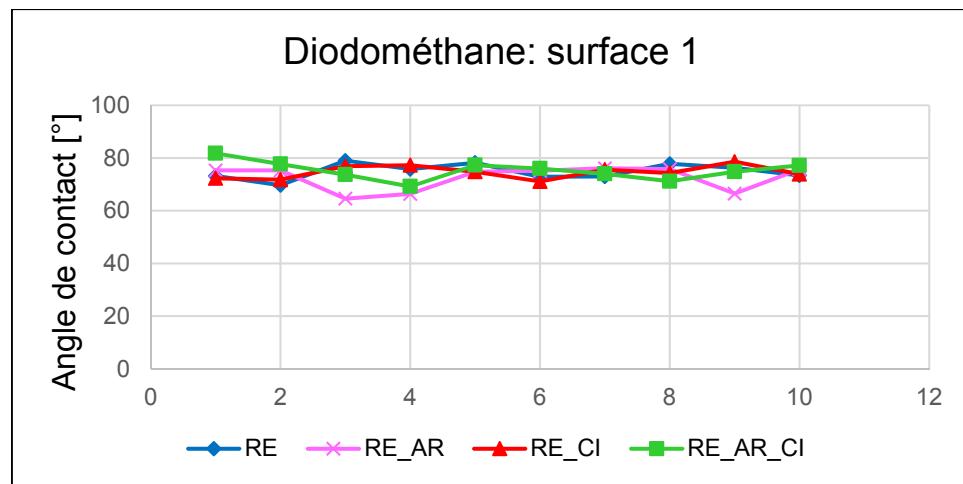


Figure-A II- 8 Variation d'angle de contact sans AM et sans facteur de rugosité avec le diiodométhane sur la surface rugueuse selon le nombre de réplications

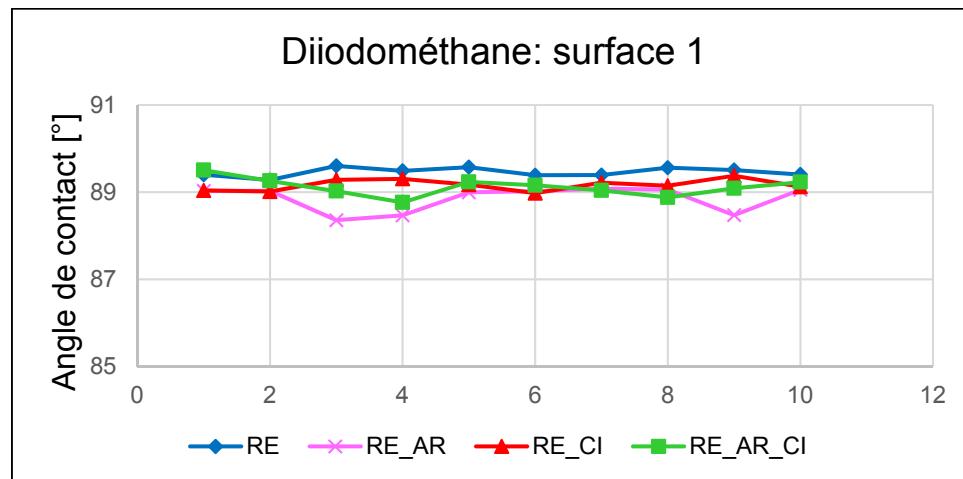


Figure-A II- 9 Variation d'angle de contact sans AM et avec facteur de rugosité avec le diiodométhane sur la surface rugueuse selon le nombre de réplications

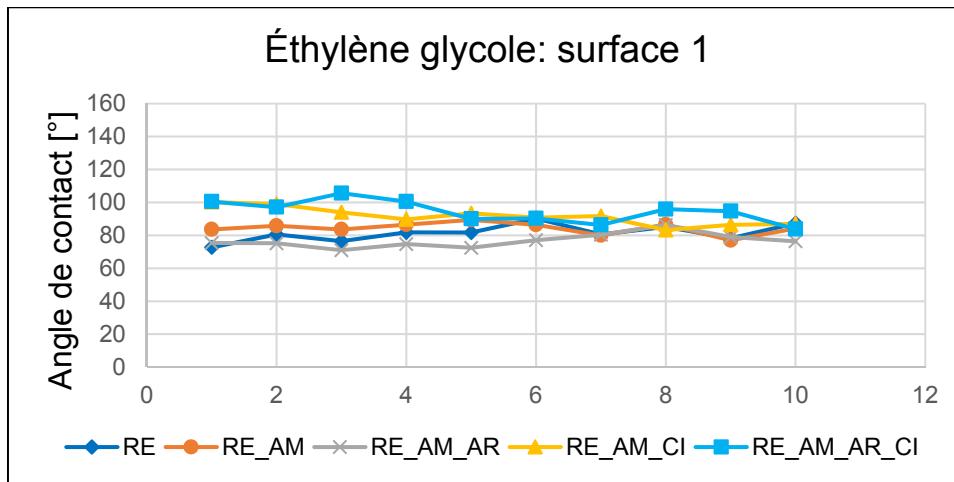


Figure-A II- 10 Variation d'angle de contact avec AM et sans facteur de rugosité avec l'éthylène glycol sur la surface rugueuse selon le nombre de réplications

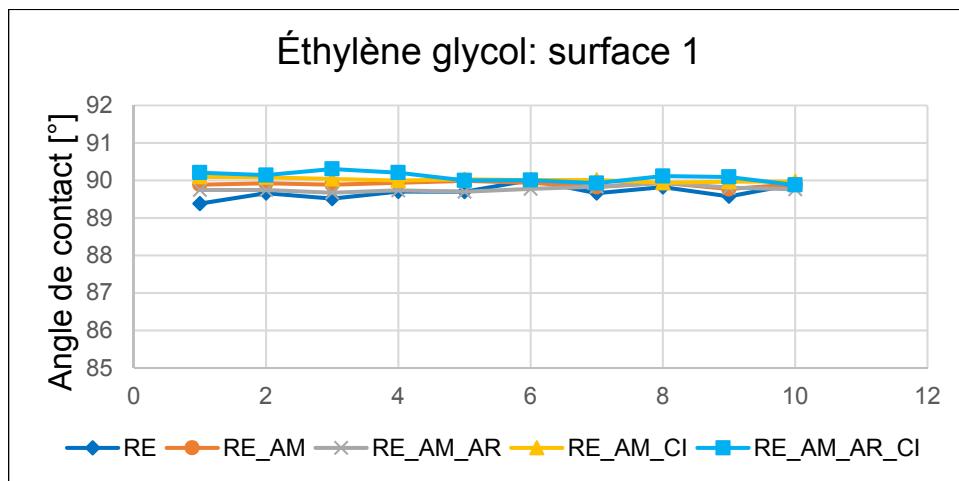


Figure-A II- 11 Variation d'angle de contact avec AM et avec facteur de rugosité avec l'éthylène glycol sur la surface rugueuse selon le nombre de réplications

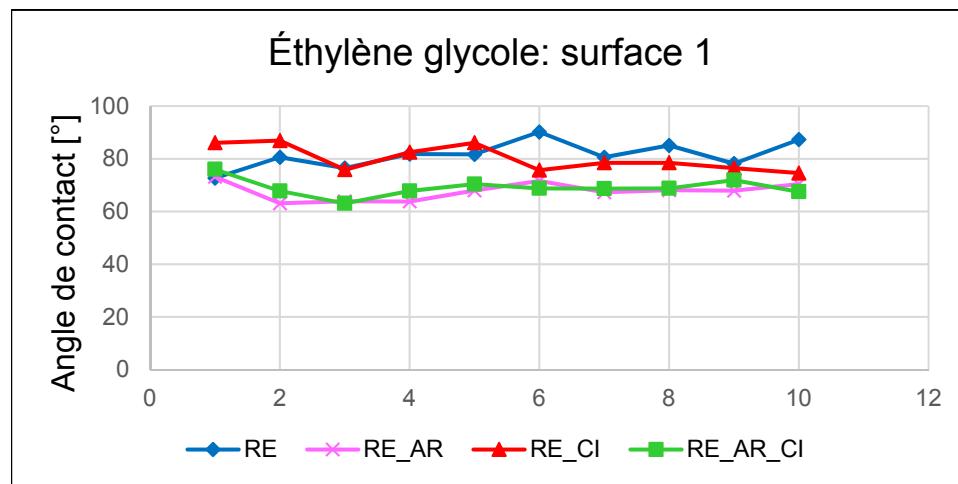


Figure-A II- 12 Variation d'angle de contact sans AM et sans facteur de rugosité avec l'éthylène glycol sur la surface rugueuse selon le nombre de réplications

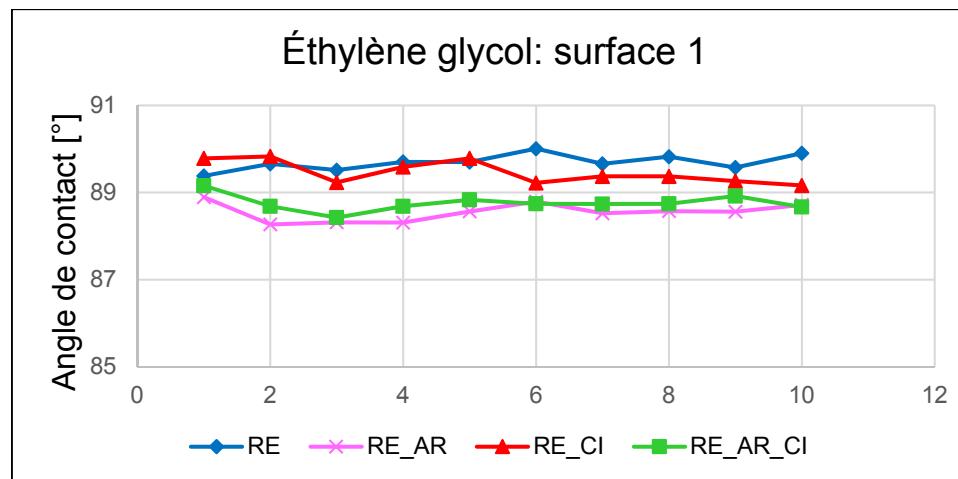


Figure-A II- 13 Variation d'angle de contact sans AM et avec facteur de rugosité avec l'éthylène glycol sur la surface rugueuse selon le nombre de réplications

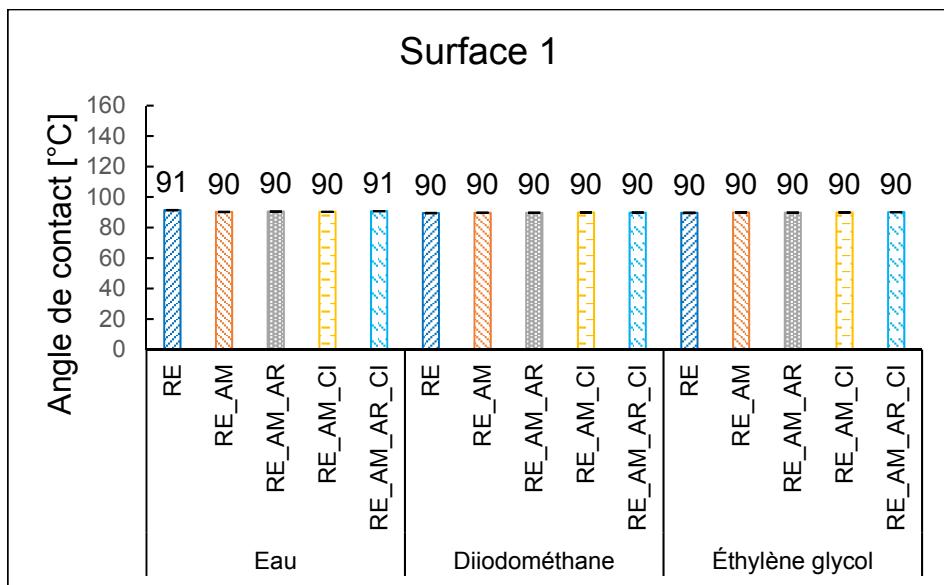


Figure-A II- 14 Condensé de variation d'angle de contact avec AM et avec facteur de rugosité sur la surface rugueuse selon le nombre de réplications

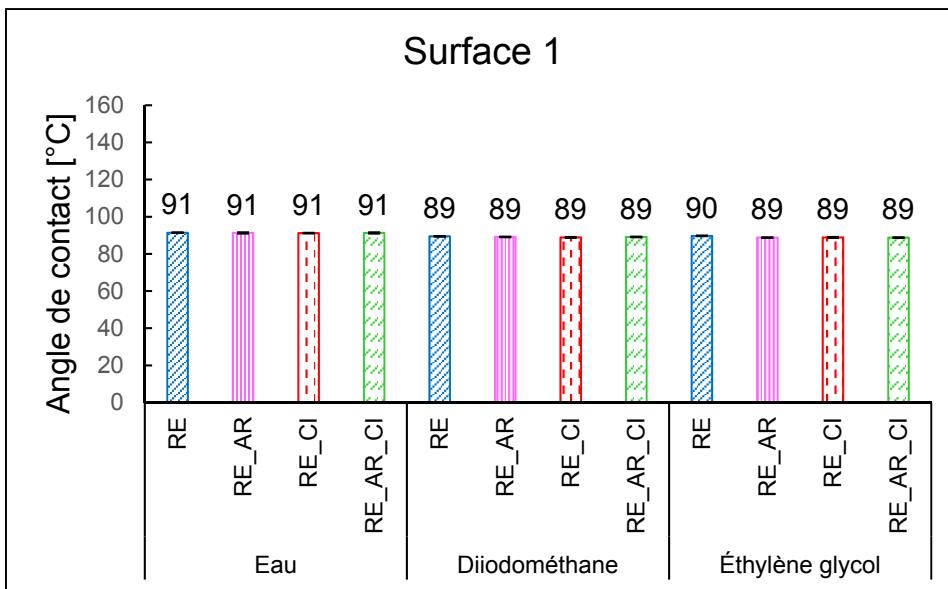


Figure-A II- 15 Condensé de variation d'angle de contact sans AM et avec facteur de rugosité sur la surface rugueuse selon le nombre de réplications

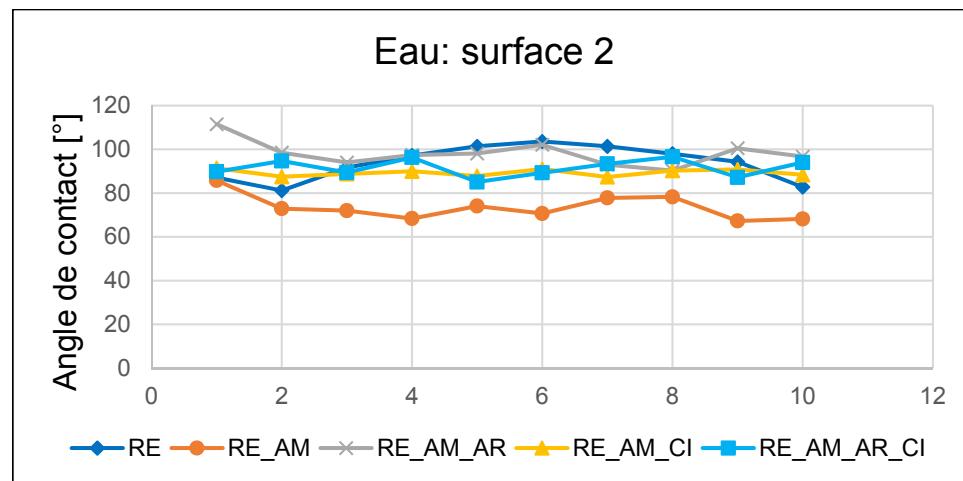


Figure-A II- 16 Variation d'angle de contact avec AM sans facteur de rugosité avec l'eau sur la surface lisse selon le nombre de réplications

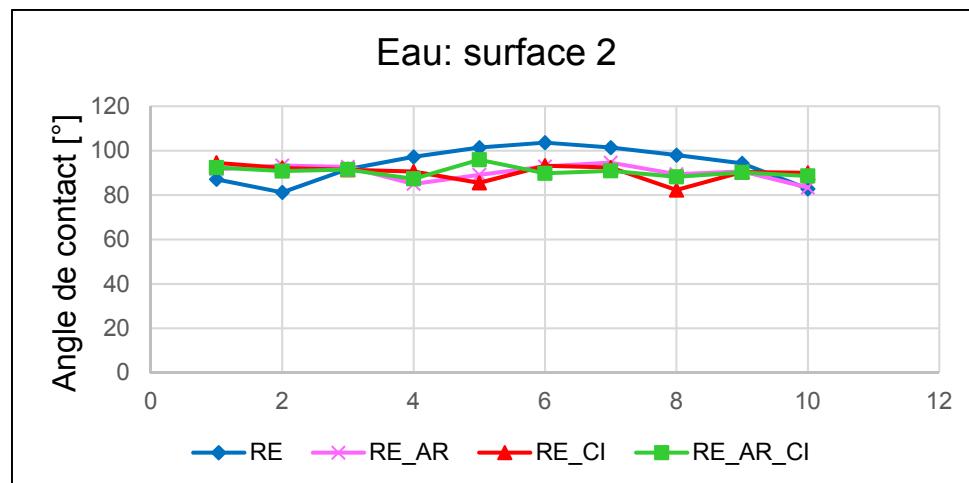


Figure-A II- 17 Variation d'angle de contact sans AM sans facteur de rugosité avec l'eau sur la surface lisse selon le nombre de réplications

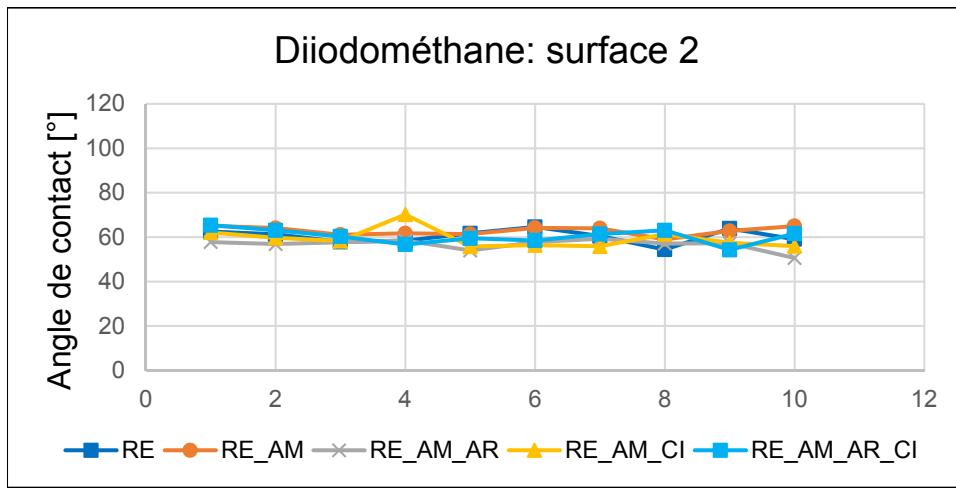


Figure-A II- 18 Variation d'angle de contact sans facteur de rugosité avec le diiodométhane sur la surface 2 selon le nombre de réplications

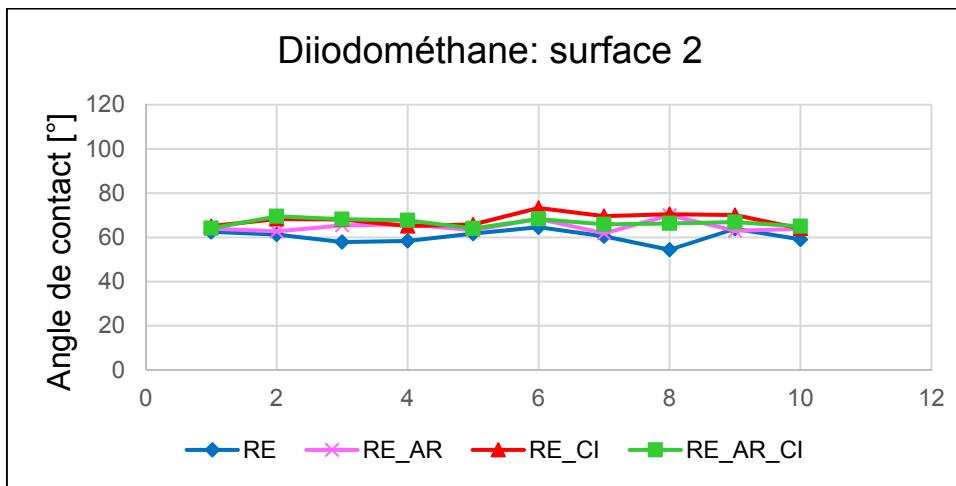


Figure-A II- 19 Variation d'angle de contact sans AM sans facteur de rugosité avec le diiodométhane sur la surface lisse selon le nombre de réplications

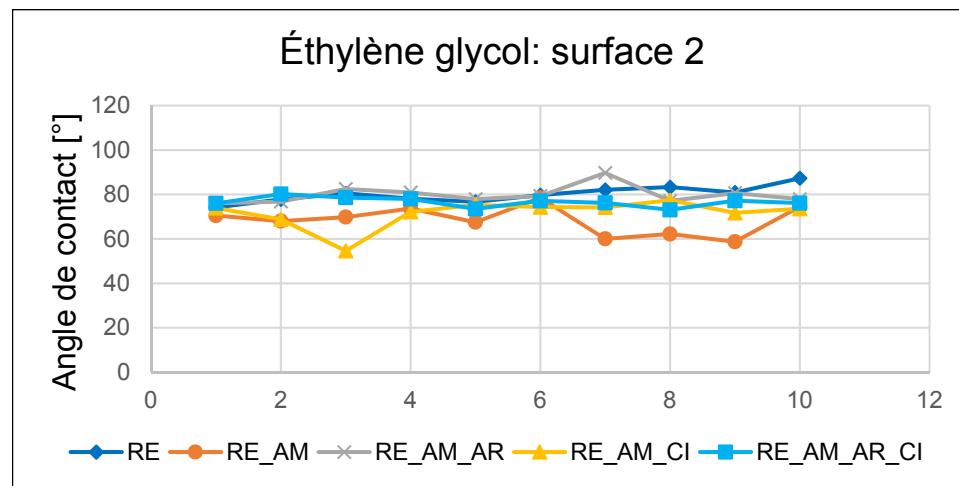


Figure-A II- 20 Variation d'angle de contact avec AM et sans facteur de rugosité avec l'éthylène glycol sur la surface lisse selon le nombre de réplications

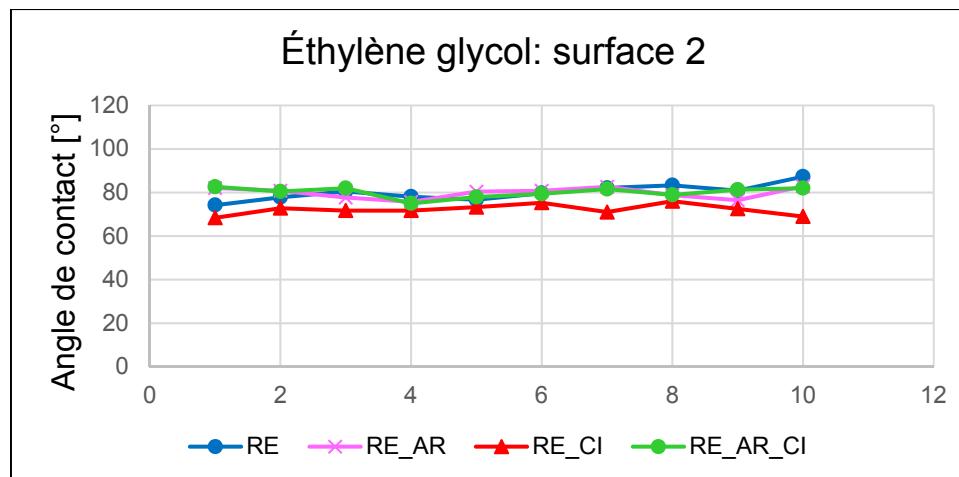


Figure-A II- 21 Variation d'angle de contact sans AM et sans facteur de rugosité avec l'éthylène glycol sur la surface lisse selon le nombre de réplications

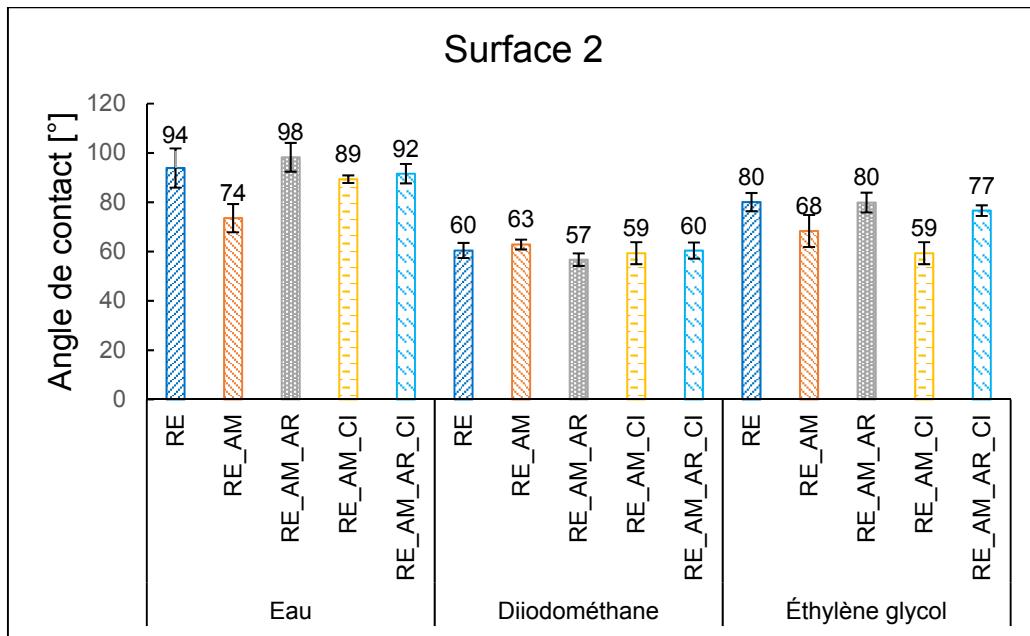


Figure-A II- 22 Condensé de variation d'angle de contact avec AM et avec facteur de rugosité sur la surface lisse selon le nombre de réplications

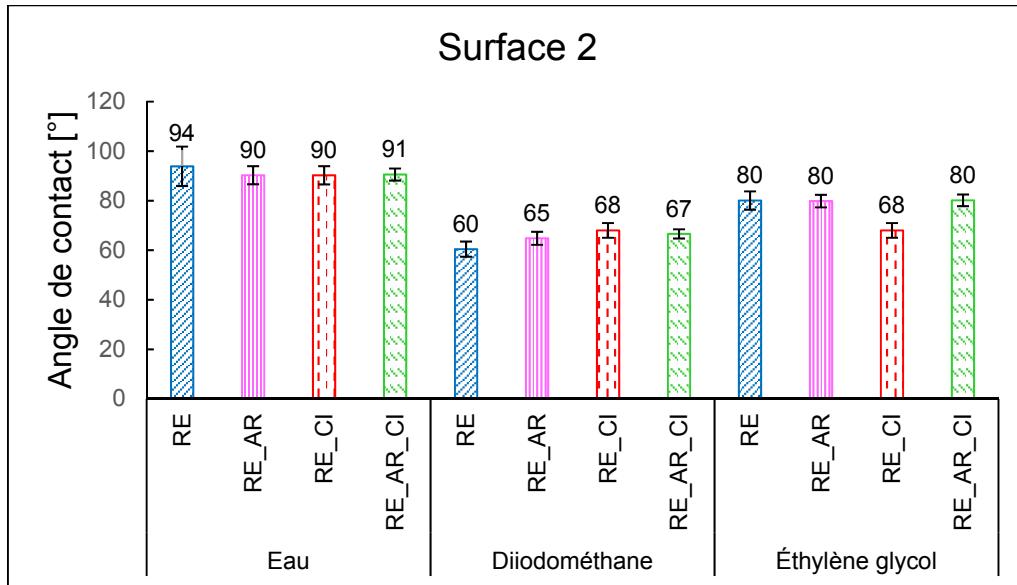


Figure-A II- 23 Condensé de variation d'angle de contact avec AM et avec facteur de rugosité sur la surface lisse selon le nombre de réplications

Pour les trois types de liquide, les valeurs d'angle de contact se rapprochent effectivement à la valeur 90° comme on devrait s'y attendre lorsque le facteur de rugosité est appliqué. La vérification de la distribution normale sur des valeurs d'angle a été faite. Pour ce faire, l'évaluation des coefficients respectifs d'asymétrie et d'aplatissement ont donné des valeurs comprises dans l'intervalle [-2 ; 2]. Ces coefficients ont été évalués avec un niveau de confiance de 95 %. L'évaluation de l'énergie de surface va se faire avec des données qui suivent une loi normale. Par conséquent, les données extrêmes ont été extraites afin de valider la normalité des mesures effectuées. Ainsi, on se limitera à un minimum de 5 mesures pour l'évaluation de la moyenne et son écart type.

2. Évaluation de l'énergie de surface

2.1. Résultats avec la méthode de Wu

Le modèle de Wu est basé sur la moyenne harmonique et se réduit à un système de 2 équations du second degré à 3 inconnus. Les résultats obtenus avec ce modèle sont regroupés dans le tableau-A II-1 pour ce qui est de la surface 1. L'unique condition sur les variables inconnues est que la somme de γ_S^p et γ_l^p et de γ_S^d et γ_l^d soient différents de zéro. Étant un système à 2 équations, juste 2 types de liquide sont suffisants pour la détermination des inconnues γ_S^p et γ_S^d afin de déterminer γ_S .

Tableau-A II- 1Énergie de surface avec Eau-Diiodométhane
par la méthode de Wu sur la surface 1

Surface 1	γ_S^p [mJ/m ²]	γ_S^d [mJ/m ²]	γ_S [mJ/m ²]
RE-AM	$14,39 \pm 0,05$	$10,06 \pm 0,02$	$24,45 \pm 0,04$
RE	$13,69 \pm 0,05$	$10,25 \pm 0,02$	$23,95 \pm 0,05$
RE-AM-AR	$14,23 \pm 0,02$	$10,07 \pm 0,02$	$24,30 \pm 0,02$
RE-AR	$13,53 \pm 0,13$	$10,52 \pm 0,12$	$24,04 \pm 0,15$
RE-AM-CI	$14,30 \pm 0,05$	$10,02 \pm 0,02$	$24,32 \pm 0,03$
RE-CI	$13,29 \pm 0,22$	$10,42 \pm 0,07$	$23,71 \pm 0,17$
RE-AM-AR-CI	$14,12 \pm 0,01$	$10,03 \pm 0,02$	$24,16 \pm 0,01$
RE-AR-CI	$13,63 \pm 0,17$	$10,37 \pm 0,09$	$24 \pm 0,21$

Une contribution non négligeable des deux composantes polaire et dispersive constituent l'énergie de surface. La composante polaire γ_s^p contribuent à près de 58 % par rapport à la composante dispersive γ_s^d . Comparant l'énergie des différents stratifiés, la variation est petite comme on pouvait s'y attendre de la variation des mesures d'angle obtenues et corrigées par le facteur de rugosité. Pour ce qui est de la combinaison des liquides eau-éthylène glycol, les résultats sont regroupés dans le tableau-A II-2.

Tableau-A II- 2 Énergie de surface avec eau-éthylène glycol par la méthode de Wu sur la surface 1

Surface 1	γ_s^p [mJ/m ²]	γ_s^d [mJ/m ²]	γ_s [mJ/m ²]
RE	-3,3 ± 0,02	34,5 ± 0,2	31,2 ± 0,2
RE-AM	-3,3 ± 0,01	34,1 ± 0,07	30,8 ± 0,1
RE-AM-AR	-3,3 ± 0,0	34,6 ± 0,03	31,3 ± 0,0
RE-AM-CI	-3,3 ± 0,01	34,0 ± 0,06	30,7 ± 0,1
RE-AM-AR-CI	13,7 ± 0,1	10,3 ± 0,02	24,0 ± 0,1
RE-AR	2,7 ± 0,2	14,7 ± 0,24	17,4 ± 0,1
RE-CI	2,2 ± 2,7	15,1 ± 0,04	17,3 ± 0,1
RE-AR-CI	2,7 ± 0,1	14,6 ± 0,04	17,3 ± 0,1

Au vu de ces résultats, trois observations marquantes sont majeures. La première est la valeur négative pour la composante polaire à la surface 1 des stratifiés respectifs RE, RE-AM, RE-AM-AR et RE-AM-CI. On serait amené à dire que seul l'utilisation de l'éthylène glycol est une cause à cette précédente observation. Par ailleurs, la surface des stratifiés RE-AM-AR-CI, RE-AR, RE-CI et RE-AR-CI ont un comportement différent des autres. On est donc porté à croire que la combinaison des additifs influence sur la valeur des différentes composantes de l'énergie de surface. En comparant les valeurs d'énergie totale sans tenir compte des valeurs critiques (négatives), celle contenant RE-AM-AR-CI est la plus petite avec AM ce qui conduirait à réduction de près de 23 % par rapport à celle sans additifs. Les surfaces des stratifiés sans AM, ont des valeurs de la composante polaire positives. Bien qu'ayant les valeurs de la composante polaire positive, l'énergie de surface résulte la plus petite sans AM. En ce qui concerne la surface 2 qui est une surface lisse, les résultats avec l'utilisation de la combinaison des liquides eau-diiodométhane sont reportés dans le tableau-A II-3.

Tableau-A II- 3 Énergie de surface avec Eau-Diiodométhane par la méthode de Wu sur la surface 2

Surface 2	$\gamma_s^p[\text{mJ/m}^2]$	$\gamma_s^d[\text{mJ/m}^2]$	$\gamma_s[\text{mJ/m}^2]$
RE	$7,5 \pm 2,2$	$24,4 \pm 1,3$	$32,0 \pm 0,9$
RE-AM	$12,0 \pm 4,0$	$22,7 \pm 1,9$	$34,7 \pm 2,2$
RE-AM-AR	$3,3 \pm 0,2$	$29,0 \pm 0,6$	$32,3 \pm 0,4$
RE-AM-CI	$9,2 \pm 0,4$	$22,4 \pm 1,0$	$31,6 \pm 0,9$
RE-AM-AR-CI	$6,7 \pm 1,0$	$24,3 \pm 0,9$	$31,0 \pm 0,8$
RE-AR	$8,4 \pm 1,9$	$21,7 \pm 1,2$	$30,1 \pm 0,9$
RE-CI	$7,4 \pm 1,3$	$21,3 \pm 1,5$	$28,67 \pm 0,6$
RE-AR-CI	$8,3 \pm 2,0$	$20,7 \pm 1,9$	$29,0 \pm 0,7$

Les résultats obtenus sur la surface lisse, a permis de constater que la répartition de l'énergie de surface entre la composante polaire et non polaire est inégale. Étant donné que les mesures sur toutes les surfaces ont été faites avec la même combinaison de liquide, l'explication de cette inégalité de répartition viendrait des constituants du solide et l'état de surface. Comme il a été le cas pour la surface 1, les mesures ont été aussi relevées avec la combinaison eau-éthylène glycol. Les résultats sont regroupés dans le tableau-A II-4.

Tableau-A II- 4 Énergie de surface avec eau-éthylène glycol par la méthode de Wu sur la surface 2

Surface 2	$\gamma_s^p[\text{mJ/m}^2]$	$\gamma_s^d[\text{mJ/m}^2]$	$\gamma_s[\text{mJ/m}^2]$
RE	-	-	-
RE-AM	$2,7 \pm 0,2$	$26,5 \pm 0,6$	$29,2 \pm 0,4$
RE-AM-AR	-	-	-
RE-AM-CI	$3,1 \pm 1,2$	$26,4 \pm 2,6$	$29,5 \pm 2,0$
RE-AM-AR-CI	$7,5 \pm 2,2$	$24,4 \pm 1,3$	$32,0 \pm 0,9$
RE-AR	-	-	-
RE-CI	$1,9 \pm 1,2$	$26,1 \pm 2,3$	$28,0 \pm 1,3$
RE-AR-CI	-	-	-

Pour quatre types de surface à savoir RE et RE-AM-AR, RE-AR et RE-AR-CI, il a été impossible de résoudre le système d'équation du second degré. Par contre l'évaluation de l'énergie de surface des quatre autres types de surface a été possible. Contrairement avec du diiodométhane, l'éthylène glycol fait réduit l'énergie polaire et augmente celle dispersive

(non polaire) du solide. Cependant, l'énergie totale reste toujours dans le même ordre de grandeur.

2.2. Résultats de la méthode de Owens/Wendt

Le modèle de Owens/Wendt, suivant une approche de moyenne géométrique, a consisté à déterminer la pente d'une droite et son ordonnée à l'origine. Ces paramètres ont permis d'évaluer indirectement les inconnus γ_s^p et γ_s^d . Les conditions à respecter pour la détermination desdits inconnus sont telles que la pente et l'ordonnée à l'origine soient toutes positives. Ainsi, les résultats obtenus avec la combinaison eau-diiodométhane sont regroupés dans le tableau-A II-5.

Tableau-A II- 5 Énergie de surface avec eau-Diiodométhane par la méthode de Owens/Wendt sur la surface 1

Surface 1	γ_s^p [mJ/m ²]	γ_s^d [mJ/m ²]	γ_s [mJ/m ²]
RE	10,9 ± 0,1	6,6 ± 0,0	17,5 ± 0,1
RE-AM	11,8 ± 0,1	6,3 ± 0,0	18,1 ± 0,1
RE-AM-AR	11,6 ± 0,0	6,3 ± 0,0	17,9 ± 0,0
RE-AM-CI	11,8 ± 0,0	6,2 ± 0,0	18,0 ± 0,0
RE-AM-AR-CI	11,5 ± 0,0	6,3 ± 0,0	17,8 ± 0,0
RE-AR	1,8 ± 0,9	15,2 ± 1,8	17,0 ± 1,4
RE-CI	1,0 ± 0,2	14,9 ± 0,3	16,0 ± 0,5
RE-AR-CI	4,2 ± 0,7	11,1 ± 0,9	15,3 ± 0,7

D'après les résultats obtenus, l'énergie totale pour chaque type de stratifiés varie de 15,31 mJ/m² et 18,07 mJ/m². Bien que les valeurs de l'énergie de surface soient inférieures à 20 mJ/m², l'énergie diminue en présence de l'agent mouillant. Comparant ces résultats à ceux obtenus avec l'approche de moyenne harmonique proposé par Wu sur la même surface, l'unique différence remarquable s'est trouvée sur la valeur moyenne de l'énergie totale. En effet, l'approche harmonique fournit une valeur élevée autour de 24 mJ/m².

Tableau-A II- 6 Énergie de surface avec eau-éthylène glycol par la méthode de Owens/Wendt sur la surface 1

Surface 1	γ_s^p [mJ/m ²]	γ_s^d [mJ/m ²]	γ_s [mJ/m ²]
RE	0,4 ± 0,0	13,0 ± 0,1	13,4 ± 0,0
RE-AM	0,4 ± 0,0	12,9 ± 0,0	13,3 ± 0,0
RE-AM-AR	0,4 ± 0,0	12,8 ± 0,0	13,3 ± 0,0
RE-AM-CI	11,8 ± 0,0	6,2 ± 0,0	18,0 ± 0,0
RE-AM-AR-CI	0,4 ± 0,0	12,9 ± 0,0	13,3 ± 0,0
RE-AR	2,2 ± 0,2	11,1 ± 0,3	13,3 ± 0,1
RE-CI	1,8 ± 0,2	11,3 ± 0,3	13,1 ± 0,5
RE-AR-CI	2,2 ± 0,1	10,9 ± 0,2	13,1 ± 0,1

Pour ce qui est du résultat obtenu avec l'approche de la moyenne géométrique en combinant eau-éthylène glycol, la réduction de l'énergie totale est encore accentuée. Cependant, seule la surface du stratifié contenant RE-AM-CI est resté dans le même ordre de grandeur à savoir autour de 18 mJ/m².

Par ailleurs sur la surface 2, l'énergie totale de surface pour chaque type de stratifié dont les résultats sont dans le tableau-A II-7, est similaire pour les stratifiés avec AM par rapport à l'approche de moyenne harmonique. Les résultats sont obtenus avec la même combinaison de liquide eau-diiodométhane. À partir des résultats obtenus avec le modèle géométrique, il a été noté une grande énergie de surface pour les stratifiés sans AM. En outre, l'énergie de surface associée au stratifié RE-CI est celle la plus élevée.

Tableau-A II- 7 Énergie de surface avec eau-Diiodométhane par la méthode de Owens/Wendt sur la surface 2

Surface 2	γ_s^p [mJ/m ²]	γ_s^d [mJ/m ²]	γ_s [mJ/m ²]
RE	3,0 ± 0,8	26,2 ± 1,3	29,2 ± 0,8
RE-AM	16,7 ± 1,0	16,0 ± 0,6	32,7 ± 0,6
RE-AM-AR	0,6 ± 0,2	31,9 ± 1,0	32,5 ± 0,8
RE-AM-CI	3,7 ± 0,5	25,0 ± 2,0	28,7 ± 1,5
RE-AM-AR-CI	3,0 ± 0,8	26,2 ± 1,3	29,2 ± 0,8
RE-AR	3,0 ± 2,1	37,3 ± 4,1	40,3 ± 6,1
RE-CI	7,6 ± 2,0	41,1 ± 2,5	48,7 ± 4,4
RE-AR-CI	2,3 ± 1,7	34,9 ± 3,4	37,2 ± 5,1

Combinant les liquides eau-éthylène glycol à la surface 2, les résultats obtenus avec l'approche de la moyenne géométrique respectent tous les conditions imposées sur les variables inconnues avec les stratifiés avec AM. En outre dans le tableau-A II-8, l'énergie totale de surface lisse du stratifié contenant RE-AM-AR est celle plus élevée suivi de celui contenant RE-AM-AR-CI. En rappel, il a été impossible de déterminer l'énergie de surface de RE, RE-AM-AR, RE-AR et RE-AR-CI dans les mêmes conditions avec l'approche de la moyenne harmonique. La valeur maximale obtenue avec l'approche de la moyenne harmonique a été autour de 32 mJ/m² tandis qu'avec l'approche de la moyenne géométrique la valeur maximale est autour de 45 mJ/m².

Tableau-A II- 8 Énergie de surface avec eau-éthylène glycol par la méthode de Owens/Wendt sur la surface 2

Surface 2	γ_s^p [mJ/m ²]	γ_s^d [mJ/m ²]	γ_s [mJ/m ²]
RE	1,3 ± 0,5	37,3 ± 2,0	38,7 ± 2,4
RE-AM	0,1 ± 0,1	31,6 ± 1,2	31,7 ± 1,2
RE-AM-AR	2,8 ± 0,6	42,9 ± 1,4	45,8 ± 1,9
RE-AM-CI	3,7 ± 0,5	25,0 ± 2,0	28,7 ± 1,5
RE-AM-AR-CI	1,5 ± 0,2	38,9 ± 1,0	40,4 ± 1,2
RE-AR	-	34,2 ± 4,1	-
RE-CI	-	24,6 ± 1,8	-
RE-AR-CI	-	30,9 ± 4,5	-

2.3. Résultats avec la méthode de Fowkes à trois liquides

La méthode de Fowkes et celle de Owens/Wendt sont similaires et basées tous deux sur l'approche de la moyenne géométrique. Cependant, la méthode de Fowkes ont permis d'utiliser simultanément trois types de liquide à disposition. Ainsi les points (x, y) déterminés par les trois liquides ont été interpolés afin de déterminer la pente (**m**) de la droite formée et son ordonnée à l'origine (**b**). Les conditions imposées sur les inconnus (**m**, **b**) doivent être toujours positives afin d'évaluer indirectement γ_S^p et γ_S^d . Les résultats obtenus avec cette méthode de Fowkes sur la surface 1 sont regroupés dans le tableau-A II-9.

Tableau-A II- 9 Énergie de surface par la méthode de Fowkes
sur la surface 1

Surface 1	γ_S^p [mJ/m ²]	γ_S^d [mJ/m ²]	γ_S [mJ/m ²]
RE	10,7 ± 0,1	4,4 ± 0,0	15,1 ± 0,1
RE-AM	11,7 ± 0,1	3,9 ± 0,0	15,6 ± 0,0
RE-AM-AR	11,5 ± 0,0	4,0 ± 0,0	15,5 ± 0,0
RE-AM-CI	11,7 ± 0,0	3,9 ± 0,0	15,6 ± 0,0
RE-AM-AR-CI	11,3 ± 0,0	4,0 ± 0,0	15,3 ± 0,0
RE-AR	11,5 ± 0,2	5,3 ± 0,1	16,8 ± 0,2
RE-CI	11,1 ± 0,1	5,2 ± 0,1	16,3 ± 0,1
RE-AR-CI	11,6 ± 0,2	5,1 ± 0,1	16,8 ± 0,2

L'utilisation des trois liquides simultanément dans la détermination de l'énergie totale de surface à la surface 1, donne des valeurs qui varient entre de 15 mJ/m² et 17 mJ/m². Étant donné que l'approche de Fowkes à trois liquides est presque similaire que l'approche géométrique à deux liquides, vu les résultats obtenus sur la surface 1 du précédent modèle, ces valeurs minimes expliquent le caractère hydrophobe de la surface 1.

L'approche de Fowkes appliquée sur la surface 2 conduit à des énergies totales dont la contribution de la partie dispersive est majeure pour la plupart de type de surface. Il résulte que la surface contenante RE-AM-AR est celle dont l'énergie est maximale avec une augmentation de 19,6 % d'énergie par rapport à celle sans additif (RE). Les valeurs obtenues

à la surface 2 étant supérieures à celles de la surface 1 traduisent simplement le caractère moins hydrophobe de la surface 2 (lisse).

Tableau-A II- 10 Énergie de surface par la méthode de Fowkes
sur la surface 2

Surface 1	γ_s^p [mJ/m ²]	γ_s^d [mJ/m ²]	γ_s [mJ/m ²]
RE	3,3 ± 3,4	21,5 ± 5,4	24,7 ± 2,1
RE-AM	14,1 ± 4,7	12,2 ± 2,6	26,3 ± 2,2
RE-AM-AR	0,7 ± 0,4	29,0 ± 5,5	29,6 ± 5,4
RE-AM-CI	3,8 ± 1,0	20,8 ± 3,7	24,6 ± 3,0
RE-AM-AR-CI	3,2 ± 1,9	20,5 ± 3,6	23,7 ± 2,2
RE-AR	3,4 ± 4,1	21,0 ± 5,6	24,4 ± 3,3
RE-CI	3,5 ± 0,8	21,7 ± 2,7	25,2 ± 2,3
RE-AR-CI	5,1 ± 1,5	17,2 ± 2,0	22,2 ± 1,3

2.4. Interprétations et discussions des résultats

Pour ce qui est de l'évaluation de l'énergie de surface pour les surfaces 1 et 2 des différents stratifiés, trois modèles ont été utilisés. Le modèle sur la moyenne harmonique proposé par Wu (1971) présente tous les résultats et ont montré que la polarité des surfaces 1 augmente légèrement avec l'ajout des additifs sans AM. Par conséquent, l'énergie de surface augmente aussi avec la paire eau-diiodométhane. Les valeurs obtenues avec les additifs sans AM, sont similaires avec celles obtenues avec RE. Par contre, la paire eau-éthylène glycol donne des valeurs critiques pour ce qui est de l'énergie polaire de surface pour les stratifiés RE, RE-AM, RE-AM-AR, RE-AM-CI. On note également que la valeur obtenue avec eau-éthylène glycol pour RE-AM-AR-CI est proche à celle trouvée avec la paire eau-diiodométhane. La combinaison eau-éthylène glycol fournit des réduites pour les stratifiés sans AM sur la surface 1. Par ailleurs, sur la surface lisse ou 2 avec la paire eau-diiodométhane, les résultats sont complètement différents par rapport aux ceux obtenus sur la surface 1. L'énergie de surface est plus élevée avec une polarité des surfaces qui varient beaucoup contrairement à la surface 1. Par conséquent, la surface 2 est plus réactif que la surface 1 d'où la difficulté de

faire les mesures sur la surface 2. La paire eau-éthylène glycol parvient juste à obtenir les résultats pour 4 surfaces à savoir RE-AM, RE-AM-CI, RE-AM-AR-CI et RE-CI. À partir des 4 résultats obtenus, la variation de la polarité sur la surface 2 est confirmée.

Les résultats obtenus par le modèle sur la moyenne géométrique proposé par Owens et Wendt (1969) ou Fowkes (1963) à deux liquides donnent des valeurs légèrement différentes de celles proposées par Wu (1971) basées sur la moyenne harmonique avec la paire eau-diiodométhane à la surface 1. En outre, la paire eau-éthylène glycol donnent des résultats complètement différents avec ceux du modèle basé sur la moyenne harmonique. En effet, pour 4 types de surfaces, l'énergie semble être presque de type dispersif et des valeurs critiques pour des surfaces sans AM. Il est à rappeler que le modèle basé sur la moyenne harmonique a donné aussi des valeurs critiques sur 2 types de surface avec AM et avec la même paire de liquide. Cependant, sur la surface 2, les valeurs sont dans le même ordre de grandeur que ceux du modèle de Wu à l'exception des surfaces sans AM. On note également une variation des valeurs de l'énergie de surface de la partie polaire. La combinaison des différents liquides utilisés pour l'évaluation de l'énergie de surface est un facteur influent sur les valeurs obtenues.

La combinaison des trois liquides tests à savoir eau-diiodométhane-éthylène glycol, appliquée avec l'approche de Fowkes sur la surface 1, a donné des valeurs réduites de l'énergie de surface de la partie dispersive entraînant ainsi une réduction de l'énergie totale de surface pour chaque type de surface. En surface 2 par contre, l'énergie de surface de la partie polaire diminue tandis que la partie dispersive augmente. Étant donné que les valeurs obtenues avec l'approche de Fowkes sont inférieures à celles obtenues avec le modèle de Owens/Wendt et avec la paire eau-diiodométhane, l'utilisation de l'éthylène glycol comme troisième liquide test réduit les valeurs de l'énergie de surface.

Les résultats obtenus sur la surface 2 à partir soit du modèle de la moyenne harmonique, soit du modèle de la moyenne géométrique, montrent que les stratifiés RE-AM et RE-AM-AR ont des énergies de surface supérieures aux autres types de surfaces avec AM. Par

conséquent ce sont les surfaces qui sont moins résistant à l'infiltration des liquides. En plus il a été observé que la paire de liquide eau-diiodométhane fournit des valeurs moins différentes de l'énergie totale de surface par rapport à la paire eau-éthylène glycol quel qu'en soit le modèle harmonique que géométrique avec AM. En effet, la paire eau-diiodométhane est indépendante aux modèles choisis (Shimizu & Demarquette, 2000). Cependant, les surfaces sans AM ont fourni des valeurs différentes selon le modèle choisi. Par conséquent, les additifs dans les différents stratifiés influencent la valeur de l'énergie de surface.

En ce qui concerne l'énergie des surfaces 1 et 2, les surfaces lisses associées à RE-AM et RE-AM-AR ont eu le plus souvent la valeur élevée. En général, la surface rugueuse tenant compte du facteur de rugosité a des valeurs d'énergie de surface plus basses que la surface lisse. D'où l'aspect plus hydrophobe de ces surfaces par rapport aux surfaces lisses. Ceci démontre qu'après une exposition prolongée à l'humidité, la surface lisse est facile à infiltrer.

La valeur de l'énergie de surface sans l'association de la méthode utilisée est dépourvue de sens (CR, 1999). Par ailleurs, il est difficile de faire une comparaison entre les résultats de différentes méthodes lorsque la partie dispersive est nulle ou presque nulle. En effet, le modèle à moyenne géométrique (Owens/Wendt) n'est pas valable pour les système polaire-polaire (Wu, 1971).

ANNEXE III

ARTICLE I

Effect of additives on cutting temperature of glass fibers reinforced polymers

H. Kuate-Togue¹, J-F. Chatelain¹, C. Ouellet-Plamondon²

¹ Mechanical engineering department, École de technologie supérieure

² Construction engineering department, École de technologie supérieure

Montréal, Canada

jean-francois.chatelain@etsmtl.ca

claudiane.ouellet-plamondon@etsmtl.ca

Article publié dans « Actes du congrès international de la Société canadienne de génie
mécanique 2018 »

Mai 2018

Abstract

Composites are abrasive materials that generate heat during machining operations. This heat generates thermal damage locally and may severely alter the mechanical properties of the components if it exceeds the glass transition temperature of the matrix. This research studies the influence of additives, mixed to the epoxy matrix of Glass Fiber Reinforced Polymer (GFRP), on the cutting temperature. The results show that wax together with clay and a wetting agent, contribute to reduce the maximum cutting temperature, on a 300mm length of cut, a value up to 28% as compared to a plain epoxy matrix.

Machining; temperature; GFRP; composite; additives

1. INTRODUCTION

The advanced industries such as the automotive, aerospace and wind industries are constantly innovating to improve the performance in terms of the weight and mechanical performance of their products. Traditionally used materials are metals that provide good mechanical performances. Metallic materials not only have good mechanical properties but are also relatively easy to machine. On the other hand, metals have a fairly high density, which implies high energy consumption by vehicles and mobile structures built with these materials. In order to reduce energy consumption, industries have introduced composite materials into the design and manufacture of mechanical parts. However, although these materials are mechanically efficient with a density that leads to reduced energy consumption, these materials have an abrasiveness that influences the temperature during machining operations.

The composite materials generally consist of a thermoset or thermoplastic matrix, and fibers as reinforcement elements. The most used and widespread fibers are carbon and glass mainly because of their mechanical and thermal properties. The use of composite materials in the manufacturing of parts or structures often requires cutting operations, like drilling, trimming or milling, before the assembly process (Furet, 2005). However, these machining operations pose difficulties and quality issues because of their heterogeneity and anisotropic behavior as well as the abrasiveness of the fibers (J. Paulo Davim & Reis, 2005; El-Hofy et al., 2011).

The abrasiveness of the fibers alone is a cause of wear for the cutting tools. This wear is the source of a temperature increase which in turn provokes thermal damage on the cut surfaces and on the mechanical properties, specifically if the glass transition temperature (T_g) of the matrix is exceeded (Delahaigue et al., 2017; Lasseur, 2017; Li, Wang, & Chu, 2013). Previous studies showed that cutting temperature may reach values up to 450°C (Hamedanianpour & Chatelain, 2013; Mullier, 2015) during machining if tool wear is not properly controlled.

The tool wear do not only affect the temperature, but also the cutting forces. In fact, both phenomena are related, so that monitoring the forces may help to diagnose a worn tool (Delahaigue et al., 2017; Hamedanianpour & Chatelain, 2013; Teti, Jemielniak, O'Donnell, & Dornfeld, 2010).

This research proposes to introduce additives or chemical components within the matrix as a solution to improve the machining process. The research aims to find additives that would allow a better interaction in the matrix-fiber contact surface in order to maintain good or improved mechanical performances (Gurusideswar & Velmurugan, 2014; Quaresimin et al., 2012; Withers et al., 2015), while reducing the temperature of cut which lead to better quality and lesser tool wear. The introduction of additives as a solution to reduce the cutting temperature was initially explored by Lasseur (2017) study showing the performance of three additives. This paper will consider the study of five additives over a length of cut equal to 300 mm.

2. METHODOLOGY

A. Materials

The material with which the experiments were made consists of long glass fibers with modified epoxy resin as matrix. The characteristics of the fibers and the resin are summarized in Table I.

Table 1 Characteristics of the fibers and epoxy resin

Materials	Name	Company	Density [g/cm³]	Surface density [g/m²]	Resin viscosity [Pa.s]
Fibers	E-Glass	TEXONIC	1,239	440	-
Resin	Marine 820	ADTECH	1,106	-	1,2

Different laminate of 300 mm by 300 mm size were manufactured using the infusion method. A total of 16 unidirectional plies were stacked with a 45° angle in order to have a trimming direction with respect to the fiber orientation of -45°. This configuration is the worst one in terms of surface quality resulting from trimming operations. In fact, previous studies proved that such fiber orientation generates more delamination (uncut fibers and fiber pullout) and worst surface roughness than any other orientation with respect to the cutting direction (J. F. Chatelain et al., 2012; El-Hofy et al., 2011; Pecat et al., 2012; Rajasekaran et al., 2010; Ramulu, 1997). The thickness of all plaques manufactured with the various epoxy mixtures was controlled to be of 4.7 mm, to ensure no variability in the results due to the fiber content. Five mixtures of epoxy were considered in this study considering three different additives with the following concentrations:

- Unmodified resin (RE)
- Resin + 1 % wt wetting agent (WA)
- Resin + 1 % wt WA + 1.5 % wt clay (CL)
- Resin + 1 % wt WA + 2 % wt wax (WAX)
- Resin + 1 % wt WA + 1 % wt WAX + 1 % wt CL.

All mixtures were made according to the protocol proposed by Quaresimin et al. (2012), et Withers et al. (2015). The characteristics and tradenames of the additives are summarized in table II. Based on these studies, as well as on the supplier technical documentation, these additives should play the following roles:

- The wetting agent, which is an antistatic, should allow diffusion, homogenization and stabilization of the additives in the mixture with the resin.
- The clay particles, which are particles having storage stability and sag resistance should improve the mechanical properties of the composite.
- The wax particles which have a low transition temperature 288.15K (115°C) and low viscosity should therefore melt at the cutting surface during high temperature machining. It is expected to act as a lubricant to the cutting surface thus reducing the cutting temperature.

Table 2 Characteristics of the additives

Additives	Characteristics and Supplier
Wetting agent (WA)	BYK-W 972, BYK
Clay particles (CL)	$\varnothing_{\text{max}}=59 \mu\text{m}$ GARAMITE-1958, BYK
Wax particles (WAX)	$\varnothing_{\text{max}}=11\mu\text{m}$, CERAFLOUR 996, BYK

B. Cutting temperature acquisition

The temperature acquisition was done through two thermocouples welded symmetrically on diametrically opposed teeth of the cutting tool. The thermocouples are of type K having a diameter of 0.076 mm (0.003"). The welded tip and the stripped thermocouples were covered with OmegaBond-400 cement which has high thermal conductivity. Finally, the tip is covered with a J-B weld epoxy resin to reinforce the shear strength and prevent the weld from easily tearing during machining. In addition, it was determined experimentally that the distance between the cutting zone and the welded tip on the tool is 1.7 mm in order to avoid a detachment of the thermocouples due to the chip flow and temperature variation (Lasseur, 2017; Mullier, 2015). In addition, the closer are the thermocouples to the cutting zone, the more accurate will be the measurements (El-Hofy et al., 2011; Teti et al., 2010). The cutting tool type is a CVD (Chemical Vapor Deposition) diamond coated having a 9.5 mm diameter with following characteristics:

Table 3 Characteristics of the cutting tool

Machining Tool	Material	Tungsten Carbide
	Coating material	Diamond
	Coating process	Chemical Vapor Deposition (CVD)
	Diameter	9.5 mm (3/8")
	Number of teeth	6
	Helix angle	10°

The tool instrumented with thermocouples is mounted in a holder equipped with a wireless transmission system on which the red-AL (aluminum) and yellow-CR (chromium) pairs of wires are connected to transmit the signal during the cutting process (fig. 1). The cutting operations were performed using a 3-axis Huron K2X10 CNC machine having a maximum speed of 28 000 RPM and power of 40 kW. Not only the temperature data was recorded, but also the cutting forces through a Kistler 9255B dynamometric table, as shown in figure 2. The forces data will help to understand the first contact between the tool and the laminate.

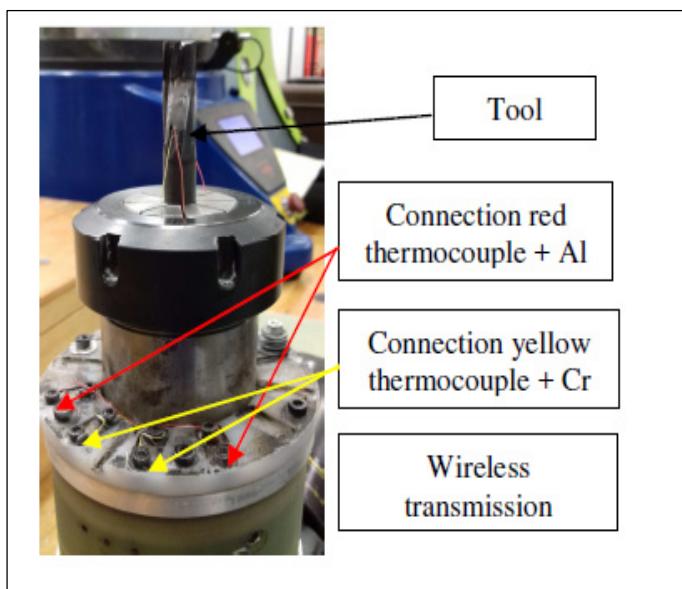


Figure 1 Tool mounting on the spindle

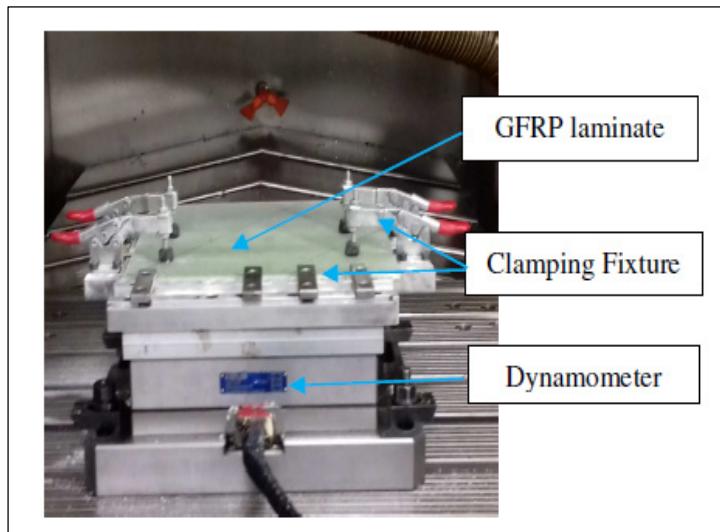


Figure 2 Experimental cutting configuration

With the objective of observing the influence of additives on the cutting temperature, the cutting parameters were fixed constant. The maximum allowed rotational speed of the wireless telemetry system used for temperature acquisition being 10 000 rpm, the cutting speed of the laminates was fixed to 300 m/min. Regarding the feed rate, based on previous experiments, it was fixed to 1140 mm/min (0.0190 mm/tooth). The cutting operation was carried out over a distance of 300 mm.

3. RESULTATS AND DISCUSSION

The cutting operations for the different laminates started at room temperature, which corresponds 20 °C. The figure 3 shows the temperature along a cutting distance of 300 mm for all types of laminate. It can be noted that the laminates containing the WA, the WA-WAX, and the WA-WAX-CL have a lower cutting temperature than the reference laminate containing only the epoxy resin (RE). In contrast, only the cutting temperature for the WA-CL laminate is higher than that of the reference laminate. Focusing on the laminates containing respectively WA-CL, WA, WA-WAX, one could validate how the wax plays a beneficial role of lubricating after a certain cutting temperature. The curves start almost from the same point and they are close to each other over a distance of 20 mm. Afterwards, we

observe that the WA-CL and WA-WAX-CL curves are visibly off the other three curves. From this result, one may conclude of a combinatory phenomenon between the clay and the wax which favors a reduction of the cutting temperature. However, more study is further required to confirm this hypothesis, since the standard deviation of the temperature differences remains large for some mixtures as shown in Figure 4.

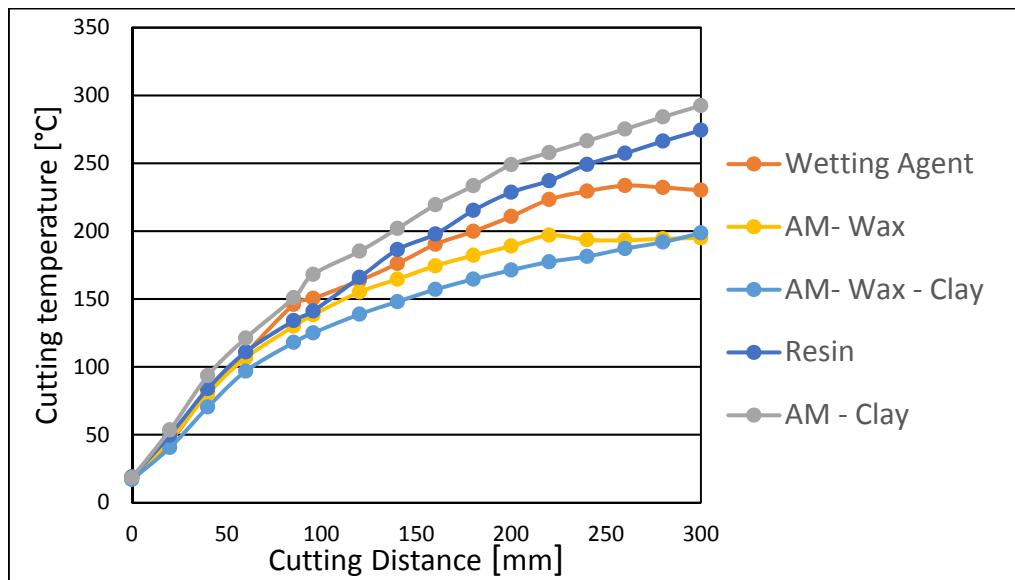


Figure 3 Cutting temperature over a distance of 300 mm.

Evaluating the average temperature differences (Figure 4) relative to the reference temperature which is that of the unmodified resin, it can be noted as expected that the average temperature difference is positive only for the laminate WA-CL. However, the values of the average temperature difference are significant over a cutting distance of 300 mm, unlike those obtained by Lasseur [5] over a reduced distance of 100 m. The negative values of the average temperature differences observed for the WA, WA-WAX, WA-WAX-CL laminates reflect a reduction in cutting temperature compared to the reference (Resin). Figure 4 also shows standard deviations of the temperature differences. It is observed, however, that the range of standard deviations obtained with the WA-WAX and WA-WAX-CL laminates does not intercept the reference axis as opposed to the gap obtained with the WA laminate. Hence, the wetting agent (WA), alone, would not be appropriate to reduce the

cutting temperature. The addition of the clay to the wetting agent would involve an increase in cutting temperature. The figure 5 shows the maximum temperature values achieved for each laminate. The graph reflects the analysis mentioned above. In addition, from this figure, we observe that the laminates containing WA-WAX and WA-WAX-CL are those that actually lead to a reduction of the cutting temperature by taking into account the standard deviations of the temperature differences. Thus, there is a decrease of respectively 28.7 % and 26.5 % in the cutting temperature.

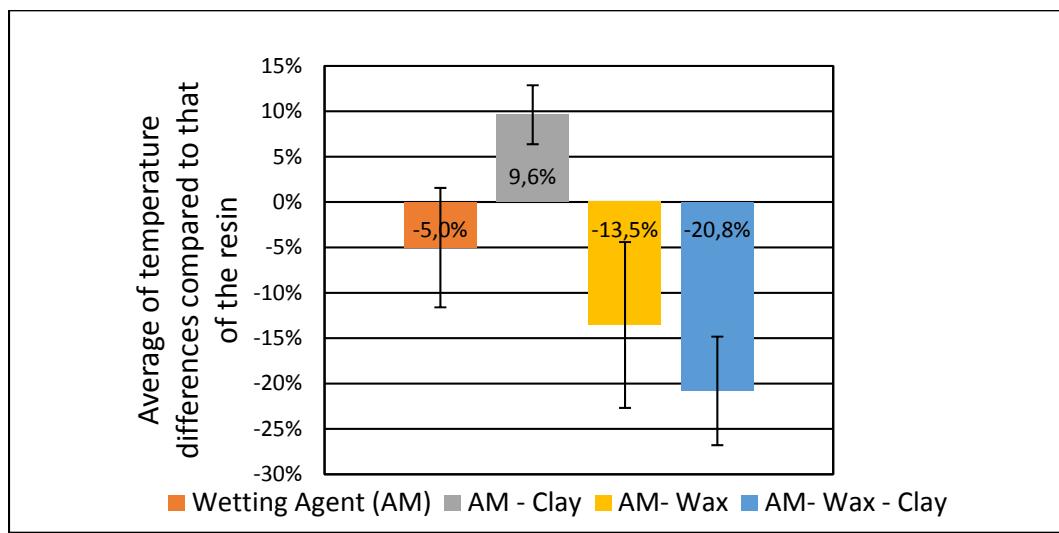


Figure 4 Average of temperature differences compared to that of the resin over a distance of 300 mm

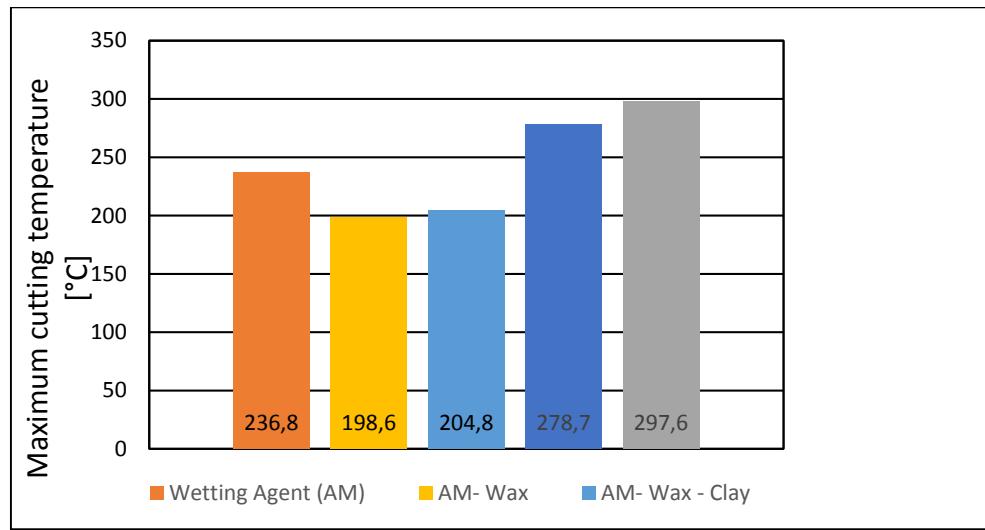


Figure 5 Maximum cutting temperature over a distance of 300 mm

4. CONCLUSION

The objective of this work was to study the influence of additives on the cutting temperature of GFRP laminates. It is apparent that the cutting temperature of the laminates made from WA-CL additives to the epoxy generates higher cutting temperature. Addition of wax to the epoxy clearly lowers the cutting temperature. The best mixture found was the WA-WAX-CL with a maximum temperature decrease up to 28 %. Further development will focus on the effect of these mixtures on the mechanical properties of the GFRP composite.

ANNEXE IV

ARTICLE II

Effect of additives on the machinability of glass fiber reinforced polymer

J-F. CHATELAIN¹, C.M. OUELLET-PLAMONDON², B. LASSEUR¹, H.KUATE-TOGUE¹

¹Mechanical Engineering Department, École de technologie supérieure de Montréal

² Construction Engineering Department, École de technologie supérieure de Montréal

1100 Notre Dame Street, West, H3C 1K3, Montreal, QC

Corresponding author : Jean-François Chatelain, professor

Email : jean-francois.chatelain@etsmtl.ca, Phone: 1-514-396-8512

Article publié dans « Materials Design and Application II » p. 295-312, 2019

Abstract

Glass fiber reinforced polymers (GFRP) are composite materials widely used in all fields of applications. Once cured to near net shape, GFRP parts often need several finishing operations such as trimming, milling or drilling in order to meet final dimensions and accommodate fastening hardware. The cutting temperature is crucial when dealing with such finishing operations for synthetic composite materials. Cutting temperatures higher than the glass transition temperature (T_g) of the resin matrix are highly undesirable: they cause degradation of the matrix around the cut edges, which can severely affect the mechanical performance of the entire component. This research aims to study the effect of adding different particles to the epoxy matrix of glass fiber reinforced polymers (GFRP) on the cutting temperature and surface finish for the trimming operation of this material. Five plaques were made, each with a different epoxy mixture: no additive, wetting agent (WA), WA and clay, WA and wax, WA and clay and wax. From the results, it can be concluded that

wax particles significantly decrease the cutting temperature for the trimming process. The maximum recorded temperature was found to be 30 % lower than for the reference plaque having no additive. Regarding the surface roughness, the wax particles also seem to have a positive effect, with the R_a value decreasing by a value of up to 32 % versus the reference material. The synergy between the clay and the wax particles added to epoxy is promising for improving GFRP machining.

Keywords: Glass fiber reinforced polymer (GFRP), trimming, cutting temperature, cutting force, surface finish, clay nanoparticles, wax particles, wetting agent.

1. Introduction

Composite materials are largely used for applications requiring a low weight-to-strength ratio, such as in the automotive, aerospace, wind energy domains, etc. Despite the fact that the materials are produced to near net shape, machining operations, like trimming, drilling or milling are required to satisfy final dimensions and specified tolerances. The machining of synthetic composites is different and more complicated than the machining of conventional metals and their alloys due to the abrasive nature and anisotropy of the latter. Defects such as delamination, fiber pull-out, uncut fibers, matrix cracking and burning may appear on machined surfaces (Sheikh-Ahmad et al., 2012; Teti, 2002). The occurrence and magnitude of these defects depend on many factors, with the cutting parameters and machining configuration affecting the quality of cut most directly (Haiyan et al., 2012; Sheikh-Ahmad et al., 2012). In the case of Carbon Fiber Reinforced Polymer (CFRP) machining, a high cutting speed coupled with a low feed rate generally constitutes the best combination to favor the surface roughness and integrity of the material (Bhatnagar, Ramakrishnan, Naik, & Komanduri, 1995; J Paulo Davim, 2010; Rajasekaran et al., 2010). Another factor significantly affecting the surface finish is the orientation of the fiber with respect to the cutting feed direction. Pecat et al. (2012) found that -45° and 90° fiber angles led to severe damage in the form of cracks, while their micrographs showed best trimmed surfaces for 0° and +45° orientations. (J. F. Chatelain et al., 2012) also obtained similar results for the

trimming of quasi-isotropic aerospace CFRP laminates. They demonstrated that a typical roughness profile “signature” was related to each ply orientation (0° , $+45^\circ$, 90° and -45°). The worst longitudinal roughness was found for the plies oriented at -45° . Other researches also confirmed this orientation to be the worst one with respect to the surface finish (El-Hoify et al., 2011; Ghafarizadeh et al., 2016; Hamedanianpour & Chatelain, 2013; Shahid, 2012). The cutting parameters also influence thermal damage and tool wear. The cutting temperature decreases with a feed rate decrease and a cutting speed increase. The same phenomenon is observed for tool wear (Sakamoto & Iwasa, 2012; Valavan, 2007; Yashiro, Ogawa, & Sasahara, 2013). This is due to the contact time of the teeth with the material, which is reduced while the chip size increases for these conditions (Valavan, 2007; Yashiro et al., 2013). Finally, it was found that the cutting temperature increases as the tool wear increases (Mullier, 2015; Sakamoto & Iwasa, 2012; Teti, 2002).

The type of fiber involved is also a source of temperature increase and tool wear. Synthetic fibers such as glass and carbon are so abrasive that machining such materials is known to be difficult. They cause rapid tool wear, which increases the cutting temperature (Hamedanianpour & Chatelain, 2013; T. Inoue et al., 2009; Sheikh-Ahmad et al., 2012; Teti, 2002). Establishing a contrast with metallic materials, Hamedanianpour et Chatelain (2013) demonstrated that a tool wear increase leads to a better surface finish (lower roughness average values) due to the softening/spreading of the epoxy matrix on the trimmed surfaces. In addition to being abrasive, composites also have low thermal conductivity, due to resin properties. The heat generated through the cutting mechanism is thus concentrated at the cutting zone, and does not properly propagate to the workpiece. The cutting temperature is problematic when it exceeds the glass transition temperature (T_g) of the resin. Over this critical temperature, the matrix degrades and leads to drops in mechanical performances of the material (Hawileh, Abu-Obeidah, Abdalla, & Al-Tamimi, 2015; Mullier, 2015).

The innovative approach we propose to address this problem consists in adding nanoparticle additives to the matrix in order to improve its temperature tenure during the cutting process. In conducting a literature survey, we did not find any study regarding this specific aspect. All

research works in fields examining additives within composite materials focus on the effect of these additives and their concentration on the resulting mechanical properties of the material. In particular, with respect to the clay nanoparticles as additives to the epoxy matrices of composites, the literature reveals two important trends: the mechanical performances may be improved (Chowdhury et al., 2006; Kong & Wang, 2009; Lin et al., 2006; Quaresimin et al., 2012; Rao, Mahajan, & Bhatnagar, 2007; Withers et al., 2015; Zhou et al., 2012), but the weight ratio of clay leading to the best performances is critical, and found to be between 1.5 wt.% and 2 wt.% (Gurusideswar & Velmurugan, 2014; Quaresimin et al., 2012; Withers et al., 2015; Zhou et al., 2012). Lin et al. (2006) studied the effect of Cloisite 15A clay microparticles on the flexural modulus and strength for 1 wt.%, 3 wt.% and 5 wt.% content of GFRP/epoxy. They found a significant increase of the modulus as the % content increases, but a very slight decrease of the flexural strength. Chowdhury et al. (2006) had similar results in their study regarding the modulus, but a dissimilarity regarding the flexural strength. Their clay type was different, as was as their fiber type. It consisted of a montmorillonite Nanomer I-28E nanoclay which was added to the epoxy of CFRP composite (1 wt.%, 2 wt.% and 3 wt.% concentrations). The flexural modulus of the material was increased by a value of 5.71 %, 14.29 % and 8.57 %, respectively for the 1 wt.%, 3 wt.% and 5 wt.% concentrations. The Flexural strength was also increased by a value of 15.68 %, 25.16 % and 17.97 % with respect to the same concentrations, versus the previous study. Zhou et al. (2012) found similar results. In their study, the clay type was a K-10 grade montmorillonite, while the material consisted of carbon fibers and epoxy. For a 2 wt.% concentration, the flexural strength and ultimate strength were respectively improved by a value of 13.5 % and 7.9 %, while no significant change resulted for the flexural modulus. Regarding the tensile strength and ultimate deformation, the authors found an increase of 11 % and 4.1 %, respectively, as compared to the epoxy without additive. Withers et al. (2015) found similar beneficial effects using Cloisite 30B clay added to the epoxy of a glass fiber composite material. For the 2 wt.% concentration tested, they found a 10.6 % increase of the tensile modulus, a 10.5 % increase of the ultimate deformation and an 11.7 % increase of the tensile strength. Finally, regarding the shear strength, Quaresimin et al. (2012) compared two different clay particles (RXG7000 and Cloisite 30B) added to a glass fiber epoxy composite

under 1 wt.%, 3 wt.% and 5 wt.% concentrations. The shear strength was slightly improved for the Cloisite 30B (3 wt.%) as compared to the epoxy without additive, but decreased slightly for the 1 wt.% content. Kong et Wang (2009) also tested two types of clay (nanoclay and montmorillonite) to verify their impact on the shear strength of glass fiber reinforced diallyl phthalate composite. The tested concentration of 2.5wt.% showed a respective increase of 7.64 % and 14.80 % in shear strength with the nanoclay and the montmorillonite additives as compared to the matrix without any additive. Regarding SEM images used to analyze the fracture zones of the composites modified using additives, it would appear that the resin adherence to the fibers was also improved using clay particles as additives (Quaresimin et al., 2012; Withers et al., 2015; Zhou et al., 2012).

The objective of this work is to compare the machinability, in terms of cutting forces and temperature, as well as surface finish, of five different glass fiber reinforced polymer (GFRP) materials, carried out using mixtures of additives to the epoxy matrix. The additives studied were organophilic phyllosilicate garamite 1958 (BYK) clay nanoparticles, Ceraflour #996 (BYK) micronized polytetrafluoroethylene (PTFE) modified polyethylene wax particles, and W-972 wetting agent (BYK), which is a high density copolymer specially developed to better disperse clay and wax particles, as well as stabilize and homogenize the system. The originality of this work is to consider both the effect of PTFE and clay particles on machinability. A total of five plaques were made through the resin infusion process, using the following epoxy mixtures: plain epoxy (no additive); 1wt.% wetting agent (WA); 1 wt.% WA and 1.5 wt.% clay; 1 wt.% WA and 2 wt.% wax; 1 wt.% WA, 1 wt.% clay and 1 wt.% wax.

2. Experimental Methodology

2.1 Materials

The material utilized in this study consists of a composite laminate made of epoxy resin reinforced with glass fibers. The characteristics of the components are presented in Table 1.

A total of 16 plies were stacked to form 4.7 mm thick plaques, using the vacuum infusion process. The fiber orientation with respect to the cutting direction was -45° , with this angle having been proven to represent the worst case surface finish, as mentioned above (Figure 1). This orientation is therefore considered to be the best to use to compare the effects of the additives on the machining quality of GFRP.

Table 1 Characteristics of the materials

Material	Name	Company	Density	Surface density	Resin viscosity
Fiber	E-glass	TEXONIC	1.239 g/cm ³	200 g/m ²	-
Resin	Marine 820	ADTECH	1.106 g/cm ³	-	1.2 Pa.s

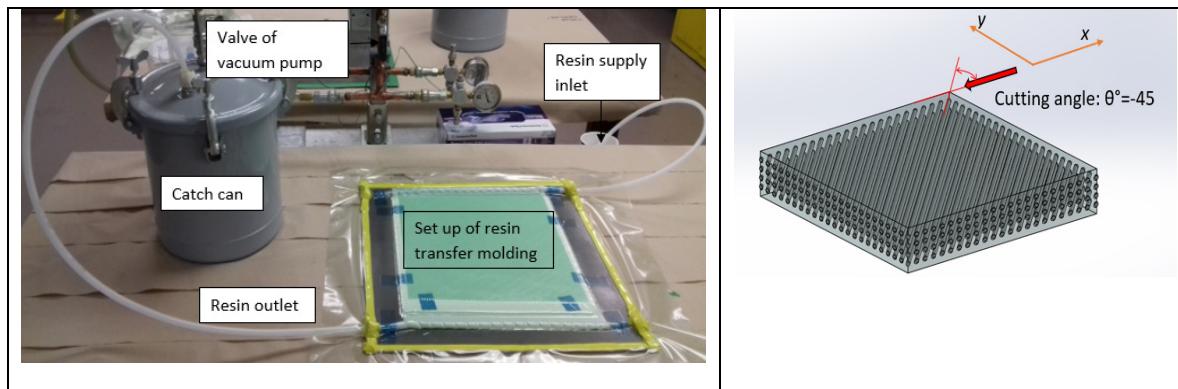


Figure 1 Vacuum infusion process and fibers' orientation

Additives:

The literature review clearly demonstrates that the addition of nanoclay particles to composite matrices has a significant effect on the resulting mechanical properties. However, no study was found covering the effect of such additives on the machinability of composites. Also, we did not find any study examining the effect of wax nanoparticles or of the wetting agent on the machinability of composites. In the present study, the additives listed in Table 2 were tested to understand their effect on cutting forces, cutting temperature and surface quality.

Table 2 Characteristics of the additives

Additives	Characteristics and supplier
Wetting agent (WA)	BYK-W 972, BYK
Clay particles (C)	$\text{Ø}_{\text{max}}=58 \mu\text{m}$ Garamite-1958, BYK
Wax particles (W)	$\text{Ø}_{\text{max}}=11 \mu\text{m}$, Ceraflour 996, BYK

According to the literature and the technical documentation from the suppliers, the proposed additives should provide the following effects/benefits:

- The wetting agent (WA), which is an antistatic, should better disperse, homogenize and stabilize the additive particles in the mixture with the epoxy resin. In the case of one mixture studied, where no additive particles are added to the epoxy, the WA is supposed to enable a better cohesion of the glass fibers with the matrix. The WA is a block copolymer with high molecular weight.
- The clay particles have a storage stability and sag resistance. As gathered from the literature review, adding these particles to the matrix of composite materials mostly improves the mechanical performances of the latter. It should be recalled though that no research was found which looked at the effect of this additive on the machining process and the resulting quality of cut. A laser diffraction volume distribution analysis performed on this material indicates a size lower than 28 μm for 50% of content (D50) and 58 μm for 90% of content (D90).
- Wax particles, which have a low transition temperature 288.15K (115°C) and a low viscosity, should melt at the cutting surface during high temperature machining. They are expected to act as a lubricant during trimming, thus reducing the cutting temperature. The laser diffraction volume distribution analysis performed on this material indicates a size lower than 6 μm for 50 % of content (D50) and 11 μm for 90 % of content (D90).

Epoxy mixtures tested in the machining experiments

Five plaques were manufactured, each having a different type of epoxy mixture as matrix. Table 3 summarizes the components and concentrations of the five mixtures: epoxy E, epoxy/wetting agent E/WA, epoxy/wetting-agent/clay E/WA/C, epoxy/wetting-agent/wax E/WA/W and epoxy/wetting-agent/clay/wax E/WA/C/W.

Table 3 Type of mixtures for the experiments

Additive/Name	E	E/WA	E/WA/C	E/WA/W	E/WA/C/W
Epoxy	100 wt.%	99 wt.%	97.5 wt.%	97 wt.%	97 wt.%
Wax	0 wt.%	0 wt.%	0 wt.%	2 wt.%	1 wt.%
Wetting agent	0 wt.%	1 wt.%	1 wt.%	1 wt.%	1 wt.%
Nanoclay	0 wt.%	0 wt.%	1.5 wt.%	0 wt.%	1 wt.%

The protocol utilized to prepare the mixtures referenced the studies by Quaresimin et al. (2012), Zhou et al. (2012) and by (Withers et al., 2015). First, it consisted in adding the additives with the epoxy in a Silverson L5M-A (Figure 2) mixer to mix the components for one hour, at a rotational speed of 3500 RPM. During the operation, the recipient with mixture was placed in a bath of cold water and ice cubes to reduce the heating temperature of the solution due to its high viscosity. Particularly in the case of clay particles, previous works recommend proceeding with a sonication operation to ensure that all particles are adequately exfoliated into nanoparticles (Kuate Togue, Chatelain, & Ouellet-Plamondon, 2018). The process was 30 minutes long using a Qsonica Q700 instrument (Figure 2), and after it was complete, the mixture was placed under a vacuum autoclave at room temperature to eliminate all residual bubbles produced during the previous operations. Figure 3 shows the difference in transparency of the E/WA/C mixture before and after the sonicating process. Finally, the hardener was added to the mixture and degassed to prepare it for vacuum infusion.



Figure 2 Mixing (left) and sonicating operations (right)



Figure 3 E/WA/C mixture before (left) and after (right) the sonicating process

It is interesting to note the effect of the clay and wax concentrations on the mixture viscosity. In the case of the E/WA/C/W plaque, many experiments were performed to obtain a mixture concentration that allowed a proper infusion process. For example, it was difficult to mix 1.5 wt.% of clay and 2 wt.% of wax without seeing a damaging effect due to high viscosity. In these contexts, the heat due to the mixing and sonicating processes was too high to successfully complete the infusion process before the epoxy hardening. We found that respective rates of 1 wt.% of wax and 1 wt.% of clay were appropriate concentrations to adequately manufacture these plaques (Table 3).

2.2 Machining setup

In this study, a 9.50 mm diameter CVD diamond-coated carbide tool was used to trim the GFRP plaques in test coupons 330 mm in length and 13 mm in width (Figure 4). The specifications of the cutting tool are detailed in Table 4. The plaques were clamped on a 3-axis Kistler 9255B dynamometer table to record the cutting forces during the trimming process (Figure 4). As shown in Figure 5, the machining mode was up-milling using dry condition. After each pass of the tool, the plate was turned to ensure a symmetrical temperature profile for each side of the specimen. The tool was installed in a holder equipped with a telemetry transmitter device Type M-320, manufactured by Michigan Scientific Corporation (Figure 6), whose role is to transmit the cutting tool temperature during rotation. It was designed to send the signals to a receiver unit and data acquisition system without contact with the spindle under a maximum rotational speed of 10,000 RPM. This spindle speed enabled us to perform our experiments at a 300 m/min cutting speed, according to the cutting tool diameter selected. Following Hamedanianpour's study [9], the feed rate was set to 1140 mm/min (0.0190 mm/tooth) to minimize the cutting forces. To measure the cutting temperature using the telemetry transmitter device M-320, two thermocouples located 180 degrees apart were fixed at the cutting edge of the tool close to the cutting area. The hot junctions of the K-type thermocouples were bonded to the cutting edges with OMEGABOND ® 400 # OB-400 cement, which is an excellent thermal conductor. To maintain the hot junctions in place during machining, the cement was covered with epoxy resin. (Mullier, 2015) demonstrated that a distance of 1.7 mm from the cutting zone was sufficient to avoid removal of the thermocouple due to the combined effect of chip flow and temperature variation (Figure 6). The machining center utilized was a Huron K2X10 equipped with a vacuum system for dust collection.



Figure 4 Machining setup

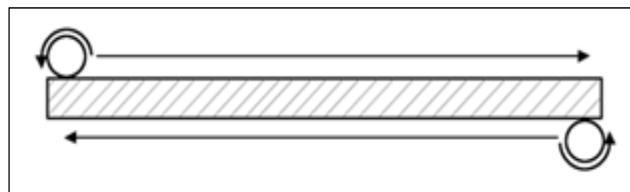


Figure 5 Trimming of test coupons

Table 4 Cutting tool specifications

Material	Tungsten Carbide
Coating	Diamond
Coating process	Chemical Vapor Deposition (CVD)
Diameter	9.50 mm (3/8")
Helix angle	10°
Number of flutes	6
Rake angle	8°
Relief angle	10°
Cutting edge radius	15 µm

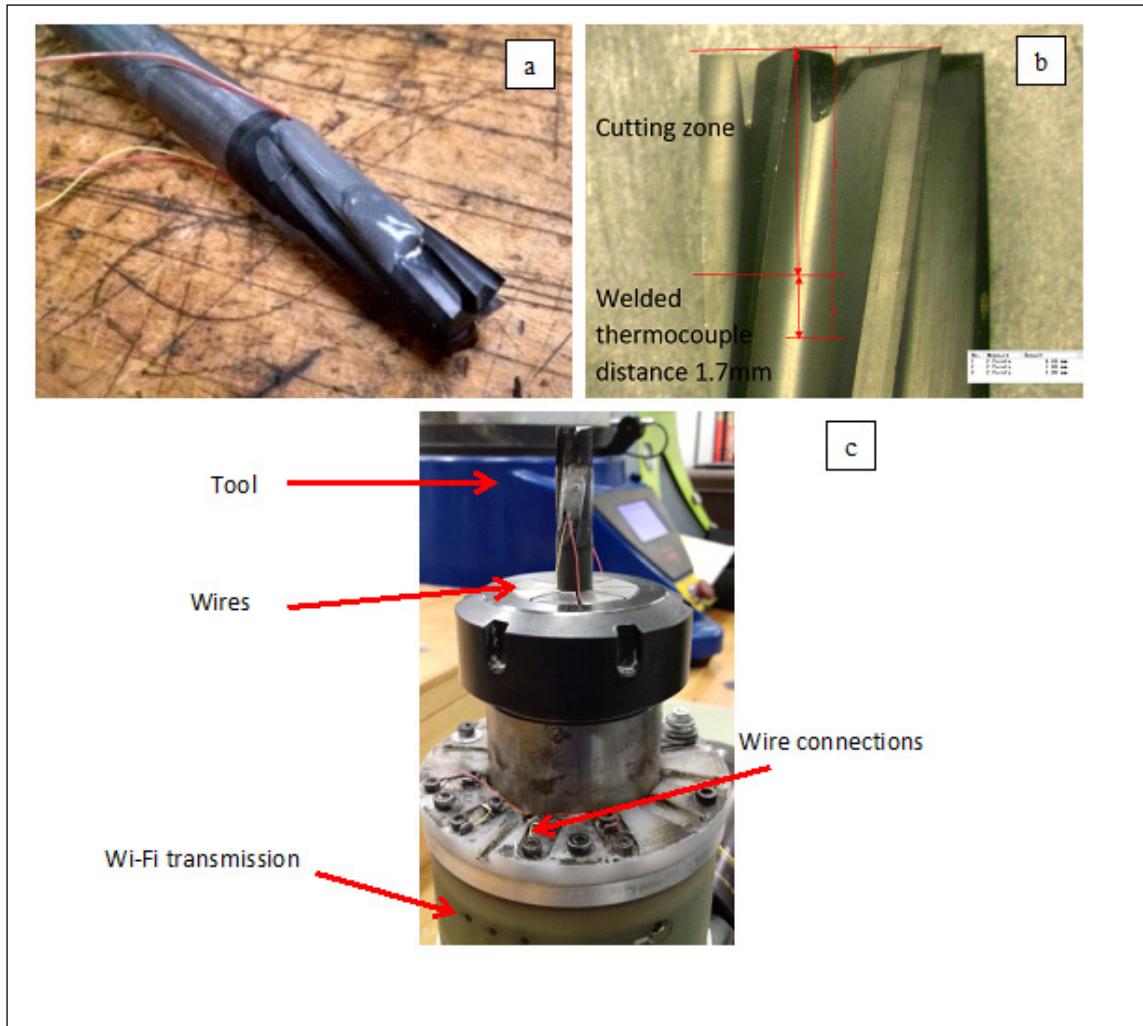


Figure 6 Cutting tool with thermocouples (a), cutting zone (b),
and Wi-fi transmission of signals (c)

2.3 Surface analysis and roughness measurement system

The roughness measurement is intended to show how the additive in the epoxy influences the surface finish of the trimmed coupons. These measurements were carried out using a Surftest SJ-400 profilometer (Mitutoyo) equipped with a $2 \mu\text{m}$ radius diamond tip with a 90° angle (Figure 7). The surface profile was analyzed using the SURFPAK-SJ acquisition software. For each test coupon, 10 measurements were performed at the same locations for each specimen. The measured zones were spaced 40 mm apart from each other and the tool

entrance and exit zones were avoided since they correspond to unstable machining conditions. In accordance with the ISO 3274 standard, the cut-off and measurement length were set from a preliminary measurement test. The measurement parameters are specified in Table 5.

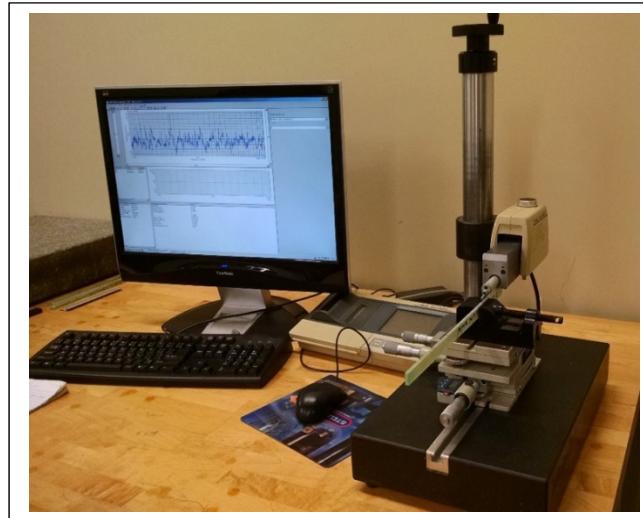


Figure 7 Surface roughness measurement setup

Table 5 Surface roughness measurement parameters

Pre-Travel	0.2 mm
Post-Travel	0.2 mm
Evaluation length (Lm)	12.5 mm
Sampling Length (Le)	0.8 mm
Cut-off Length (Lc)	0.8 mm
Number of Samples	10
Number of Sampling Points	12 000
Parameter	R _a (μm)

3 Results

3.2 Influence of the additives on the cutting forces

In their study, (Rao et al., 2007) explain that high frequency variations of the cutting forces during composite material machining are the result of repeated fractures of the fibers and matrix of the material. In that context, they analyzed their cutting force components in terms of the average of the maximal values recorded during machining. In this paper, we present our results using that approach. The force components of interest in our study are the feed forces, which are the ones in the direction of the cutting tool trajectory, and the thrust forces, which are situated along the axial direction of the cutting tool. These components were recorded midway along the 300 mm trajectory, over a 20 mm distance. The force components were thus averaged over a 140-160 mm feed distance, which represents a corresponding interval of cutting time $t=11.74$ sec to $t=12.79$ sec.

Feed force analysis

As shown in Figure 8, the lowest feed forces are found for the reference plaque E, which contains no additive, while the highest forces are found for the plaque with the wetting agent and clay additives E/WA/C (63 % higher than the reference plaque E). There is also an increase in feed forces for the E/WA plaque as compared to the reference E (51 % increase). It appears that for all mixtures, except for the E, the wax nanoparticles contribute to lowering the feed force components. Still, these components are higher than for the reference E, which is surprising, particularly for the E/WA/W plaque, where the wax acted as a lubricant during the cutting mechanism, but the wetting agent added the cutting resistance.

Thrust force analysis

According to Figure 9, the thrust forces are respectively 19 %, 11% and 31 % lower than the reference “E” for the E/WA, E/WA/W and E/WA/C/W plaques. The highest thrust force is found for the E/WA/C with a value 25 % higher than for the E reference plaque and X %

lower for the E/WA/C/W. Considering the standard deviations, the results are significant. However, for all other results, the thrust force components are less significant.

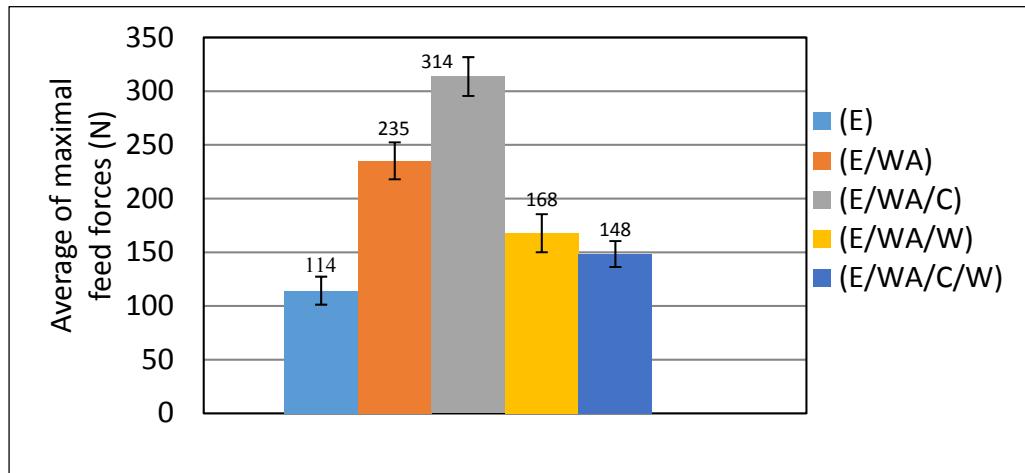


Figure 8 Feed force average for each plaque

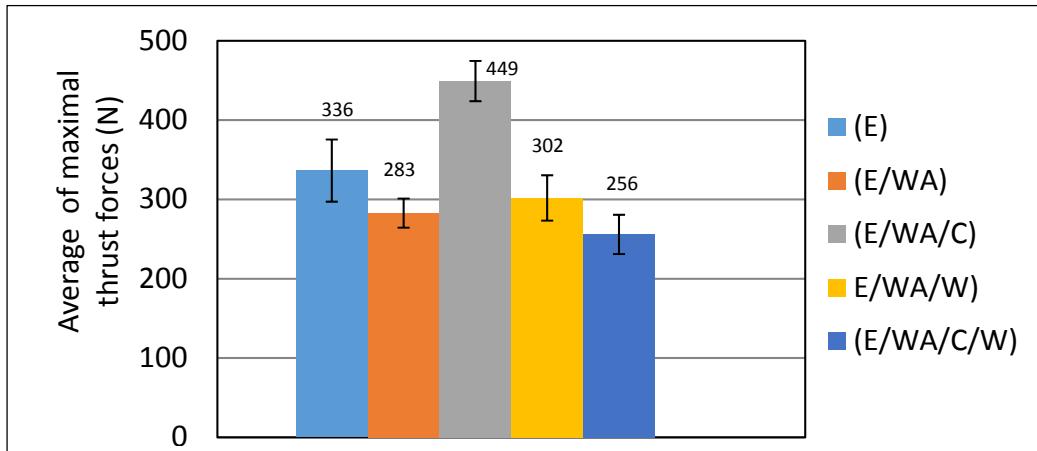


Figure 9 Thrust force average for each plaque

3.3 Influence of the additives on the cutting temperature

Figure 10 presents the average difference in the cutting temperature reached over the 300 mm trimming distance of a modified plaque as compared to the reference plaque E. The difference is calculated for all 15 points plotted on the curves of Figure 11 (cutting

temperature vs. cutting distance). The average of the temperature differences for the E/WA/C/W plaque reaches a value of -20.8 %, representing a significant decrease in cutting temperature, as compared to the reference plaque E. This result shows the synergy between the clay and wax particles. Similarly, the E/WA/W plaque reaches a value of -13.5 %, which is still a significant temperature decrease, considering the standard deviation. The cutting temperature of the E/WA/C is the highest, being 9.6 % higher as compared to the reference plaque.

Although the E/WA/C/W plaque performs better than the E/WA/W plaque over a 300 mm cutting distance (-20.8% Vs -13.5%), the former mixture performs better in terms of maximum temperature reached, which is just below 200°C (Figure 10). This is observed in Figure 11, which presents the evolution of the cutting temperature over a 300 mm distance for all epoxy mixtures. Effectively, both curves cross at a 280 mm cutting distance, where the E/WA/W curve stabilizes (plateaus), while the E/WA/C/W curve still shows an increase in temperature as a function of the cutting distance.

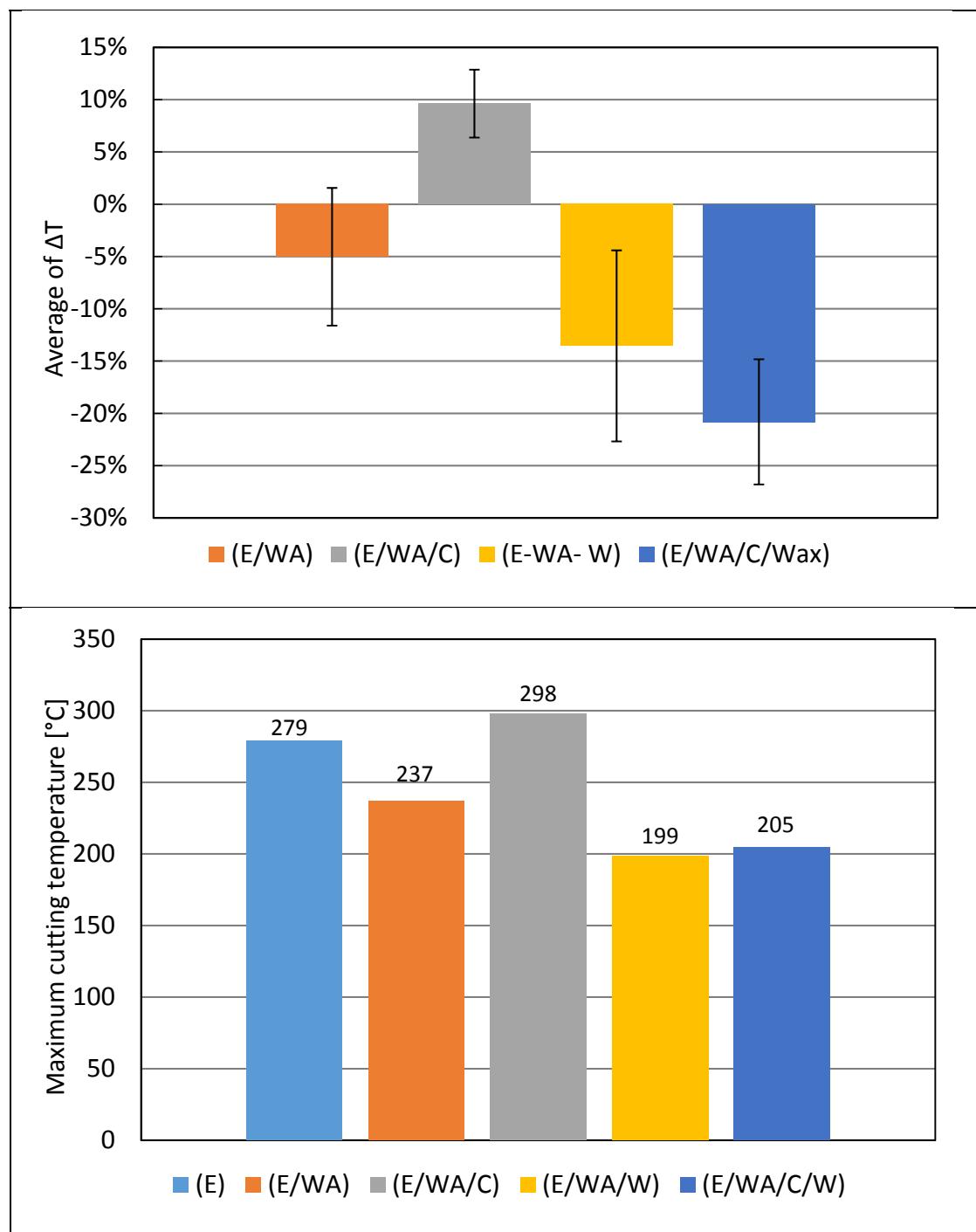


Figure 10 Maximum cutting temperature (right) and average of temperature differences vs. reference (left)

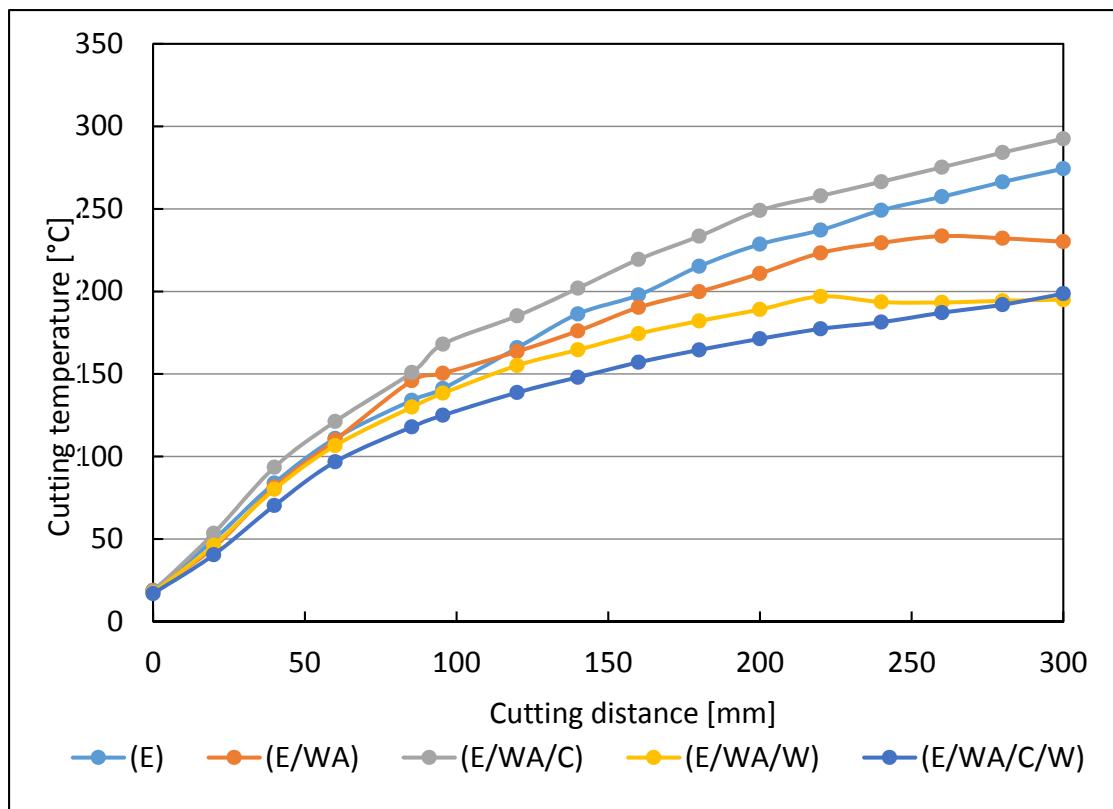


Figure 11 Machining temperature of GFRP with additives

3.4 Influence of the additives on the surface roughness

The results show a significant effect of the additives on the surface roughness average measured on the test coupons. As illustrated in Figure 12, without a combination with the other additives, the wetting agent has a harmful effect on the resulting surface roughness. It increases the roughness value by up to 53 % as compared to the reference epoxy E. For all other mixtures for which wax are added to an E/WA mixture, the surface roughness is improved. Regarding the addition of clay to the E/WA/C mixture, a slight improvement is observed; however, when wax particles are added, a significant reduction in the surface roughness is observed. In fact, for the wax and wetting agent mixture, E/WA/W, the surface roughness was reduced by a value of 31.9 % as compared to the reference epoxy E and by a value of 28.9 % for the combination of wax, clay and wetting agent E/WA/C/W.

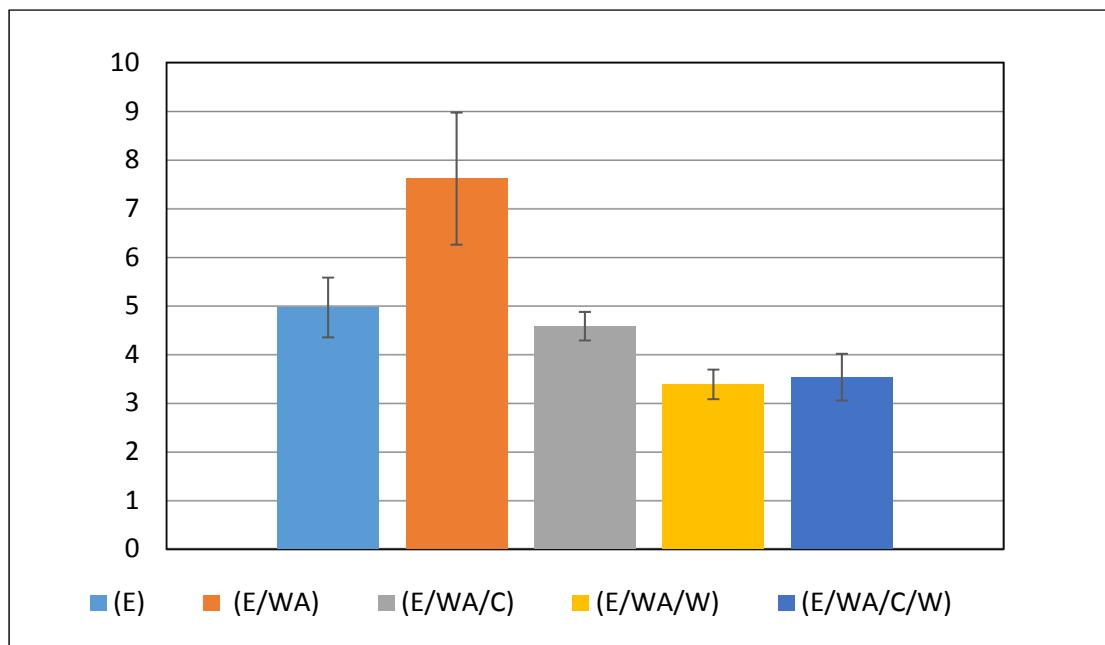


Figure 12 Machining temperature of GFRP with additives

Scanning Electron Microscopy (SEM) images confirm the effect of the additives on the surface finish of the trimmed coupons. As shown in Figure 13, for the reference epoxy, the tooth passages on the surface can be seen. As well, some uncut fibers and holes representing pull-out fibers (tiny holes) can be seen. The same types of default are perceptible in the case of the E/WA/C trimmed surface. However, the latter surface looks cleaner and less rough than the former. This explains the slight decrease in surface roughness for this mixture.

With respect to the coupons manufactured using the wetting agent alone without any particle added, the trimmed coupon is significantly less smooth and rougher than all the other surfaces shown in Figure 13. Some uncut fibers are visible and seem bonded and rest down on the surface after the cutting tool passage.

The best results are shown on the micrography related to the addition of wax in the epoxy matrix. Both E/WA/W and E/WA/C/W trimmed coupons look similar. Adding wax into the mixture results in a much cleaner cut surface. No tooth passage is perceptible and very few

defects are observed, as compared to the other test coupons. This is in agreement with the surface roughness Ra improvement.

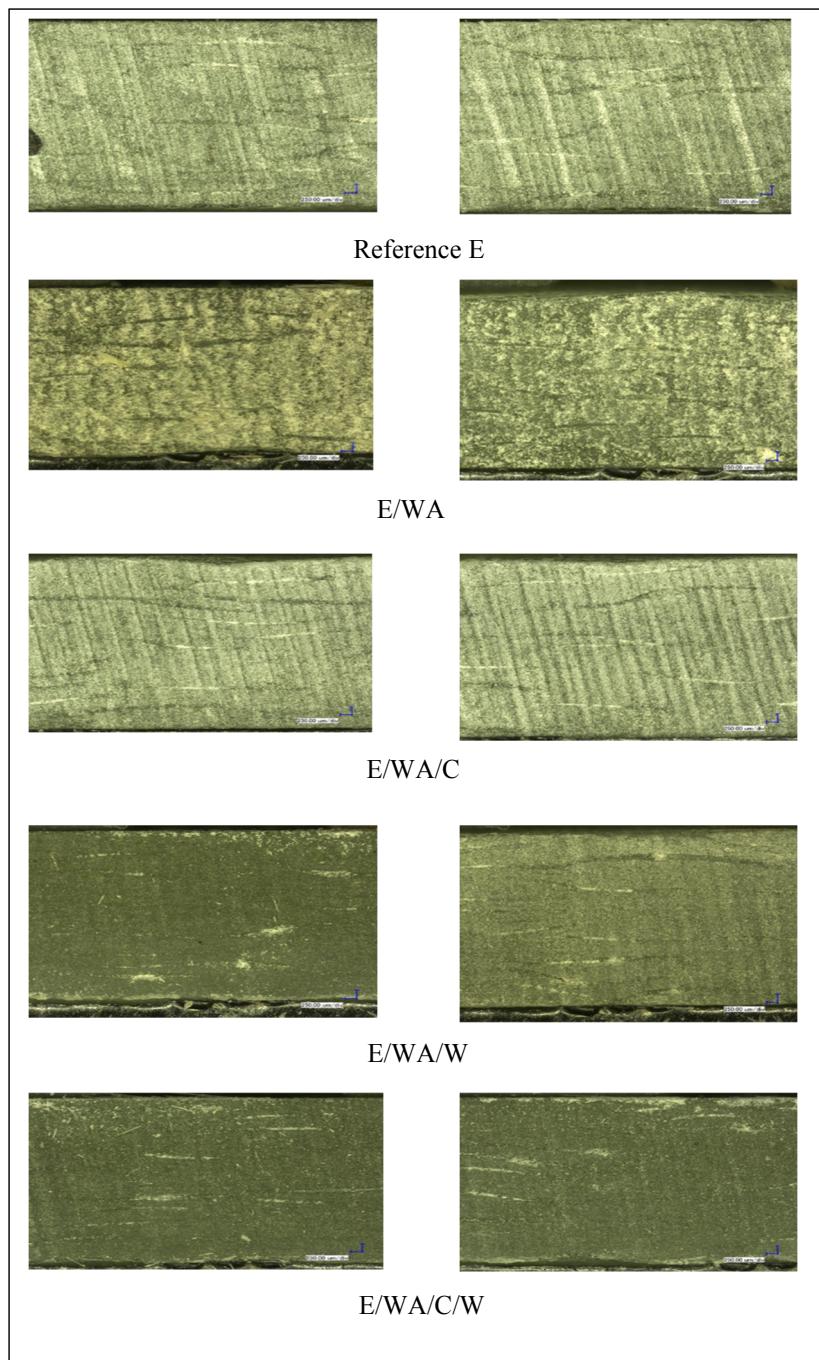


Figure 13 SEM images of trimmed coupons
(Magnification: 250 μ m/div.)

4 Conclusion

The main objective of this study was to determine the effect of additives within the epoxy matrix of Glass Fiber Reinforced Polymer on its machinability. A total of five different types of epoxy mixtures were produced following a rigorous protocol for manufacturing GFRP plaques, which were then trimmed to analyze the cutting forces and temperatures during machining. The resulting surface finish of the trimmed coupons was also measured to evaluate the effect of the additives. Regarding the wetting agent, the expected benefits were not observed when it was used alone, but rather, only in the presence of wax. This product was supposed to stabilize and improve the fiber/resin bonding in the presence of additives.

The hypothesis that wax particles could lower the cutting temperatures due to their intrinsic lubricating effect is validated. Both epoxy mixtures with wax particles that were examined resulted in a significant cutting temperature decrease as compared to all others. In fact, the maximum recorded temperature during the cutting process of the E/W was 80 °C lower than for the E reference plaque. This represents almost a 30% drop in the cutting temperature. The wax particles significantly improved the surface finish of the trimmed coupons. Both the SEM images and the R_a values demonstrated fewer defects and better surface roughness. The surface roughness, cutting forces and cutting temperature were similar for the E/WA/C/W and the E/WA/W plaques. This may suggest that the clay effect is likely annihilated due to the presence of the wax particles. In other words, the effect of the wax particles seems to predominate over the clay particle effect. One reason for this could be that the wetting agent is not the right one for this type of clay, and as a result, more investigation is needed to find the right wetting agent or to remove the wetting agent used. The surface finish and defects shown with SEM are very similar to those with the reference E.

Finally, although both E/WA/C/W and E/WA/W plaques showed similar results, the cutting temperature during most of the 300 mm trajectory remained lower for the former. This is interesting and raises the hypothesis that there may be a possible beneficial interacting effect

when using both additives within the epoxy matrix of the GFRP composite. More experiments are needed without the wetting agent used.

Acknowledgement

This research was supported by the National Research Council of Canada. We thank our colleagues, Claude-Daniel Legault, Éric Marcoux and Nabil Mazeghrane, who provided technical assistance that greatly assisted us in this research.

Corresponding author

Jean-François Chatelain, full professor

Mechanical engineering department

École de technologie supérieure

Email : jean-francois.chatelain@etsmtl.ca

Phone: 1-514-396-8512

BIBLIOGRAPHIE

- Babu, G. D., Babu, K. S., & Gowd, B. U. M. (2013). Effect of machining parameters on milled natural fiber-reinforced plastic composites. *J. Adv. Mech. Eng.*, 1, 1-12.
- Bailey, S. W. (1980). Structures of Layer Silicates. Dans G. W. Brindley & G. Brown (Éds.), *Crystal Structures of Clay Minerals and their X-Ray Identification* (Vol. 5, pp. 0). Mineralogical Society of Great Britain and Ireland. doi: 10.1180/mono-5.1. Repéré à <https://dx.doi.org/10.1180/mono-5.1>
- Bell, M. S., Shahraz, A., Fichthorn, K. A., & Borhan, A. (2015). Effects of Hierarchical Surface Roughness on Droplet Contact Angle. *Langmuir*, 31(24), 6752-6762. doi: 10.1021/acs.langmuir.5b01051. Repéré à <https://doi.org/10.1021/acs.langmuir.5b01051>
- Bérubé, S. (2012). *Usinage en détourage de laminés composites carbone/époxy* (École de technologie supérieure).
- Bhatnagar, N., Ramakrishnan, N., Naik, N. K., & Komanduri, R. (1995). On the machining of fiber reinforced plastic (FRP) composite laminates. *International Journal of Machine Tools and Manufacture*, 35(5), 701-716. doi: [http://dx.doi.org/10.1016/0890-6955\(95\)93039-9](http://dx.doi.org/10.1016/0890-6955(95)93039-9). Repéré à <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/0890695595930399>
- Caillaud, A. B. (2011). *Modélisation et optimisation des opérations de parachèvement de pièces en matériaux composites* (Doctorat, ÉCOLE DOCTORALE SCIENCES POUR L'INGENIEUR GEOSCIENCES ARCHITECTURE (SPIGA)).
- Chatelain, J.-F., Ouellet-Plamondon, C. M., Lasseur, B., & Kuate-Togue, H. (2019). Effect of Additives on the Machinability of Glass Fiber Reinforced Polymer. Dans L. F. M. d. Silva (Éd.), *Materials Design and Applications II* (pp. 295-312). Cham: Springer International Publishing. doi: 10.1007/978-3-030-02257-0_22. Repéré à https://doi.org/10.1007/978-3-030-02257-0_22
- Chatelain, J. F., Zaghbani, I., & Monier, J. (2012). Effect of Ply Orientation on Roughness for the Trimming Process of CFRP Laminates. *International Journal of Mechanical, Aerospace, Industrial, Mechatronic and Manufacturing Engineering*, 6, 1515-1522. Repéré à <http://waset.org/publications/1115>
- Chen, K. H., & Yang, S. M. (2002). Synthesis of epoxy–montmorillonite nanocomposite. *Journal of Applied Polymer Science*, 86(2), 414-421. doi: 10.1002/app.10986. Repéré à <https://doi.org/10.1002/app.10986>

- Chowdhury, F. H., Hosur, M. V., & Jeelani, S. (2006). Studies on the flexural and thermomechanical properties of woven carbon/nanoclay-epoxy laminates. *Materials Science and Engineering: A*, 421(1), 298-306. doi: <http://dx.doi.org/10.1016/j.msea.2006.01.074>. Repéré à <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0921509306001729>
- Colligan, K., & Ramulu, M. (1991). *Delamination in surface plies of graphite/epoxy caused by edge trimming process* (Vol. 49).
- CR. (1999). *Models for Surface Free Energy Calculation* (Technical Note). Repéré à https://www.kruss-scientific.com/fileadmin/user_upload/website/literature/kruss-tn306-en.pdf
- Cwikel, D., Zhao, Q., Liu, C., Su, X., & Marmur, A. (2010). Comparing Contact Angle Measurements and Surface Tension Assessments of Solid Surfaces. *Langmuir*, 26(19), 15289-15294. doi: 10.1021/la1020252. Repéré à <https://doi.org/10.1021/la1020252>
- Davim, J. P. (2010). *Machining composites materials*. John Wiley & Sons.
- Davim, J. P., & Reis, P. (2005). Damage and dimensional precision on milling carbon fiber-reinforced plastics using design experiments. *Journal of Materials Processing Technology*, 160(2), 160-167. doi: <http://dx.doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2004.06.003>. Repéré à <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0924013604008453>
- Delahaigue, J. (2015). *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). Repéré à <http://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). doi: 10.3390/fib5040046
- 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. doi: <http://dx.doi.org/10.1016/j.proeng.2011.11.085>. Repéré à <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S1877705811028876>
- Ertekin, A., Jana, S. C., & Thomas, R. R. (2009). An Investigation on the Capillary Wetting of Glass Fiber Tow and Fabric Structures with Nanoclay-Enriched Reactive Epoxy and Silicone Oil Mixtures. *ACS Applied Materials & Interfaces*, 1(8), 1662-1671. doi: 10.1021/am900179x. Repéré à <https://doi.org/10.1021/am900179x>

- Fowkes, F. M. (1963). ADDITIVITY OF INTERMOLECULAR FORCES AT INTERFACES. I. DETERMINATION OF THE CONTRIBUTION TO SURFACE AND INTERFACIAL TENSIONS OF DISPERSION FORCES IN VARIOUS LIQUIDS1. *The Journal of Physical Chemistry*, 67(12), 2538-2541. doi: 10.1021/j100806a008. Repéré à <https://doi.org/10.1021/j100806a008>
- Friedli, C. (2002). *Chimie générale pour ingénieur*. Presses polytechniques et universitaires romandes. Repéré à <https://books.google.ca/books?id=xprJcdHNiggC>
- Furet, B. L. B., Benoît. (2005). Milling and drilling of composite materials for the aeronautics: feature aeronautics. *JEC Magazine* #18. Repéré à <http://www.jeccomposites.com/knowledge/international-composites-news/milling-and-drilling-composite-materials-aeronautics>
- 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. doi: 10.1177/0021998315587131. Repéré à <https://doi.org/10.1177/0021998315587131>
- Girot, F., Lacalle, L., Lamikiz, A., Iliescu, D., & Gutiérrez, E. (2009). *Machinability aspects of polymer matrix composites*.
- Glaris, P. (2013). *Ingénierie de surface de matériaux composites pour l'aéronautique: chimie et topographie de surface, une aide au démoulage?* (Université du Maine).
- Gurusideswar, S., & Velmurugan, R. (2014). Strain rate sensitivity of glass/epoxy composites with nanofillers. *Materials & Design*, 60, 468-478. doi: <http://dx.doi.org/10.1016/j.matdes.2014.03.065>. Repéré à <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0261306914002581>
- H. Kaelble, D., J. Dynes, P., W. Crane, L., & Maus, L. (1975). *Interfacial Mechanisms of Moisture Degradation in Graphite-Epoxy Composites* (Vol. 7). doi: 10.1080/00218467508078896
- Ha, S. J., Kim, K. B., Yang, J. K., & Cho, M. W. (2017). Influence of cutting temperature on carbon fiber-reinforced plastic composites in high-speed machining. *Journal of Mechanical Science and Technology*, 31(4), 1861-1867. doi: 10.1007/s12206-017-0333-8. Repéré à <https://doi.org/10.1007/s12206-017-0333-8>
- Haiyan, W., Xuda, Q., Hao, L., & Chengzu, R. (2012). Analysis of cutting forces in helical milling of carbon fiber-reinforced plastics. *Proceedings of the Institution of Mechanical Engineers, Part B: Journal of Engineering Manufacture*, 227(1), 62-74. doi: 10.1177/0954405412464328. Repéré à <https://doi.org/10.1177/0954405412464328>

- Hamedanianpour, H. (2013). *Effect to tool wear on quality of carbon fiber reinforced polymer laminate during edge trimming*. Montréal: École de technologie supérieure. Repéré à Accès via Espace ÉTS : Texte <http://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. doi: 10.4028/www.scientific.net/AMM.325-326.34. Repéré à <https://www.scientific.net/AMM.325-326.34>
- Hao, X., Cui, W., Li, L., Li, H., Khan, A. M., & He, N. (2018). Cutting performance of textured polycrystalline diamond tools with composite lyophilic/lyophobic wettabilities. *Journal of Materials Processing Technology*, 260, 1-8. doi: <https://doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2018.04.049>. Repéré à <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0924013618301961>
- Haque, A., Shamsuzzoha, M., Hussain, F., & Dean, D. (2003). S2-Glass/Epoxy Polymer Nanocomposites: Manufacturing, Structures, Thermal and Mechanical Properties. *Journal of Composite Materials*, 37(20), 1821-1837. doi: 10.1177/002199803035186. Repéré à <https://doi.org/10.1177/002199803035186>
- Hawileh, R. A., Abu-Obeidah, A., Abdalla, J. A., & Al-Tamimi, A. (2015). Temperature effect on the mechanical properties of carbon, glass and carbon-glass FRP laminates. *Construction and Building Materials*, 75, 342-348. doi: <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2014.11.020>. Repéré à <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S095006181401232X>
- Herzog, D., Jaeschke, P., Meier, O., & Haferkamp, H. (2008). Investigations on the thermal effect caused by laser cutting with respect to static strength of CFRP. *International Journal of Machine Tools and Manufacture*, 48(12), 1464-1473. doi: <https://doi.org/10.1016/j.ijmachtools.2008.04.007>. Repéré à <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0890695508000795>
- Ho, C. C., & Khew, M. C. (2000). Surface Free Energy Analysis of Natural and Modified Natural Rubber Latex Films by Contact Angle Method. *Langmuir*, 16(3), 1407-1414. doi: 10.1021/la9816104. Repéré à <https://doi.org/10.1021/la9816104>
- Hyer, M. W. (2009). 2. Linear Elastic Stress-Strain Characteristics of Fiber-Reinforced Material. Dans *Stress Analysis of Fiber-Reinforced Composite Materials*. DEStech Publications. Repéré à <https://app.knovel.com/hotlink/pdf/id:kt010RSGA2/stress-analysis-fiber/linear-elastic-stress>

- Inoue, H., Aoyama, E., Hirogaki, T., Ogawa, K., Matushita, H., Kitahara, Y., & Katayama, T. (1997). Influence of tool wear on internal damage in small diameter drilling in GFRP. *Composite Structures*, 39(1), 55-62. doi: [https://doi.org/10.1016/S0263-8223\(97\)00068-8](https://doi.org/10.1016/S0263-8223(97)00068-8). Repéré à <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0263822397000688>
- Inoue, T., Hagino, M., Matsui, M., & Gu, L. W. (2009). Cutting Characteristics of CFRP Materials with End Milling. *Key Engineering Materials*, 407-408, 710-713. doi: 10.4028/www.scientific.net/KEM.407-408.710. Repéré à <https://www.scientific.net/KEM.407-408.710>
- Isik, I., Yilmazer, U., & Bayram, G. (2003). Impact modified epoxy/montmorillonite nanocomposites: synthesis and characterization. *Polymer*, 44(20), 6371-6377. doi: [https://doi.org/10.1016/S0032-3861\(03\)00634-7](https://doi.org/10.1016/S0032-3861(03)00634-7). Repéré à <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0032386103006347>
- Jin, J., Li, X., Geng, J., & Jing, D. (2018). Insights into the complex interaction between hydrophilic nanoparticles and ionic surfactants at the liquid/air interface. *Physical Chemistry Chemical Physics*, 20(22), 15223-15235. doi: 10.1039/C8CP01838C. Repéré à <http://dx.doi.org/10.1039/C8CP01838C>
- Karabibene, N. (2017). *Optimisation des paramètres de détourage des composites à fibres de lin et comparaison avec le détourage des composites à fibres de verre* (École de Technologie Supérieure, Espace ÉTS mémoires et thèses). Repéré à <http://espace.etsmtl.ca/id/eprint/2066>
- Koc, M., & Bulut, R. (2014). Assessment of a Sessile Drop Device and a New Testing Approach Measuring Contact Angles on Aggregates and Asphalt Binders. *Journal of Materials in Civil Engineering*, 26(3), 391-398. doi: 10.1061/(ASCE)MT.1943-5533.0000852. Repéré à [https://doi.org/10.1061/\(ASCE\)MT.1943-5533.0000852](https://doi.org/10.1061/(ASCE)MT.1943-5533.0000852)
- Kong, Z. X., & Wang, J. H. (2009). Interlaminar shear strength of glass fiber reinforced dially phthalate laminates enhanced with nanoclays. Dans *Advanced Materials Research* (Vol. 79, pp. 1779-1782). Trans Tech Publ.
- Kuate Togue, H., Chatelain, J.-F., & Ouellet-Plamondon, C. (2018, 2018-05). *Effect Of Additives On Cutting Temperature Of Glass Fibers Reinforced Polymers* présenté à Canadian Society for Mechanical Engineering (CSME) International Congress, Toronto, Canada. Repéré à <http://hdl.handle.net/10315/35274>
<http://dx.doi.org/10.25071/10315/35274>
- Kwok, D. Y., & Neumann, A. W. (2000). Contact angle interpretation in terms of solid surface tension. *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*, 161(1), 31-48. doi: [https://doi.org/10.1016/S0927-7757\(99\)00323-4](https://doi.org/10.1016/S0927-7757(99)00323-4). Repéré à <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0927775799003234>

- Lan, T., & Pinnavaia, T. J. (1994). Clay-Reinforced Epoxy Nanocomposites. *Chemistry of Materials*, 6(12), 2216-2219. doi: 10.1021/cm00048a006. Repéré à <https://pubs.acs.org/doi/abs/10.1021/cm00048a006>
- Lasseur, B. (2017). *Étude de l'effet d'additifs sur la qualité de la coupe et les performances mécaniques d'un matériau composite* (École de technologie supérieure).
- Laurent, V. (2017). Mouillabilité des surfaces superhydrophobes et superoléophobes. (ref. article : m1690). Repéré à <https://www.techniques-ingenieur.fr/base-documentaire/materiaux-th11/traitements-de-surface-des-metaux-controle-et-preparation-42362210/mouillabilite-des-surfaces-superhydrophobes-et-superoleophobes-m1690/>
- 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. doi: <https://doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2013.04.014>. Repéré à <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S092401361300143X>
- Lin, L.-Y., Lee, J.-H., Hong, C.-E., Yoo, G.-H., & Advani, S. G. (2006). Preparation and characterization of layered silicate/glass fiber/epoxy hybrid nanocomposites via vacuum-assisted resin transfer molding (VARTM). *Composites Science and Technology*, 66(13), 2116-2125. doi: <http://dx.doi.org/10.1016/j.compscitech.2005.12.025>. Repéré à <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0266353806000066>
- London, B. U. (s.d.). Fibre composites. Repéré le 07-05-2018 à <http://sites.brunel.ac.uk/grow2build/knowledge-database/fibre-composites>
- Martin, S., Brown, P. S., & Bhushan, B. (2017). Fabrication techniques for bioinspired, mechanically-durable, superliquiphobic surfaces for water, oil, and surfactant repellency. *Advances in Colloid and Interface Science*, 241, 1-23. doi: <https://doi.org/10.1016/j.cis.2017.01.004>. Repéré à <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0001868616303037>
- Mullier, G. J. F., Chatelain. (2015). Influence of Thermal Damage on the Mechanical Strength of Trimmed CFRP. *International Journal of Mechanical, Aerospace, Industrial, Mechatronic and Manufacturing Engineering*, 9, 1558-1566. Repéré à <http://waset.org/publications/10002707>
- Owens, D. K., & Wendt, R. C. (1969). Estimation of the surface free energy of polymers. *Journal of Applied Polymer Science*, 13(8), 1741-1747. doi: 10.1002/app.1969.070130815. Repéré à <https://doi.org/10.1002/app.1969.070130815>

- Pavlidou, S., & Papaspyrides, C. D. (2008). A review on polymer-layered silicate nanocomposites. *Progress in Polymer Science*, 33(12), 1119-1198. doi: <https://doi.org/10.1016/j.progpolymsci.2008.07.008>. Repéré à <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0079670008000701>
- Pecat, O., Rentsch, R., & Brinksmeier, E. (2012). Influence of Milling Process Parameters on the Surface Integrity of CFRP. *Procedia CIRP*, 1, 466-470. doi: <https://doi.org/10.1016/j.procir.2012.04.083>. Repéré à <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S2212827112000844>
- Quaresimin, M., Salviato, M., & Zappalorto, M. (2012). Fracture and interlaminar properties of clay-modified epoxies and their glass reinforced laminates. *Engineering Fracture Mechanics*, 81, 80-93. doi: <http://dx.doi.org/10.1016/j.engfracmech.2011.10.004>. Repéré à <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0013794411003833>
- Rajasekaran, T., Vinayagam, B. K., Palanikumar, K., & Prakash, S. (2010). Influence of machining parameters on surface roughness and material removal rate in machining carbon fiber reinforced polymer material. Dans *Frontiers in Automobile and Mechanical Engineering -2010* (pp. 75-80). doi: 10.1109/FAME.2010.5714801
- Ramulu, M. (1997). Machining and surface integrity of fibre-reinforced plastic composites. *Sadhana*, 22(3), 449-472. doi: 10.1007/BF02744483. Repéré à <https://doi.org/10.1007/BF02744483>
- 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), 579-593. doi: <http://dx.doi.org/10.1016/j.compscitech.2006.08.010>. Repéré à <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0266353806002855>
- Sakamoto, S., & Iwasa, H. (2012). Effect of Cutting Revolution Speed on Cutting Temperature in Helical Milling of CFRP Composite Laminates. *Key Engineering Materials*, 523-524, 58-63. doi: 10.4028/www.scientific.net/KEM.523-524.58. Repéré à <https://www.scientific.net/KEM.523-524.58>
- Shahid, A. H. (2012). *Effect of edge trimming on surface quality and tensile strength of CFRP composites* (The Petroleum Institute (United Arab Emirates)).
- Sheikh-Ahmad, J., Urban, N., & Cheraghi, H. (2012). Machining Damage in Edge Trimming of CFRP. *Materials and Manufacturing Processes*, 27(7), 802-808. doi: 10.1080/10426914.2011.648253. Repéré à <http://dx.doi.org/10.1080/10426914.2011.648253>

- Shimizu, R. N., & Demarquette, N. R. (2000). Evaluation of surface energy of solid polymers using different models. *Journal of Applied Polymer Science*, 76(12), 1831-1845. doi: doi:10.1002/(SICI)1097-4628(20000620)76:12<1831::AID-APP14>3.0.CO;2-Q.
Repéré à <https://onlinelibrary.wiley.com/doi/abs/10.1002/%28SICI%291097-4628%2820000620%2976%3A12%3C1831%3A%3AAID-APP14%3E3.0.CO%3B2-Q>
- Teti, R. (2002). Machining of Composite Materials. *CIRP Annals - Manufacturing Technology*, 51(2), 611-634. doi: [http://dx.doi.org/10.1016/S0007-8506\(07\)61703-X](http://dx.doi.org/10.1016/S0007-8506(07)61703-X).
Repéré à <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S000785060761703X>
- Teti, R., Jemielniak, K., O'Donnell, G., & Dornfeld, D. (2010). Advanced monitoring of machining operations. *CIRP Annals*, 59(2), 717-739. doi: <https://doi.org/10.1016/j.cirp.2010.05.010>. Repéré à <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0007850610001976>
- Thomson, K. W., & Broutman, L. J. (1982). The effect of water on the fracture surface energy of fiber-reinforced composite materials. *Polymer Composites*, 3(3), 113-117. doi: 10.1002/pc.750030303. Repéré à <https://doi.org/10.1002/pc.750030303>
- Tjong, S. C. (2006). Structural and mechanical properties of polymer nanocomposites. *Materials Science and Engineering: R: Reports*, 53(3), 73-197. doi: <https://doi.org/10.1016/j.mser.2006.06.001>. Repéré à <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0927796X06000544>
- Valavan, U. (2007). *Tool life prediction based on cutting forces and surface temperature in edge trimming of multidirectional CFRP composites* (B.E, BharathiarUniversity, Tamil Nadu, India, 2003, Wichita State University, College of Engineering). Repéré à <http://hdl.handle.net/10057/1182>
- van Oss, C. J., Chaudhury, M. K., & Good, R. J. (1987). Monopolar surfaces. *Advances in Colloid and Interface Science*, 28, 35-64. doi: [https://doi.org/10.1016/0001-8686\(87\)80008-8](https://doi.org/10.1016/0001-8686(87)80008-8). Repéré à <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/0001868687800088>
- Velayudham, A., & Krishnamurthy, R. (2007). Effect of point geometry and their influence on thrust and delamination in drilling of polymeric composites. *Journal of Materials Processing Technology*, 185(1), 204-209. doi: <https://doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2006.03.146>. Repéré à <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0924013606002743>

- Wang, H., Sun, J., Zhang, D., Guo, K., & Li, J. (2016). The effect of cutting temperature in milling of carbon fiber reinforced polymer composites. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 91, 380-387. doi: <https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2016.10.025>. Repéré à <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S1359835X16303529>
- Wang, S., Zhang, Y., Abidi, N., & Cabrales, L. (2009). Wettability and Surface Free Energy of Graphene Films. *Langmuir*, 25(18), 11078-11081. doi: 10.1021/la901402f. Repéré à <https://doi.org/10.1021/la901402f>
- Wang, Z., & Pinnavaia, T. J. (1998). Nanolayer Reinforcement of Elastomeric Polyurethane. *Chemistry of Materials*, 10(12), 3769-3771. doi: 10.1021/cm980448n. Repéré à <https://doi.org/10.1021/cm980448n>
- Weistron. (2014). Contact Angle Meter. Repéré le 09/18/2018 à <http://www.weistron.com/products/contact-angle-meter/>
- Withers, G. J., Yu, Y., Khabashesku, V. N., Cercone, L., Hadjiev, V. G., Souza, J. M., & Davis, D. C. (2015). Improved mechanical properties of an epoxy glass-fiber composite reinforced with surface organomodified nanoclays. *Composites Part B: Engineering*, 72, 175-182. doi: <http://dx.doi.org/10.1016/j.compositesb.2014.12.008>. Repéré à <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S1359836814005745>
- Wu, S. (1971). Calculation of interfacial tension in polymer systems. *Journal of Polymer Science Part C: Polymer Symposia*, 34(1), 19-30. doi: 10.1002/polc.5070340105. Repéré à <https://doi.org/10.1002/polc.5070340105>
- Yashiro, T., Ogawa, T., & Sasahara, H. (2013). Temperature measurement of cutting tool and machined surface layer in milling of CFRP. *International Journal of Machine Tools and Manufacture*, 70, 63-69. doi: <https://doi.org/10.1016/j.ijmachtools.2013.03.009>. Repéré à <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0890695513000503>
- Yavari, F., Rafiee, M. A., Rafiee, J., Yu, Z. Z., & Koratkar, N. (2010). Dramatic Increase in Fatigue Life in Hierarchical Graphene Composites. *ACS Applied Materials & Interfaces*, 2(10), 2738-2743. doi: 10.1021/am100728r. Repéré à <https://doi.org/10.1021/am100728r>
- Zerda, A. S., & Lesser, A. J. (2001). Intercalated clay nanocomposites: Morphology, mechanics, and fracture behavior. *Journal of Polymer Science Part B: Polymer Physics*, 39(11), 1137-1146. doi: 10.1002/polb.1090. Repéré à <https://doi.org/10.1002/polb.1090>

Zhang, K., Wang, L., Wang, F., Wang, G., & Li, Z. (2004). Preparation and characterization of modified-clay-reinforced and toughened epoxy-resin nanocomposites. *Journal of Applied Polymer Science*, 91(4), 2649-2652. doi: 10.1002/app.13445. Repéré à <https://doi.org/10.1002/app.13445>

Zhou, Y., Hosur, M., Jeelani, S., & Mallick, P. K. (2012). Fabrication and characterization of carbon fiber reinforced clay/epoxy composite. *Journal of Materials Science*, 47(12), 5002-5012. doi: 10.1007/s10853-012-6376-4. Repéré à <https://doi.org/10.1007/s10853-012-6376-4>

Zisman, W. A. (1964). Relation of the Equilibrium Contact Angle to Liquid and Solid Constitution. Dans *Contact Angle, Wettability, and Adhesion* (Vol. 43, pp. 1-51). AMERICAN CHEMICAL SOCIETY. doi: doi:10.1021/ba-1964-0043.ch001 10.1021/ba-1964-0043.ch001. Repéré à <https://doi.org/10.1021/ba-1964-0043.ch001>