



HAL
open science

Analyse impédancemétrique pour le suivi de cuisson ou de santé des structures composites carbone/époxyde : Vers des matériaux intelligents pour le PHM des structures composites

Mahamadou Mounkaila

► To cite this version:

Mahamadou Mounkaila. Analyse impédancemétrique pour le suivi de cuisson ou de santé des structures composites carbone/époxyde : Vers des matériaux intelligents pour le PHM des structures composites. Micro et nanotechnologies/Microélectronique. Université Toulouse 3 Paul Sabatier (UT3 Paul Sabatier), 2016. Français. NNT: . tel-01813627

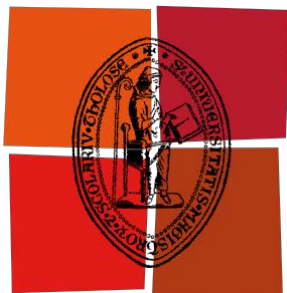
HAL Id: tel-01813627

<https://laas.hal.science/tel-01813627>

Submitted on 12 Jun 2018

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

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



Université
de Toulouse

THÈSE

En vue de l'obtention du
DOCTORAT DE L'UNIVERSITÉ DE TOULOUSE

Délivré par :

Université Toulouse III Paul Sabatier (UT3 Paul Sabatier)

Discipline ou spécialité :
ELECTRONIQUE

Présentée et soutenue par
MOUNKAILA Mahamadou

Le : 26 Avril 2016

Titre :

Analyse impédancemétrique pour le suivi de cuisson
ou de santé des structures composites carbone/époxyde :
Vers des matériaux intelligents pour le PHM des structures composites

Ecole doctorale :

Génie Electrique, Electronique et Télécommunications (GEET)

Unité de recherche :

LAAS-CNRS

Membres du jury :

BECHOU Laurent, Professeur, Université de Bordeaux (Rapporteur)

SOULAT Damien, Professeur, ENSAIT, Roubaix (Rapporteur)

ABOURA Zoheir, Professeur, UTC Compiègne (Examinateur)

David MALEC, Professeur, UT3 Paul Sabatier de Toulouse (Examinateur)

CROUZEIX Laurent, Maître de Conférences IUT GMP de Toulouse (Invité)

SEGUY Yvan, Directeur de Recherche CNRS, Paul Sabatier de Toulouse (Invité)

CAMPS Thierry, Professeur, UT3 Paul Sabatier de Toulouse (Directeur de thèse)

MARGUERES Philippe, Maître de Conférences IUT GMP de Toulouse (Co-directeur de thèse)

Analyse impédancemétrique pour le suivi de cuisson ou de santé des structures composites carbone/époxyde : Vers des matériaux intelligents pour le PHM des structures composites

Mots-clés : Propriétés électriques des composites, Suivi de cuisson des composites, SHM, PHM

Résumé :

Les matériaux composites de haute performance à base de fibres de carbone sont de plus en plus utilisés dans des secteurs où la sécurité est critique (aéronautique, spatial, génie civil...). Ces matériaux offrent des performances mécaniques très élevées, par rapport à leur densité (légèreté, rigidité...). Ils offrent de nombreux avantages tels que la résistance mécanique, la réduction de masse et de consommation. Par conséquent, il est important de connaître Les caractéristiques du matériau lors de son processus d'élaboration (durcissement ou cuisson) ou lors de son utilisation. Dans le but d'optimiser l'utilisation ou de contrôler l'intégrité, les efforts sont employés à l'aide de plusieurs techniques pour surveiller le cycle de cuisson ou la santé des structures composites lors du conditionnement et en service. Au-delà des méthodes existantes de mesure unique de la résistance ou de la capacité du matériau, nous présentons ici une technique d'analyse d'impédance électrique afin d'extraire certaines propriétés spécifiques du matériau (résistance, capacité, Impédance et argument) dans le but de connaître son comportement. La micro structure du matériau étant faite de conducteur (fibre de carbone) et d'isolant (résine), un modèle de la conduction électrique a été établi en utilisant un réseau de résistance (R_P) et de capacité (C_P) parallèles d'impédance caractéristique Z . Puis le matériau est instrumenté à cœur à l'aide d'électrodes minces et flexibles (flex). Ensuite, une analyse de spectroscopie d'impédance est réalisée sur des échantillons en cycle de cuisson et en poste cuisson lors des tests mécaniques grâce un banc de mesure spécifiquement développé. Les résultats de l'analyse renseignent sur les propriétés intrinsèques du matériau et montrent une sensibilité de ces propriétés électriques (R_P et C_P ou Z et θ) en fonction de l'évolution du cycle et des tests mécaniques. Il est donc possible de faire le Structural Health Monitoring (SHM) ou mieux encore le Prognostics and health management (PHM).

Impedance analysis for cure and health monitoring of the carbon fiber/epoxy composites : Towards smart materials for the PHM

Keywords : Composites electrical properties, composites cure monitoring, SHM, PHM

Abstract

The high-performance composite materials based on carbon fiber are increasingly used in critical security areas (aeronautics and civil engineering) for the high mechanical performances as regards to their low density. They offer many benefits such as mechanical strength, mass and consumption reduction. Thus, it is important to know their characteristics during curing process or their use. With the aim to optimize their use or to control their integrity, efforts are employed by using several techniques to monitor their curing cycle or the health of the structures during the conditioning stage and the service stage. Beyond the existing methods of unique measurement of the resistance or the capacitance of the material, we present herein a technique of electrical impedance analysis to extract some specific material properties (resistance, capacitance, Impedance and argument) in order to know its behavior. As the microstructure of the material contains a conductor part (carbon fiber) and an insulator part (resin), a three-dimensional (3D) model of the electrical conduction in the material was established by using a network of a resistance R_P connected in parallel with a capacitance C_P (impedance Z) to describe the anisotropy of the material. Then, the thin flexible electrodes (flex) are inserted inside the material and the specific impedance measurement bench is developed to perform a real-time measurement of R_P and C_P or Z and θ . Spectroscopic impedance analysis of the studied samples informs about the intrinsic properties of material and shows a sensitivity of these electrical properties according to the curing cycle. Then the sensitivity to some physical parameters (temperature, deformations, etc.) will be demonstrated in order to provide necessary elements to know or predict the health of the material for SHM (Structural Health Monitoring) and PHM (Prognostics and health management) purpose.

SOMMAIRE

INTRODUCTION GENERALE	1
Chapitre 1 Etat de l'art de l'instrumentation et caractérisation des matériaux composites ..3	
Introduction	3
1.1 Généralités sur les matériaux composites	3
1.1.1 La matrice.....	4
1.1.2 Le renfort.....	8
1.1.3 Le pré-imprégné	9
1.1.4 Procédés d'élaboration	10
1.2 Méthodes d'instrumentation pour la caractérisation des matériaux composites	12
1.2.1 Instrumentation utilisant les capteurs à fibre optique	12
1.2.2 Instrumentation utilisant les capteurs piézo-électriques	14
1.2.3 Instrumentation à l'aide de jauges de déformations.....	17
1.2.4 Impédancemétrie électrique	18
Conclusion	29
Chapitre 2 Modélisation et développement d'une instrumentation impédancemétrique pour la caractérisation des matériaux composites	31
Introduction	31
2.1 Modélisation 3D de la conduction électrique dans le matériau	32
2.1.1 Modélisation de la conduction électrique du pli composite carbone.....	33
2.1.2 Modélisation de la conduction électrique dans un stratifié.....	36
2.2 Principes et méthodes de mesure impédancemétrique	38
2.3 Préparation et instrumentation des échantillons	40
2.3.1 Electrodes de Mesure :	40
2.3.2 Plateformes de tests sur mono-pli pour l'analyse intra-pli	42
2.3.3 Plateformes de tests multi-plis pour l'analyse inter-pli	44
2.3.4 Drapage des échantillons.....	44
2.4 Développement du banc de mesure	45
Conclusion	49
Chapitre 3 Suivi impédancemétrique du procédé de fabrication	51
Introduction :	51

3.1 Suivi de cuisson	52
3.1.1 Suivi in situ impédancemétrique de cuisson en étuve.....	53
3.3.1 Suivi impédancemétrique de cuisson dans un autoclave	74
3.3.2 Comparaison des suivis de cuissons en étuve et autoclave.....	81
3.2 Détection de défauts lors du processus de fabrication	84
3.2.1 Détection de défaut de moulage	85
3.2.2 Détection de rupture de vide lors de la phase de liquéfaction	86
3.2.3 Détection de rupture de vide lors de la phase de gélification	87
3.2.4 Détection de rupture de vide lors de la phase de vitrification.....	88
3.3 Exemple de suivi de cuisson d'une pièce industrielle	90
Conclusion	93
Chapitre 4 Caractérisations post-cuisson des structures instrumentées	95
Introduction	95
4.1 Caractérisations post-cuisson de la conduction électrique du matériau	96
4.1.1 Caractéristiques impédancemétriques dans le sens longitudinal	96
4.1.2 Analyse impédancemétrique de la conduction transversale intra-pli.....	99
4.1.3 Analyse impédancemétrique de la conduction transversale inter-pli.....	100
4.2 Sensibilité du matériau à la température	106
4.3 Sensibilité à l'hygrométrie	107
4.4 Tests mécaniques et sensibilité à la déformation	108
4.4.1 Essais de flexion 3 points	108
4.4.2 Etude d'intrusivité des électrodes flexibles (flex).....	111
Conclusions	117
CONCLUSIONS GENERALE	119
Productions scientifiques	121
Références bibliographiques	123

INTRODUCTION GENERALE

Les matériaux composites à matrice polymère et à fibre de carbone sont de plus en plus utilisés dans le domaine de l'aéronautique. Le fuselage des avions A350 XWB de Airbus et 787 de Boeing est entièrement fabriqué en matériaux composites. La part des composites dans ces appareils atteint plus de 50%. Ces matériaux offrent des performances mécaniques très élevées, par rapport à leur densité (légèreté, rigidité...). Mais cette transition technologique suscite des craintes et des défis, notamment pour l'aspect sécurité.

La faible connaissance de cette technologie appliquée à l'aéronautique et le manque de retour d'expérience, posent des questions sur le comportement et le vieillissement du matériau en service. En effet, le processus d'élaboration d'une structure mécanique en composite est différent de ceux des matériaux classiquement mis en œuvre (acier, aluminium...). Il nécessite plusieurs étapes dont la maîtrise affectera les performances du matériau fini. Une meilleure connaissance et maîtrise des processus d'élaboration est donc primordiale. Le contrôle de certains paramètres tels que la température, la pression et le temps de cuisson, impactent les paramètres structuraux du matériau et permet donc d'optimiser ces procédés d'élaboration.

Pour prédire les performances, il est nécessaire de connaître l'état initial des matériaux au sein des pièces. En service, le comportement d'une structure en composite peut varier rapidement suite à certains phénomènes (impacts, chocs et vibrations, vieillissement...). Ces derniers peuvent induire des défauts (délaminage, ruptures des fibres ou fissuration de la matrice), visibles ou pas, qui dégradent les performances de la structure et affectent son intégrité. C'est pourquoi de nombreuses recherches sont menées pour proposer des méthodes d'instrumentations et de caractérisations de ces matériaux lors du processus d'élaboration (suivi de cuisson) ou lorsqu'ils sont en service (suivi de santé des structures).

Dans le cadre du projet Région Celect-SHM, deux équipes de recherche, N2IS (Nano Ingénierie et Intégration des Systèmes) du Laboratoire d'Analyse et d'Architecture des Systèmes (LAAS) et MICS (Métrologie Identification Contrôle et Surveillance) de l'Institut Clément Ader (ICA) conjuguent leurs compétences. L'objectif de cette collaboration est de proposer une solution d'instrumentation permettant l'analyse du comportement du matériau composite (T700/M21) lors de son cycle de cuisson, puis en service. Dans le cadre de cette collaboration, les travaux de thèse présentés dans ce document, ont été financés par le Pôle de Recherche et d'Enseignement Supérieur (PRES) de Toulouse, et s'articule en quatre chapitres.

Le premier chapitre est consacré à une présentation sommaire du matériau composite (à fibre de carbone et résine thermodurcissable) et son procédé d'élaboration. Puis, sont présentées quelques techniques utilisées pour le suivi in situ de cuisson ou de santé des structures composites. Leurs performances et leurs limitations sont commentées, cela nous permet d'introduire la méthode d'instrumentation et de caractérisation par impédancemétrie que nous avons choisi de développer.

Le second chapitre détaillera cette approche impédancemétrique retenue, qui analyse la conduction électrique dans le matériau en injectant un courant alternatif via des électrodes insérées dans un stratifié et en mesurant la tension induite. Un modèle électrique tridimensionnel est proposé pour prendre en compte l'anisotropie de la conduction électrique dans ce type de matériau multi-ply (stratifié). La caractérisation des conceptions longitudinales et transversales intra-ply et inter-ply sera présentée dans le dernier chapitre. Ce modèle pourra être mis à profit dans un second temps pour le positionnement et le dimensionnement des capteurs intégrés dans des structures complexes.

Le troisième chapitre est consacré au suivi in situ, par impédancemétrie électrique, du comportement du matériau lors de son cycle de cuisson. Les évolutions des propriétés électriques seront étudiées en fonction de l'avancement du cycle pour les différentes orientations de la conduction électrique par rapport aux sens des fibres. Puis, des essais de détection de défauts pouvant intervenir lors du processus de cuisson seront simulés. Enfin, nous testerons cette méthode de suivi de cuisson sur une pièce industrielle (déflecteur d'antenne parabolique) pour valider notre méthode et tester son possible transfert vers des fabrications industrielles.

Le quatrième et dernier chapitre présentera les travaux de caractérisation réalisés en post-cuisson pour quantifier les propriétés électriques du matériau (suivant les orientations x, y et z). Puis nous commencerons notre analyse de la sensibilité des paramètres électriques avec la température et aux déformations. Cette partie vise à terme l'exploitation de l'instrumentation in situ (qui a servi lors de la cuisson) pour de la détection intégrée (thermique et mécanique) en fonctionnement. Enfin une étude d'intrusivité sera proposée pour évaluer le risque potentiel d'affecter l'intégrité d'une structure composite instrumentée à cœur avec nos méthodes. L'objectif final est de proposer une instrumentation multi-physique à cœur d'un matériau stratifié pour le suivi de cuisson lors de l'élaboration et le monitoring de la santé de sa structure en fonctionnement : SHM (Structural Health Monitoring) ou PHM (Prognostics and Health Management).

Chapitre 1 Etat de l'art de l'instrumentation et caractérisation des matériaux composites

Introduction

Le processus d'élaboration d'un matériau ou d'une pièce mécanique composite est différent de celui des matériaux classiquement mis en œuvre (acier, aluminium...). Il nécessite plusieurs étapes dont la maîtrise affectera les performances du matériau fini. La connaissance et la maîtrise des processus d'élaboration ont donc une importance majeure. Le contrôle de certains paramètres du processus (température, pression, temps) impacte les paramètres structuraux du matériau et permet donc d'optimiser ces procédés d'élaboration. Pour prédire les performances désirées il est nécessaire de connaître l'état initial des matériaux au sein des pièces. En service, le comportement d'une structure en composite peut varier rapidement suite à certains événements (impacts, chocs et vibrations, vieillissement...). Ces derniers peuvent induire des défauts (délaminage, ruptures des fibres ou fissuration de la matrice), visibles ou pas, qui dégradent les performances de la structure et affectent leur intégrité. Pour toutes ces raisons, il est donc capital de connaître et de suivre l'état du matériau pendant sa cuisson et son utilisation en service. Les différentes techniques employées pour faire le suivi de cuisson et de santé des matériaux composites seront décrites dans ce chapitre, après une brève présentation du matériau composite (à fibre de carbone et résine thermodurcissable) et son procédé d'élaboration.

1.1 Généralités sur les matériaux composites

Les matériaux composites sont constitués d'un mélange compatible de deux ou plusieurs éléments (phases) qui jouent conjointement des rôles distincts pour fournir des propriétés qui n'existent pas dans les matériaux initiaux tel que les matériaux isotropes (métalliques, céramiques, polymériques). Dans la plupart des cas, un matériau composite est constitué de renforts et de matrice. Le renfort est l'élément qui confère au matériau les propriétés mécaniques (résistance mécanique, rigidité, etc.) et la matrice assure les fonctions de maintien, de cohésion mais aussi de protection contre la corrosion ou autres propriétés physico-chimiques ciblées... Les composites peuvent contenir souvent des éléments (charges ou réactifs) apportant d'autres propriétés ou fonctions aux matériaux selon des besoins. Lors du processus de fabrication des composites, on réalise, en même temps, le matériau et le produit fini. Ainsi ce n'est qu'à la fin du processus que les caractéristiques mécaniques des structures sont établies. Les composites sont faits avec différents types de matrice et de renforts choisis en fonction de l'utilisation finale du matériau ou des performances désirées.

1.1.1 La matrice

La matrice est la partie du composite qui assure le rôle de lien entre les renforts, répartit les contraintes et confère des propriétés physico-chimiques au matériau. Elle est généralement de nature organique ou minérale. La figure 1.1 présente une liste non exhaustive des différents types de matrices utilisées.

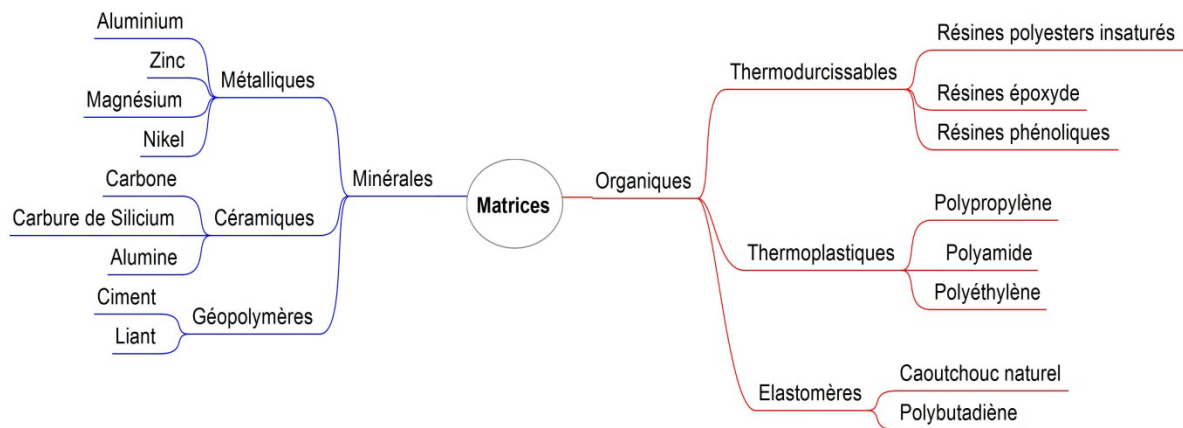


Figure 1.1 : Les différentes matrices utilisées dans les matériaux composites

Les composites à matrice composée de polymères organiques sont très utilisés et représentent près de 99% des matériaux composites [1]. Ces polymères sont constitués de chaînes répétitives de monomères unis les uns aux autres par des liaisons covalentes. Leur polymérisation se fait lors d'une montée en température d'une manière réversible (thermoplastique) ou irréversible (thermodurcissable). Les polymères thermodurcissables sont les plus utilisés dans l'industrie aéronautique à cause de leurs propriétés thermomécaniques et chimiques et de leur stabilité après transformation. Ils se présentent généralement sous forme de résine à l'état semi-liquide (pré-polymère). Leur polymérisation se fait progressivement lors d'une réaction chimique, à température contrôlée, au cours de laquelle des liaisons covalentes tridimensionnelles entre les chaînes macromoléculaires se créent pour former un réseau réticulé (figure 1.2). Lors de ce mécanisme, le pré-polymère réagit sous l'action de la chaleur avec un réactif appelé durcisseur ou agent réticulant. C'est au cours de ces transformations que le polymère acquiert ses propriétés physiques ou mécaniques ; mais pour obtenir une stabilité chimique et des propriétés mécaniques optimales il faut que tous les groupements fonctionnels réagissent (polymérisation totale). En réalité, il n'est pas possible d'obtenir 100% de réticulation à cause de l'éloignement de groupes réactifs durant la réaction. Donc le taux de réticulation n'est ni complet et ni uniformément reparti dans la matrice, on peut obtenir jusqu'à 95% de réticulation.

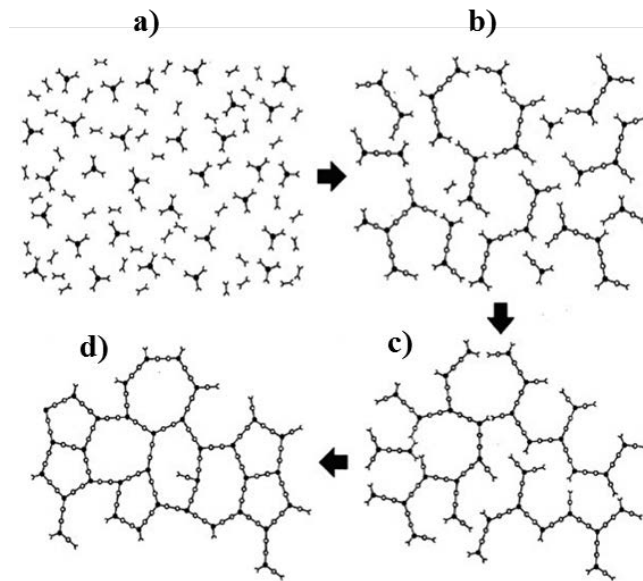


Figure 1.2 : Représentation du mécanisme de réticulation d'un polymère thermodurcissable :
 (a) polymère non réticulé ; (b) réticulation croissante avec formations de liaisons ;
 (c) réticulation avancée et formation d'un gel ; (d) polymère complètement réticulé. [2]

Quelques principaux changements d'état caractérisent le processus de réticulation d'un matériau composite à matrice thermodurcissable dont les phases de liquéfaction, gélification, vitrification, réticulation complète et dégradations [3–6]. Le diagramme TTT (Temps Température Transformation) de la figure 1.3, développé par Gillham, illustre ces principaux changements d'état ainsi que les températures critiques.

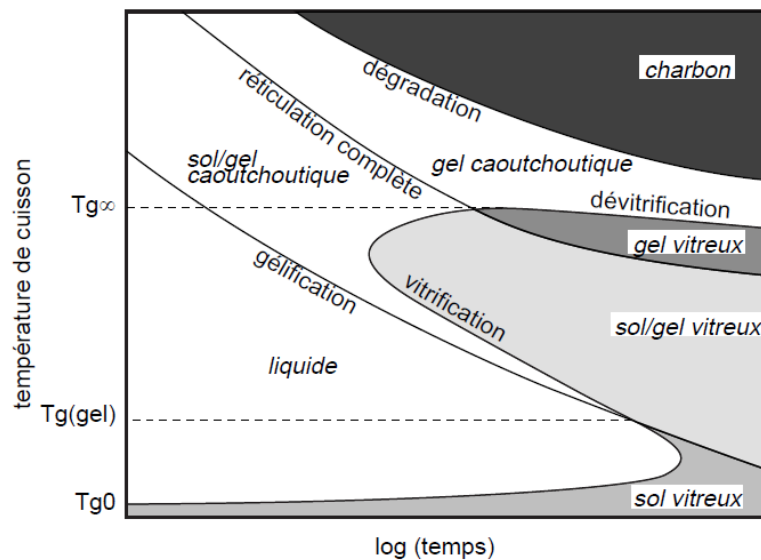


Figure 1.3 : Diagramme isotherme TTT (Temps-Température-Transformation) de durcissement d'un polymère thermodurcissable, montrant les températures critiques (T_{g0} , $T_{g(gel)}$, $T_{g\infty}$) et les différents états de la matière (liquide, caoutchouc sol/gel, caoutchouc gel ou élastomère, verre gélifié, verre non gélifiée ou sol, charbon) [3, 5]

➤ **Phase de liquéfaction :** Cette phase a lieu au début du cycle de réticulation, elle s'établit progressivement avec l'élévation de la température jusqu'à ce que la matrice devienne complètement liquide. C'est à ce niveau, sous l'effet du vide et de la pression de

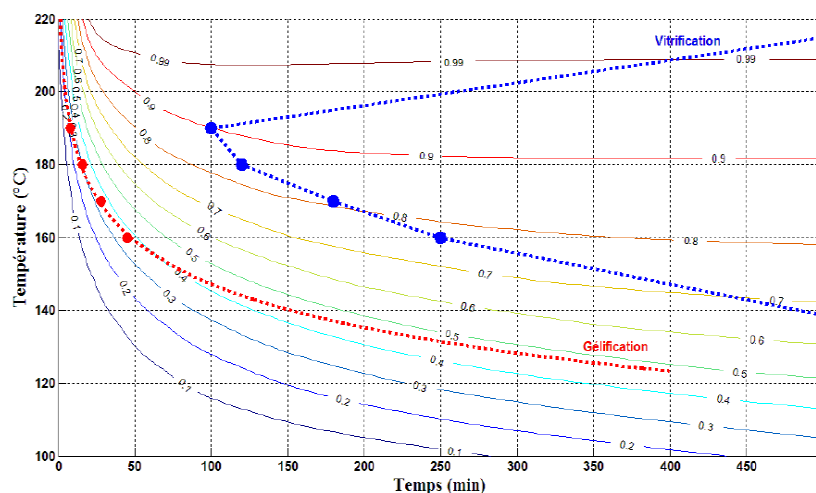
mise en forme, qu'il y a la plus grande évacuation de la matrice du matériau et la plus grande absorption de cette même matrice par le matériau absorbant, inséré comme produit d'environnement lors du drapage (voir partie 1.2.4).

➤ **Phase de gélification** : La gélification, souvent appelée gel ou point de gélification, débute lorsque les premiers réseaux tridimensionnels commencent à se former quand T_{g0} (Température de transition vitreuse minimale) est dépassée. Au fur et à mesure que la réaction de polymérisation avance, des molécules de taille de plus en plus grande apparaissent et la viscosité augmente, d'où la notion de degré de gel. Le point de gel proprement dit est défini comme étant le moment où le matériau passe d'un état liquide visqueux à un état de gel visqueux avant de devenir solide élastique. La température $T_{g(gel)}$ est caractérisée par la coïncidence du moment où la gélification tire à sa fin et la vitrification s'amorce.

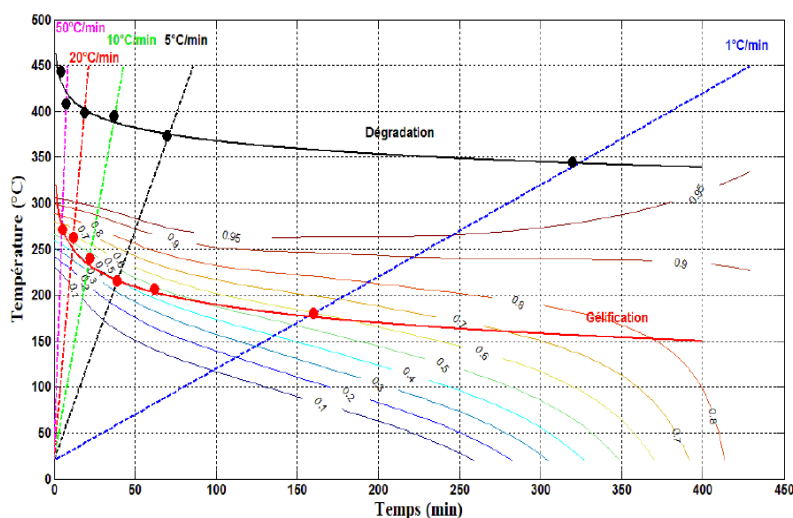
➤ **Vitrification et réticulation complète** : la vitrification se caractérise par un changement progressif des propriétés mécaniques du polymère de l'état gel visqueux vers un état solide. elle suit l'étape de la gélification et commence lorsque la température de transition vitreuse du gel (T_v ou T_g pour glass transition) devient égale à la température de cuisson. Elle est liée à l'augmentation de la masse molaire causée par la diminution de la mobilité des chaînes moléculaires du polymère, ce qui ralentit la vitesse de la réaction de réticulation. La valeur de $T_{g(gel)}$ augmente progressivement et tend vers $T_{g\infty}$ qui est la température de transition vitreuse maximale qui peut être atteinte. A cet instant les réseaux tridimensionnels sont quasiment tous formés, c'est la phase de la réticulation complète. Bien qu'on parle de réticulation complète il reste toujours quelques fonctions qui n'ont pas pu réagir.

➤ **Dégradations** : Elles interviennent lorsque la température de cuisson est trop élevée, entraînant la carbonisation du matériau.

La matrice du composite étudié (T700/M21) dans le cadre de cette thèse est organique de type thermodurcissable : résine époxy (M21). C'est une matrice haute performance, utilisée dans les structures aérospatiales. Son durcissement se fait par polymérisation à haute température ($T_{g\infty} = 185^\circ\text{C}$) de manière irréversible. En dynamique, les dégradations de la résine M21 peuvent intervenir à partir de températures comprises entre 344,4 et 433,1 °C en fonction de l'inertie de la vitesse de chauffe. La figure 1.4 représente le diagramme TTT en dynamique et en isotherme de la M21. Cette résine présente de bonnes propriétés thermiques, chimiques et d'adhésion aux fibres de carbone et de verre. Le Tableau 1.1 montre quelques caractéristiques mécaniques générales des résines époxy en comparaison avec d'autres types de résines thermodurcissables. La résistivité électrique des résines époxyde est très élevée ($> 1010 \Omega.m$), ce qui leur confère un caractère isolant [4–9].



a) Diagramme TTT isotherme



b) Diagramme TTT dynamique

Figure 1.4 : Diagramme TTT de la résine M21 en isotherme (a) et en dynamique (b). [4, 10]

Matrices TD	Masse volumique (kg.m ⁻³)	Module d'élasticité longitudinal (MPa)	Module de cisaillement (MPa)	Coefficient de Poisson	Contrainte de rupture (traction) MPa	Allongement à rupture %	Coefficient de dilatation thermique °C ⁻¹
	Mv	E	G	k	C _r	A	α
Epoxyde	1 200	4 500	1 600	0,4	130	2	11*10 ⁻⁵
Phénolique	1 300	3 000	1 100	0,4	70	2,5	1*10 ⁻⁵
Polyester	1 200	4 000	1 400	0,4	80	2,5	8*10 ⁻⁵
Polycarbonate	1 200	2 400		0,35	60		6*10 ⁻⁵
Vinylester	1 150	3 300			75	4	5*10 ⁻⁵
silicone	1 100	2 200		0,5	35		
Uréthane	1 100	700 à 7 000			30	100	
Polyimide	1 400	4 000 à 19 000	1 100	0,35	70	1	8*10 ⁻⁵

Tableau 1.1 : Caractéristiques de quelques matrices thermodurcissables (TD) [11]

1.1.2 Le renfort

Plusieurs types d'éléments sont utilisés dans les matériaux composites comme renfort, ce sont généralement des fibres (de verre, de carbone, d'aramide, etc.), des particules ou des charges... La figure 1.5 montre quelques exemples de différents types de renforts utilisés.

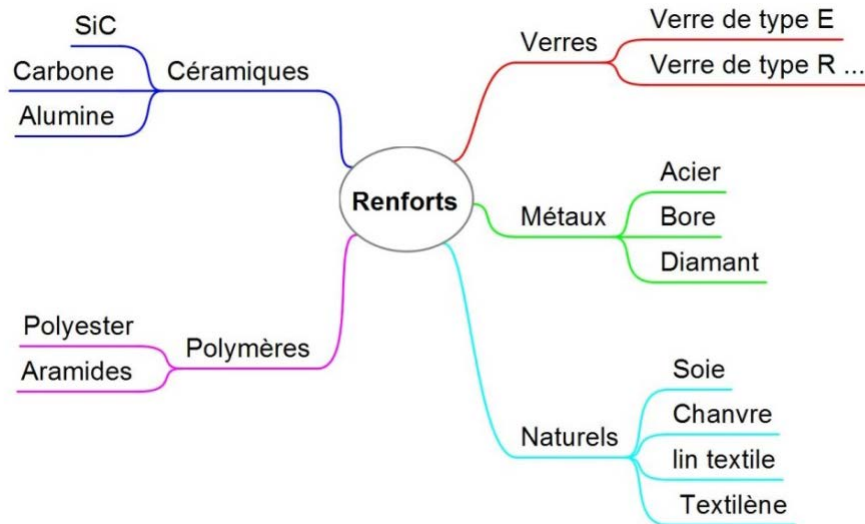


Figure 1.5 : Les différents renforts utilisés dans les matériaux composites

Les renforts assurent au matériau ses propriétés mécaniques comme sa résistance et sa rigidité. Elles sont de plusieurs types, de tailles et formes différentes. La texture ou l'orientation des renforts définit l'architecture du matériau (unidirectionnelle, quasi-isotrope ou tissée) et l'orientation des performances d'une structure (anisotrope ou isotrope). Les renforts étudiés dans cette thèse sont des **fibres de carbone** continues de haute performance, utilisées dans le domaine aérospatial et du sport de haut niveau. Elles combinent haute résistance (HR) mécanique et légèreté. Le Tableau 1.2 montre les propriétés mécaniques de quelques renforts couramment utilisés et le Tableau 1.3 montre les propriétés mécaniques et électriques de la fibre de carbone T700 utilisée dans le cadre de cette étude. Elle est fabriquée par la société Toray industries et commercialisée par la société Hexcel. La résistivité électrique de $1,6 \cdot 10^{-5} \Omega \cdot m$ fait de cette fibre de carbone un conducteur comparable à un semi-conducteur fortement dopé, mais bien moins performant qu'un conducteur métallique ($1,7 \cdot 10^{-8} \Omega \cdot m$ pour le cuivre). Elle présente un faible diamètre de $7 \mu m$; mais elle est continue et couvre toute la longueur du matériau qui la contient. Elle est très résistante à la traction ; mais pas à la compression et présente un allongement à la rupture de 1,7% contre 3 à 4% pour les fibres de verre et d'aramide [4, 12].

Renforts	Diamètre du filament (μm)	Masse volumique (kg.m^{-3})	Module d'élasticité longitudinal (MPa)	Module de cisaillement (MPa)	Coefficient de Poisson	Contrainte de rupture (traction) MPa	Allongement à rupture %	Coefficient de dilatation thermique $^{\circ}\text{C}^{-1}$
	d	Mv	E	G	k	C_r	A	α
Verre E	16	2 600	74 000	30 000	0,25	2 500	3,5	$0,5 \cdot 10^{-5}$
Verre R	10	2 500	86 000		0,2	3 200	4	$0,3 \cdot 10^{-5}$
Carbone HM	6.5	1 800	390 000	20 000	0,35	2 500	0,6	$0,08 \cdot 10^{-5}$
Carbone HR	7	1 750	230 000	50 000	0,3	3 200	1,3	$0,02 \cdot 10^{-5}$
Kevlar 49	12	1 450	130 000	12 000	0,4	2 900	2,3	$-0,2 \cdot 10^{-5}$
Bore	100	2 600	400 000			3 400	0,8	$0,4 \cdot 10^{-5}$
Silicate d'alumine	10	2 600	200 000			3 000	1,5	
Polyéthylène		960	100 000			3 000		

Tableau 1.2 : Caractéristiques mécaniques de quelques renforts [11]

Caractéristiques la fibre de carbone T700	
Contrainte à la rupture	4,9 MPa
Module d'élasticité longitudinal	230 GPa
Allongement à rupture	2.1 %
Densité	1.8 g/cm^3
Diamètre	$7 \mu\text{m}$
Coefficient de dilatation thermique	$-0.38 \alpha \cdot 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$
Capacité thermique	$0.18 \text{ Cal/g.}^{\circ}\text{C}$
Conductivité thermique	$0.0224 \text{ Cal/cm.s.}^{\circ}\text{C}$
Résistivité électrique	$1.6 \times 10^{-3} \Omega.\text{cm}$

Tableau 1.3 : Caractéristiques la fibre de carbone T700 [12]

1.1.3 Le pré-imprégné

Un pré-imprégné est un produit semi-fini en état de pré-polymérisation. Il est composé de fibres déjà imprégnées de matrice et se présente sous forme de feuilles (plis) qui peuvent être superposées l'une sur l'autre pour former un stratifié (figure 1.6). Les fibres à l'intérieur d'un pli peuvent être alignées parallèlement ou tissées. Les différents plis formant un stratifié peuvent être orientés dans la même direction en fonction de l'orientation de leur fibre (stratifié unidirectionnel : UD), ou ils peuvent être placés dans des orientations différentes en fonction des besoins, notamment les caractéristiques mécaniques désirées (par exemple le stratifié quasi-isotrope : QI). Les pré-imprégnés facilitent la manipulation des matériaux et la fabrication des pièces (transport, découpe, forme complexe des pièces, procédé sous vide ou pression, etc.). La matrice et la fibre du pré-imprégné peuvent être de plusieurs types, de même nature (matrice carbone + fibre de carbone) ou de nature différente (matrice polymère + fibre de carbone).

Le pré-imprégné utilisé dans cette étude est un polymère à renfort fibre de carbone (**PRFC** ou **CFRP** pour Carbon Fiber Reinforced Polymer) fourni par la société HEXCEL, il est composé de fibre de carbone T700 et de la résine époxy M21 (HexPly® M21). Il présente de bonnes propriétés mécaniques, thermiques, chimiques et une excellente tolérance aux dommages, en particulier aux impacts d'énergie élevée [8]. Sa polymérisation et son durcissement se font en haute température à 180°C conformément au procédé d'élaboration recommandé par le fabricant.

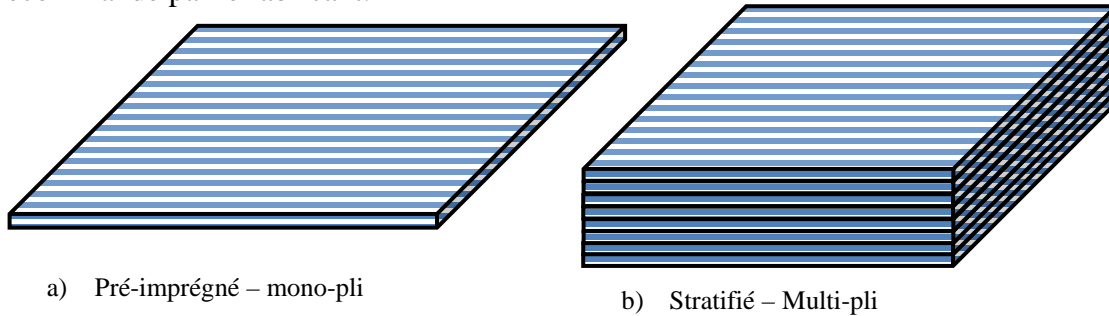


Figure 1.6 : Matériau composite sous forme de (a) pré-imprégné et (b) stratifié

1.1.4 Procédés d'élaboration

Il existe plusieurs types de procédés pour fabriquer un matériau composite (moulage ou compression de pré-imprégnés, infusion, moulage par injection de résine ou RTM, Pultrusion, etc.). Les facteurs de choix sont essentiellement : [13]

- Le cahier des charges de la pièce (résistance mécanique, chimique, thermique, électrique, aspect de surface, forme, dimensions...)
- Le type de matière (qualité et présentation)
- La série à réaliser
- La technicité de la pièce (grande diffusion, haute performance)
- Les investissements

Dans le cadre de cette thèse il est question d'étudier le composite dit de haute performance (**HP**) largement utilisé dans l'aéronautique. Dans ce domaine, la majorité des structures sont produites à partir de pré-imprégnés par le procédé de moulage ou compression dans une étuve (vide + température) ou dans un autoclave (vide + température + pression).

Que ce soit en étuve ou en autoclave le procédé de fabrication commence par la découpe du pré-imprégné en fonction de la forme des pièces à fabriquer. Ensuite vient l'étape de drapage qui consiste à empiler les pré-imprégnés par plis successifs sur un moule en fonction de l'épaisseur de la pièce désirée, puis à placer les produits d'environnement, et enfin couvrir l'ensemble avec une membrane souple et étanche (poche à vide).

Dans le cadre de cette étude, le matériau est placé sur une plaque métallique, il est entouré d'un bandeau en silicone garantissant l'uniformisation de la pression sur toute la surface supérieur du matériau. Les différents produits d'environnement utilisés lors de nos drapages sont présentés dans la figure suivant :

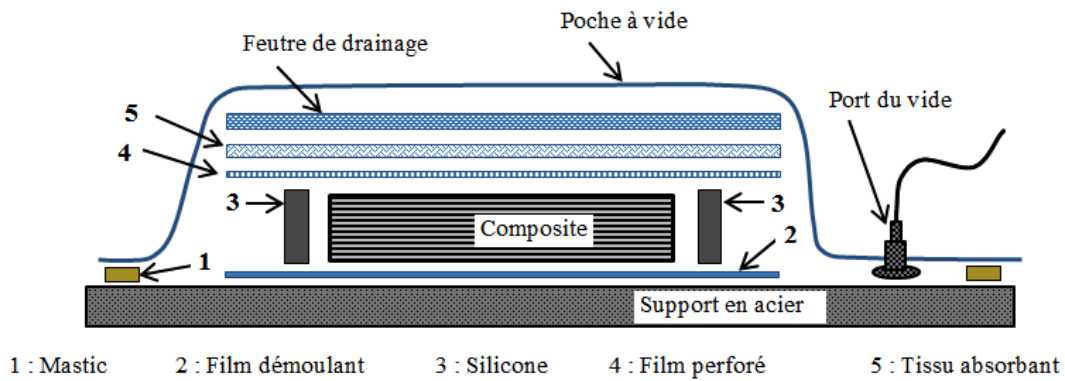


Figure 1.7 : Moulage sous vide (drapage) du matériau composite

Après drapage, l'ensemble du matériau drapé est placé dans un milieu de cuisson apportant la pression nécessaire au compactage de la préforme et la chaleur nécessaire à la polymérisation de la résine. Dans notre cas, ce milieu est soit une étuve sous vide partiel de 0.7 bar soit une enceinte autoclave sous environ 7 bars de pression et 0.7 bar de vide. Conformément aux préconisations du fabricant du pré-imprégné T700/M21 (HEXCEL), le profil de température et de pression de la figure 1.8 est utilisé lors des cycles de cuissons pour la fabrication de nos pièces composites :

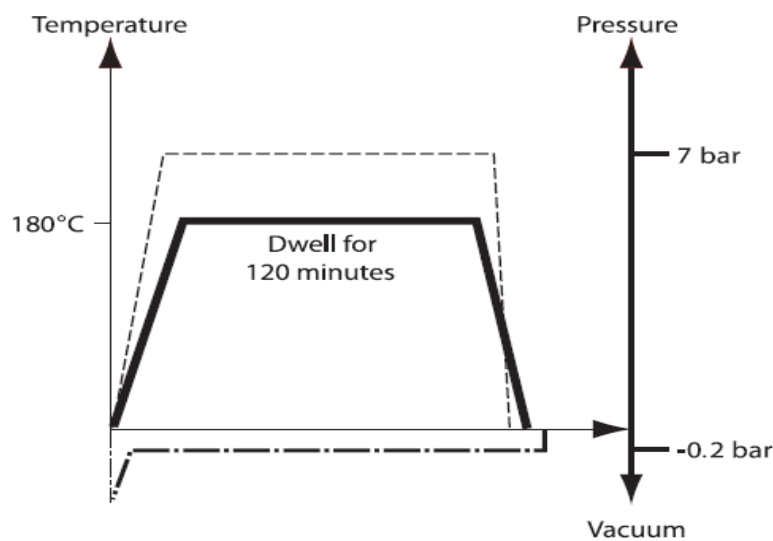


Figure 1.8 : Cycle de cuisson du pré-imprégné HexPly® M21 [8]

La montée en température permet de déclencher la polymérisation de la matrice, qui subit des transformations d'état comme précisé précédemment. Après toutes ces étapes, la polymérisation est irréversible, ce qui cause des problèmes de recyclage pour ces matériaux. Mais ce type de procédé combiné au type de matériau utilisé offre la possibilité d'obtenir des structures résistantes de très bonnes propriétés en termes de durabilité, de rigidité, de légèreté et de résistance thermique.

1.2 Méthodes d'instrumentation pour la caractérisation des matériaux composites

La nécessité de connaître et de maîtriser le processus d'élaboration ou l'état de santé des structures composites a conduit à l'utilisation de plusieurs techniques d'instrumentations [14-19]. Chaque technique a ses avantages, inconvénients et domaines d'applications pertinents. Parmi ces méthodes d'instrumentation ou de mesure, nous distinguerons trois finalités :

➤ **Le Suivi d'élaboration ou de cuisson :**

L'enjeu est de suivre l'évolution des propriétés du matériau composite au cours de son cycle d'élaboration ou de cuisson pour mieux maîtriser ses performances mécaniques et à terme asservir les paramètres de cuisson (temps, température, pression) afin de garantir l'optimisation du processus d'élaboration des pièces ou structures composites.

➤ **Contrôles Non Destructifs (CND) :**

Comme son nom l'indique, ce contrôle permet l'inspection des structures composites sans affecter leur intégrité. Ce sont généralement des inspections périodiques qui sont menées pour s'assurer de la sécurité des structures. Les méthodes employées sont souvent très performantes mais difficilement intégrables (système CND embarqué).

➤ **Structural Health Monitoring (SHM) ou Prognostic Health Monitoring (PHM) :**

Le Structural Health Monitoring, pour suivi de santé des structures, consiste à surveiller d'une manière quasi-continue, ou à défaut très régulièrement, le comportement global d'une structure en observant l'évolution de son comportement. De là, avec une bonne connaissance des mécanismes de défaillance et leur loi d'évolution temporelle, on peut envisager le Prognostic and Health Management (**PHM**) pour établir un diagnostic de l'état structurel et de la nécessité ou pas d'intervenir (réparation ou changement).

De toutes ces méthodes de tests et caractérisation, le CND est la plus développée, mature et présente sur le marché. Mais ces méthodes coexistent toutes, font appel à différents types de capteurs et ont leurs propres domaines d'applications. Dans les paragraphes suivants, nous allons présenter et comparer certaines de ces techniques d'instrumentation afin de positionner l'originalité de notre travail.

1.2.1 Instrumentation utilisant les capteurs à fibre optique

Les capteurs à fibre optique offrent plusieurs avantages comme une excellente sensibilité (<0.1 nm), une très bonne stabilité, un faible encombrement ($\varnothing \approx 125\mu\text{m}$ comparable à la taille des plis), un coût modéré, la possibilité de fonctionnement en milieu hostile (haute température ou environnement radioactif), une longue durée de vie, l'insensibilité aux perturbations électromagnétiques, etc....

La fibre optique est un guide d'onde lumineuse formé d'un cœur d'indice de réfraction n_1 , entouré d'une gaine d'indice n_2 avec $n_1 > n_2$. Cette différence d'indice induit un confinement de la lumière dans le milieu d'indice le plus élevé et une propagation avec moins de pertes. Souvent la fibre peut être plus complexe en intégrant d'autres éléments (miroir, réseau de diffraction ou réseau de Bragg, interféromètre...) lui permettant d'assurer d'autres fonctions (réflexion, diffraction, interférométrie...).

Pour faire de la fibre optique un capteur, on analyse (à l'aide d'un photodétecteur) les effets produits par des grandeurs physiques (déformation, température) sur une lumière laser traversant cette fibre. Le phénomène à mesurer (la mesurande) agit directement ou indirectement sur l'onde lumineuse en modifiant certaines caractéristiques de l'onde comme l'intensité, la phase, la polarisation, la longueur d'onde...

Pour l'instrumentation des matériaux, plusieurs méthodes d'utilisation de la fibre optique existent [20–24] ; mais les fibres à réseaux de Bragg ou FBG (Fiber Bragg Grating) sont les plus utilisées pour l'instrumentation à cœur des matériaux composites [24–33]. Le réseau de Bragg est obtenu grâce à une variation juxtaposée de l'indice de réfraction du cœur de la fibre, formant ainsi une série de fentes parallèles de pas Λ . Dans l'exemple de la figure 1.9, la température ou les déformations provoquent une modification du pas du réseau, qui induit à son tour un décalage de la longueur d'onde (λ) du faisceau réfléchi. L'analyse de ce décalage permettra de caractériser l'évolution des grandeurs étudiées.

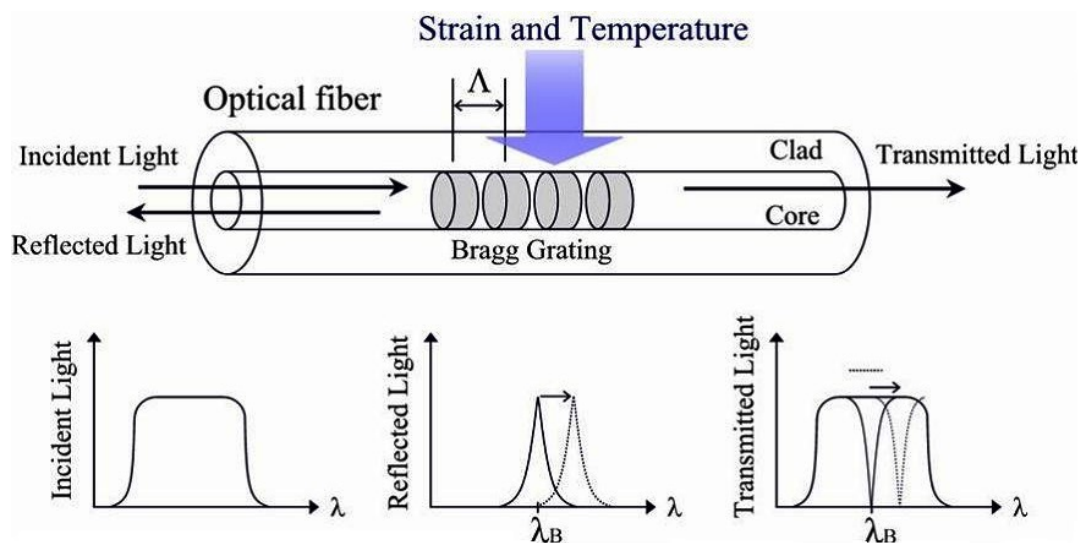


Figure 1.9 : Principe de détection par fibre optique [28]

Les capteurs à base de la fibre à réseaux de Bragg sont utilisés pour instrumenter un matériau composite soit pour effectuer le suivi de cuisson, soit pour la caractérisation en post-cuisson (SHM ou CND) de ce matériau [20–33].

Mulle et al., Collombet et al. [31– 33] ont utilisé ce type de capteur pour effectuer à la fois un suivi de cuisson et la caractérisation mécanique en post-cuisson des éprouvettes en matériaux composites époxy/carbone. Lors du suivi de cuisson en autoclave, ils obtiennent des informations sur la température et les contraintes au sein du matériau. Ils ont effectué d'abord

des analyses rhéologiques de la résine par **DSC** (Differential Scanning Calorimetry), et **TMA** (Thermal Mechanical Analysis) afin de définir des transitions caractéristiques du cycle de cuisson (gélification et vitrification). Puis une corrélation entre les résultats obtenus à l'aide de la fibre optique et les caractéristiques rhéologiques de la résine a permis de valider leur méthode de suivi de réticulation de la résine par mesures des déformations et de constater la présence de contraintes résiduelles qui se mettent en place en fin du cycle (figure 1.10). Les auteurs ont aussi démontré la possibilité d'utiliser ces capteurs pour la caractérisation post-cuisson du matériau par des mesures de déformations lors des tests en flexion 4 points.

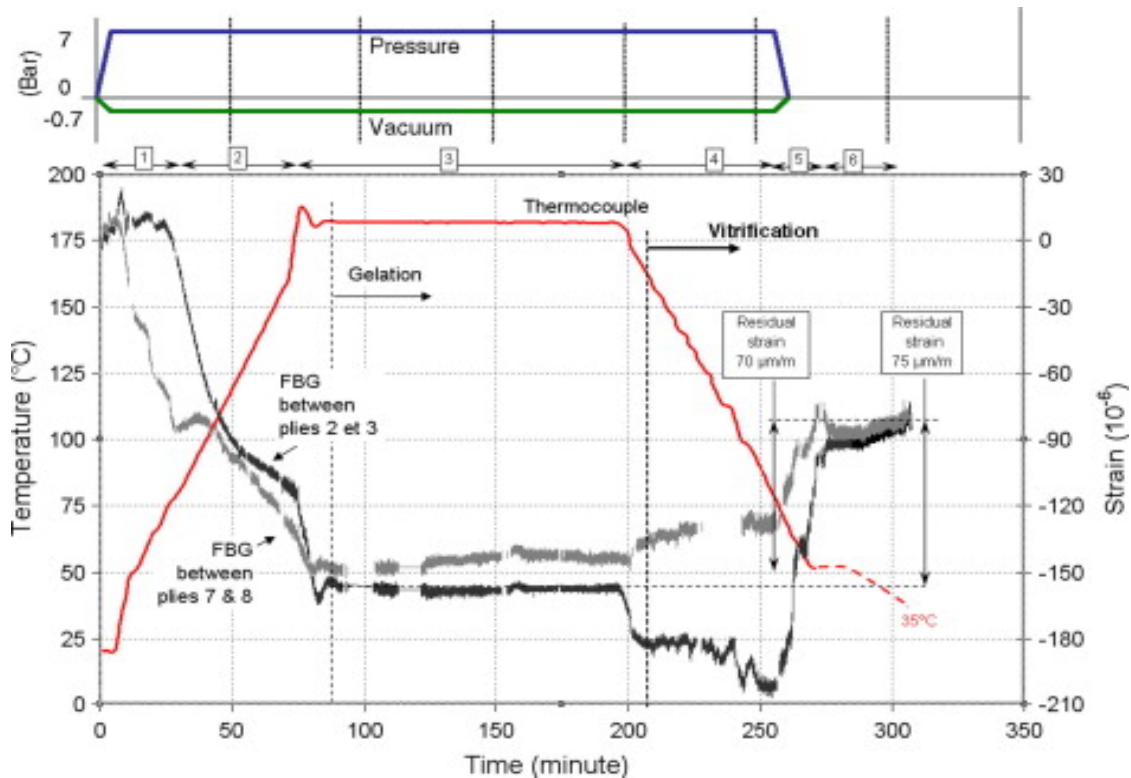


Figure 1.10 : Déformations mesurées l'aide de fibre optique à réseau de Bragg au sein d'un matériau composite lors de sa réticulation [32]

Malgré les avantages qu'offrent les capteurs à fibre optique, leur utilisation reste encore délicate pour instrumenter les matériaux composites, notamment à cause de la complexité du système d'acquisition souvent encombrant, coûteux, et une analyse complexe des résultats.

1.2.2 Instrumentation utilisant les capteurs piézo-électriques

Le principe de la piézo-électricité repose sur les propriétés qu'ont certains matériaux de générer un champ électrique sous l'action d'une contrainte mécanique et inversement de se déformer sous l'application d'un champ électrique. Par conséquent, un corps piézo-électrique peut générer et/ou mesurer des vibrations mécaniques (ou ondes acoustiques). Plusieurs capteurs utilisent ce principe et permettent de mesurer des vibrations, des chocs, des impacts...

Pour instrumenter les matériaux composites, certains capteurs piézo-électriques peuvent être utilisés à distance et sans contact [34], placés à la surface d'une structure [35, 36] ou être intégrés à l'intérieur du matériau composite [37, 38] (figure 1.11).

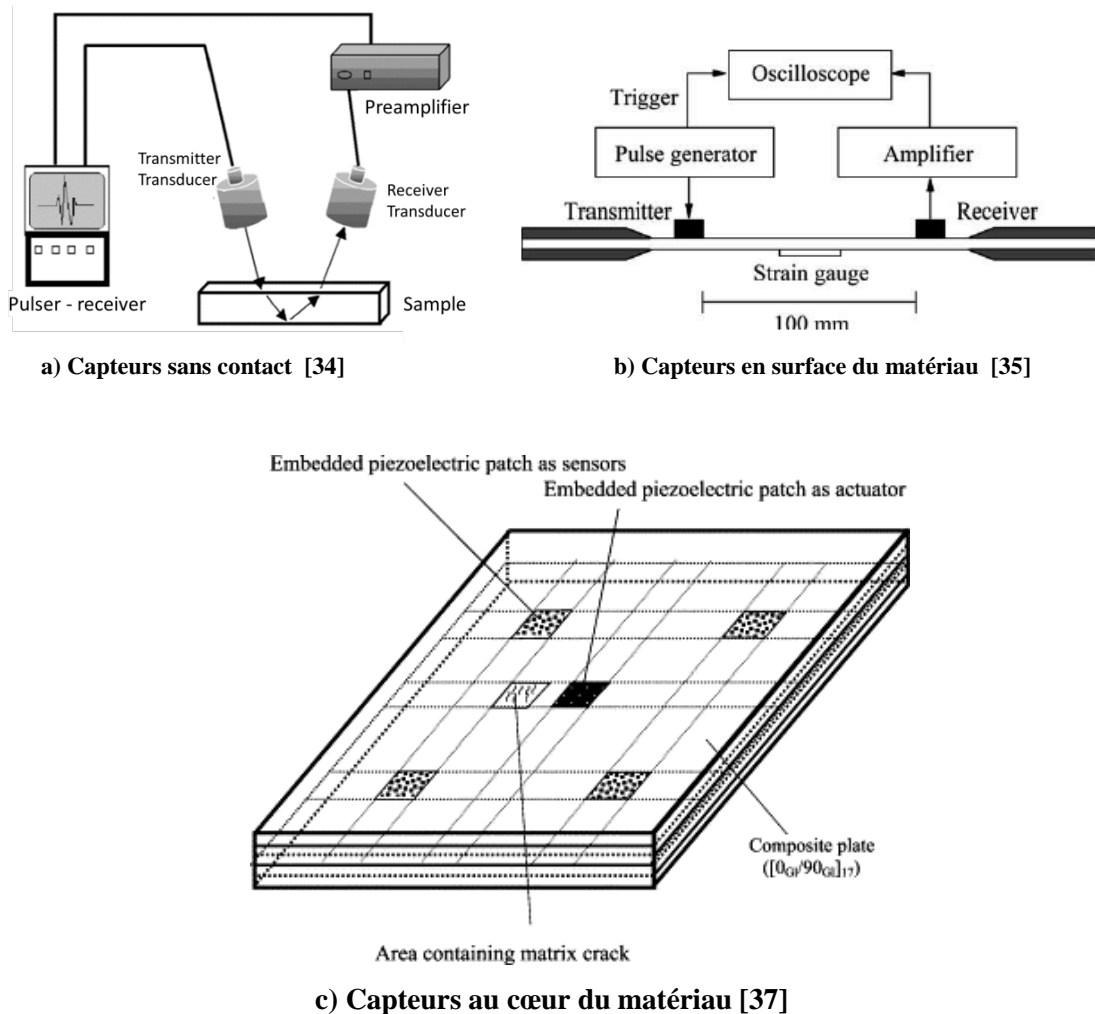


Figure 1.11 : Les différentes méthodes d'utilisation des capteurs piézoélectriques

Les techniques de mesure à distance emploient des capteurs ultrasonores utilisés pour faire le suivi de cuisson du matériau ou le CND en faisant un balayage de l'ensemble de la structure. Pour les applications de contrôle ou de suivi sur les structures (CND ou SHM), ce sont généralement les capteurs piézoélectriques à base de PZT (Titano-Zirconate de Plomb) qui sont utilisés suivant deux modes d'interrogation. Le premier mode, dit mode passif, consiste à « écouter » ce qui se passe dans le matériau (les vibrations) en utilisant un ou plusieurs capteur(s) à transduction piézo-électrique. Le second mode, dit actif, consiste à produire à l'aide d'un transducteur piézo (source) une vibration et à la faire propager dans le matériau composite analysé, puis à collecter cette onde avec le même élément (méthode pitch/catch) ou avec d'autres capteurs (méthode pulse/écho) afin de l'analyser [39 – 40].

Les capteurs fonctionnant en mode passif permettent de détecter l'apparition ou l'évolution d'un défaut qui produit des micro-vibrations dans le matériau composite. Ces types de capteurs sont confrontés aux parasites dus aux vibrations externes ; mais certaines

techniques de mesure et de traitement de signal (mesure du mode propre ou détection synchrone) permettent de définir des signatures du comportement d'une structure afin de faire la différence entre structure saine et défectueuse [40 – 45].

Les capteurs fonctionnant en mode actif permettent de détecter et de localiser (par triangulation) les défauts. L'onde ultrasonore, générée par une source, se propage dans le matériau et interagit avec d'éventuels défauts dans la structure. Des transducteurs (capteurs) placés à différentes positions détectent une modification de l'amplitude, de la phase, ou de la forme de l'onde et permettent de conclure sur la présence et la localisation d'un défaut.

Les travaux de H. Boukabache et al. [43, 44], de S. Zedek et al [42, 45], présentent l'utilisation des capteurs de type PZT qu'ils collent à la surface des matériaux composites aéronautiques pour faire la détection continue des défauts dans les structures afin d'assurer le SHM (Structural Health Monitoring). Ils démontrent à l'aide des deux méthodes (pitch/catch et pulse/écho) combinées à la détection synchrone qu'il est possible de mesurer la variation (due à la présence d'un défaut) de la signature spectrale du signal émis par le PZT. La figure 1.12 montre un exemple de la méthode pulse/écho pour détecter un délaminage. La comparaison entre les signaux reçus au niveau des PZT B et C, montre une perturbation sur le signal émis par le PZT A, due à la présence d'un délaminage dans la structure.

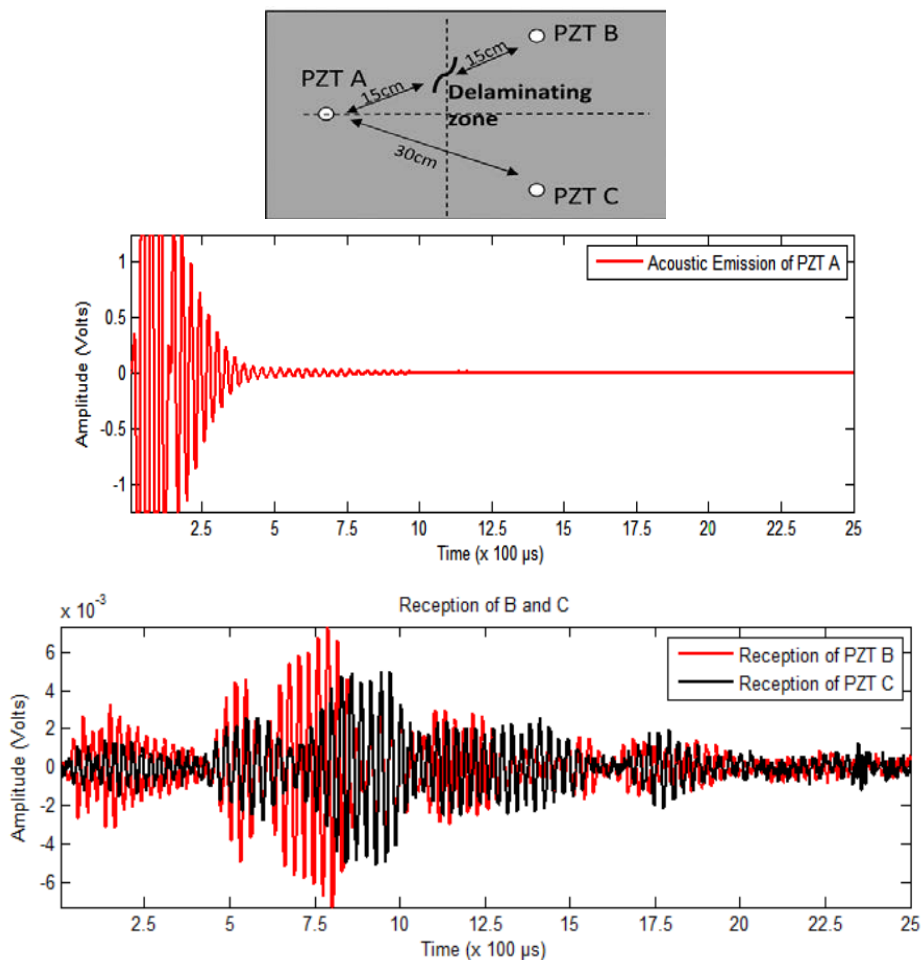


Figure 1.12 : Détection de délaminage par analyse du décalage du spectre du signal d'un PZT à l'aide la méthode pulse/écho. [44]

Cependant, cette technique de détection de vibration sonore nécessite l'emploi d'un nombre élevé de capteurs (réseau de capteurs dense) afin de couvrir toute la surface d'une structure. L'importante quantité de données à traiter, les sources de bruit environnantes, la faible pénétration des ondes de Lamb (profondeur maximum $\approx 5\text{mm}$) [42, 44] et enfin la complexité des signaux quand la structure présente de multiples défauts, viennent fortement limiter l'intérêt de ce type d'instrumentation.

1.2.3 Instrumentation à l'aide de jauges de déformations

Le principe de fonctionnement des jauges extensométriques de déformation est basé sur les variations de la résistance d'un ruban métallique soumis à une déformation mécanique. Ces capteurs se présentent sous forme de fil vibrant [46] ou de serpentín métallique déposé sur un film mince et/ou souple avec diverses formes et tailles [18, 47] (figure 1.13). Ce sont ces derniers types de capteurs qui sont généralement utilisés pour instrumenter les structures en composites pour des applications CND ou SHM. Des jauges, beaucoup plus sensibles, à base de nanotubes de carbone s'emploient également [48].



Figure 1.13 : Différents types de jauges de déformation [47]

Les jauges à transduction par variation de résistance électrique exploitent un phénomène de changement de dimension sous l'influence d'une déformation qui peut être traduit par l'équation I.1. Dans la pratique les faibles variations de résistances sont converties en variations de tension à l'aide d'un pont de Wheatstone (figure 1.14).

$$\frac{\Delta R}{R} = K \cdot \frac{\Delta l}{l} \quad (\text{Eq I.1})$$

Avec R (Ω) la résistance initiale de la jauge avant déformation, ΔR la variation de résistance due à la déformation (Ω), K la constante de proportionnalité liée au matériau appelée facteur de jauge, l la longueur initiale de la jauge (m) et Δl son élongation après déformation (m).

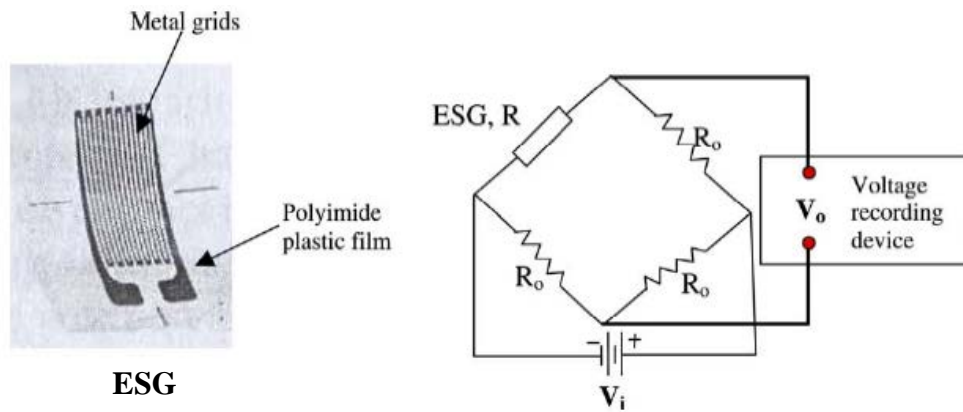


Figure 1.14 : Conversion de la variation de résistance d'une ESG (Electrical Strain Gauges) en variation de tension à l'aide d'un pont de Wheatstone [49]

Ces dispositifs, malgré leur sensibilité réduite, sont très simples à concevoir, à fabriquer et à utiliser. Ils sont largement utilisés pour des mesures d'élongation, de contraction, de torsion ou de cisaillement. Mais leur utilisation nécessite un grand nombre de capteurs et de ressources liées au traitement de données. Enfin, ils ne sont pas adaptés à la détection de micro-vibrations très brèves (chocs, craquements, ...).

1.2.4 Impédancemétrie électrique

Cette méthode est très utilisée pour le suivi de cuisson et de la santé des matériaux composites. Elle regroupe toutes les techniques permettant de faire les mesures des propriétés électriques propres d'un matériau composite à savoir la résistance, la capacité ou la permittivité diélectrique, et l'impédance. En effet, l'impédance électrique peut contenir toutes ces informations en fonction des conditions d'utilisation (niveau de courant utilisé, fréquence, etc.). Cette impédancemétrie électrique se base sur l'injection, via des électrodes, d'un courant électrique dans les fibres de carbone du matériau composite. Dès lors, en fonction des paramètres recherchés, on peut opter pour une analyse de la conduction électrique en régime statique par la mesure de la résistance, ou en régime dynamique (à moyenne et haute fréquences) par la mesure de l'impédance. Plusieurs travaux sur la conduction électrique dans un matériau composite ont été réalisés avec différentes approches de mesure : résistive, capacitive et impédancemétrique. Il est difficile de dissocier ces approches, car souvent c'est l'impédance qui est mesurée, puis la résistance et/ou la capacité sont extraites pour servir d'élément d'analyse. Nous allons donc considérer la définition des approches en fonction du paramètre électrique utilisé pour l'analyse des résultats.

Approche résistive

Dans le cas des matériaux renforcés par des fibres de carbone (CFRP) ou autres fibres conductrices, le matériau peut être considéré comme une résistance électrique (figure 1.15) et est caractérisé en fonction des variations de cette résistance [50 – 55]. La mesure est faite à l'aide d'un courant continu avec très souvent une analyse de la résistivité (ou de la conductivité) du matériau étudié.

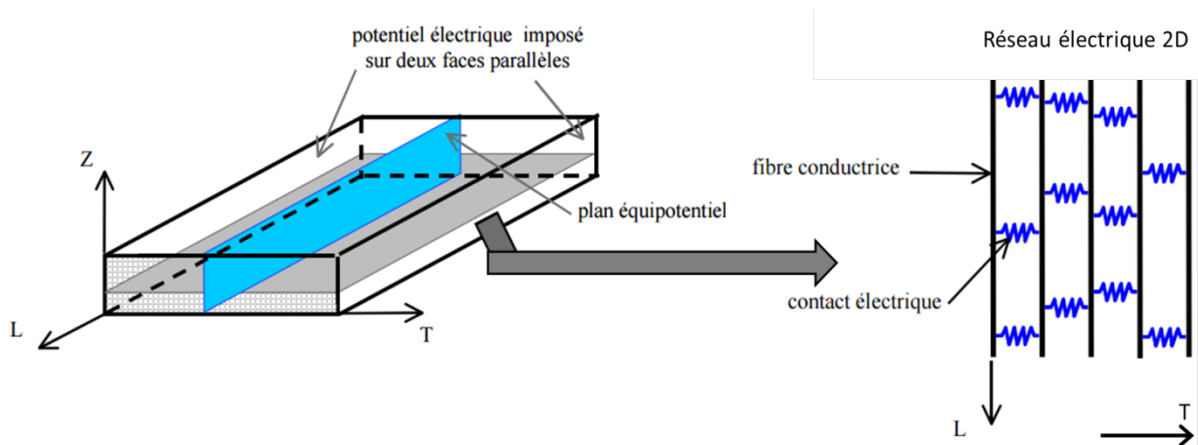


Figure 1.15 : Model résistif de la conduction électrique dans un CFRP [50]

Akira Todoroki a été l'auteur de plusieurs travaux concernant cette méthode [56 – 64]. Dans ses travaux, les électrodes sont disposées à la surface du matériau grâce auxquelles il fait des mesures de résistance lors de la cuisson et sur des échantillons en post-cuisson. Il réussit à mesurer le degré de cuisson avec cette approche (figure 1.16); mais Il conclut que le degré de cuisson serait mieux estimé à l'aide de mesures de la capacité [65]. En post-cuisson, il polit la surface du matériau pour établir un contact avec la fibre. Puis, il démontre qu'il est possible d'utiliser la variation des valeurs de la résistance pour faire une détection des défauts (ruptures de fibres, fissure et délaminage) sur des matériaux composites époxy/carbone. Il est même possible de localiser un défaut à l'aide d'un réseau d'électrodes permettant de faire des mesures multipoints [66]. La figure 1.17 présente les résultats de quelques tests en traction réalisés sur des échantillons unidirectionnels et quasi-isotropes. L'auteur démontre le caractère anisotrope du matériau par le fait que la résistivité du matériau dépend de l'orientation et du taux volumique des fibres (tableau 1.4). La conductivité électrique mesurée dans le sens longitudinale (σ_0) est beaucoup plus grande que celles mesurées dans le sens transversal intra-ply (σ_{90}) et dans l'épaisseur du matériau (σ_T) [57].

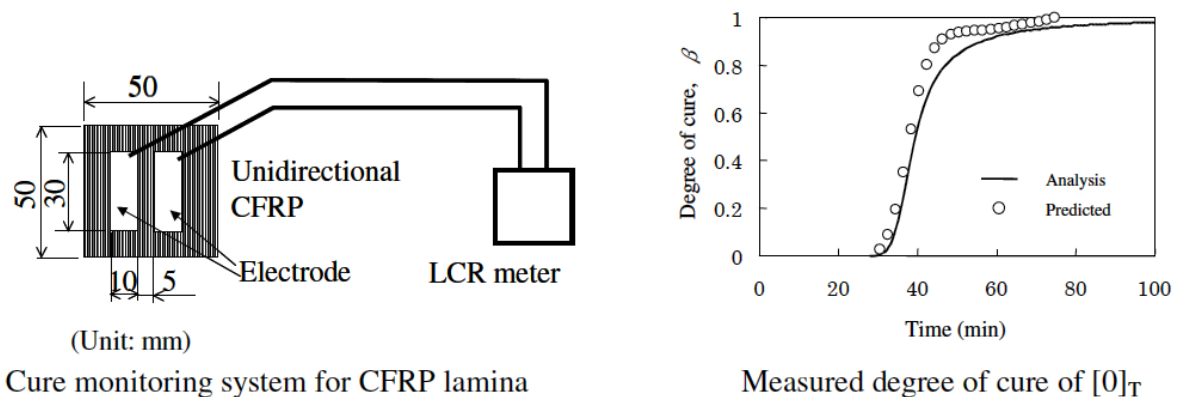


Figure 1.16 : Détermination du degré de cuisson à l'aide des mesures résistives [65]

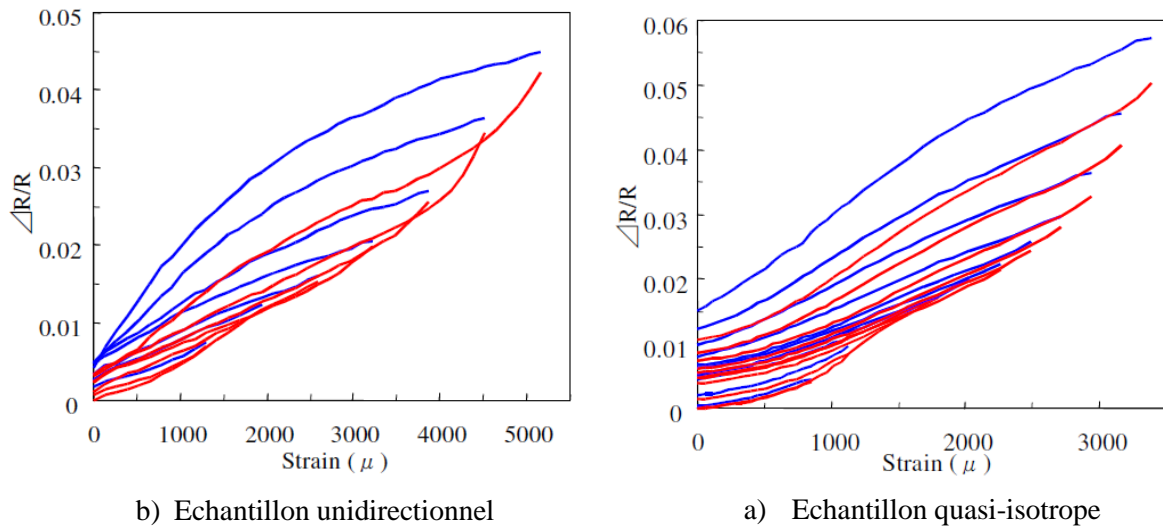


Figure 1.17 : Variation des résistances longitudinales en fonction des déformations lors des tests en traction [65]

V_f	σ_0 (S/m)	σ_{90}/σ_0	σ_t/σ_0
0.40	3700	$1.8 \cdot 10^{-4}$	$1.6 \cdot 10^{-5}$
0.47	4600	$1.1 \cdot 10^{-3}$	$2.2 \cdot 10^{-4}$
0.62	5500	$3.7 \cdot 10^{-2}$	$3.8 \cdot 10^{-3}$

Tableau 1.4 : Conductivité (σ) d'un matériau composite en fonction du taux volumique (V_f) et l'orientation des électrodes par rapport à celle des fibres. [57]

Wang et Chung [67] brûlent les extrémités de leurs échantillons pour mettre à nu les fibres de carbone afin de prendre contact à l'aide des électrodes. Puis ils réalisent un monitoring de cuisson du composite époxy/carbone en suivant l'évolution des valeurs de la résistance en fonction du nombre de plis du matériau et de la pression appliquée lors du cycle de cuisson. Ils montrent que la résistance du matériau tend vers des valeurs négatives au fur et à mesure que le cycle avance et que les contacts entre les électrodes et le matériau ou le contact entre les fibres des différents plis s'améliorent (figure 1.18). Pour toutes ces raisons, les valeurs de la résistance peuvent décroître lors du cycle de cuisson ; cependant le signe négatif pourrait être dû aux erreurs de mesures liées aux faibles valeurs de résistance pour les lesquelles il faudrait un appareil de haute précision pour effectuer une mesure fine. Une autre solution peut être trouvée en configurant les échantillons de tests afin d'obtenir des valeurs de résistances relativement élevées pour qu'elles soient raisonnablement mesurables.

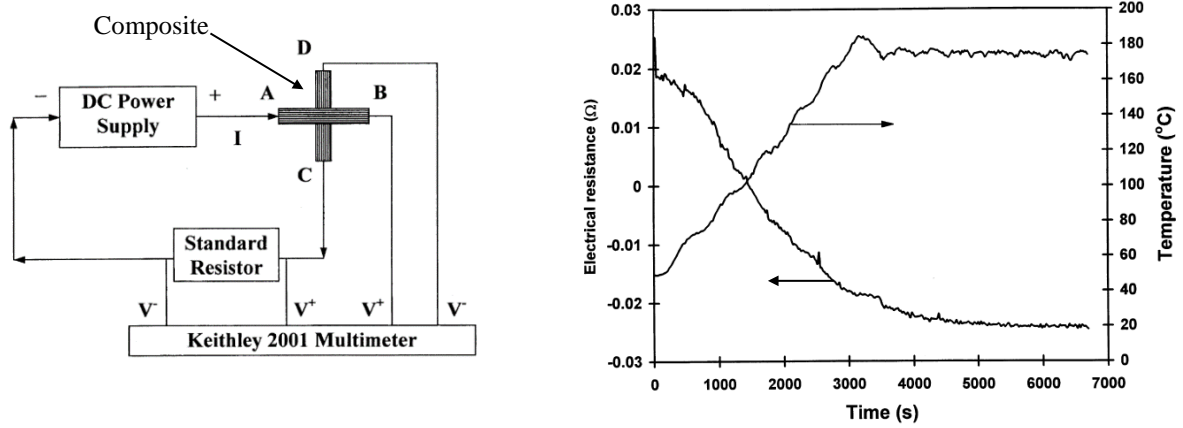


Figure 1.18: Mesure de la variation de la résistance électrique dans un composite époxy/carbone lors d'un cycle de cuisson [67]

Jellid et al. [68] utilisent des électrodes rondes (diamètre =1,5mm) en alliage à base de cuivre et d'argent, insérées au niveau des plans médians des éprouvettes composites époxy/carbone pour étudier les variations de la résistance électrique du matériau lors de son cycle de cuisson (figure 1.19). Ils définissent 4 zones (en fonction de la variation de la valeur de la résistance) qu'ils interprètent en fonction d'une étude par DMA (Dynamic mechanical analysis), d'une étude à l'aide d'alliages à mémoire de forme (AMF) et d'un suivi de cuisson par observation sous microscope optique à transmission en lumière polarisée. Ils établissent un diagramme TTT pour identifier les points de gélification et de vitrification par corrélation des résultats obtenus lors de ces études (figure 1.20). Les résultats obtenus par Jellid sont satisfaisants ; mais l'auteur réalise la mesure de la résistance à une fréquence de 1kHz et non à courant continu. En fait, une résistance pure ne varie pas avec la fréquence. Si lors d'une mesure de résistance les valeurs varient avec la fréquence c'est qu'il existe d'autre élément réactif (capacitif et/ou inductif) dans le model du circuit étudié (Cf. partie modélisation). Il serait donc plus correct de faire soit une mesure de résistance en courant continu, soit une mesure d'impédance en haute fréquence.

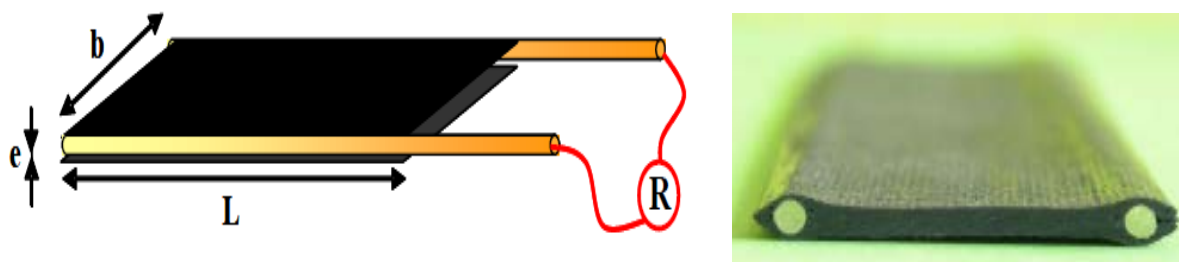


Figure 1.19 : Instrumentation du matériau composite époxy/carbone [68]

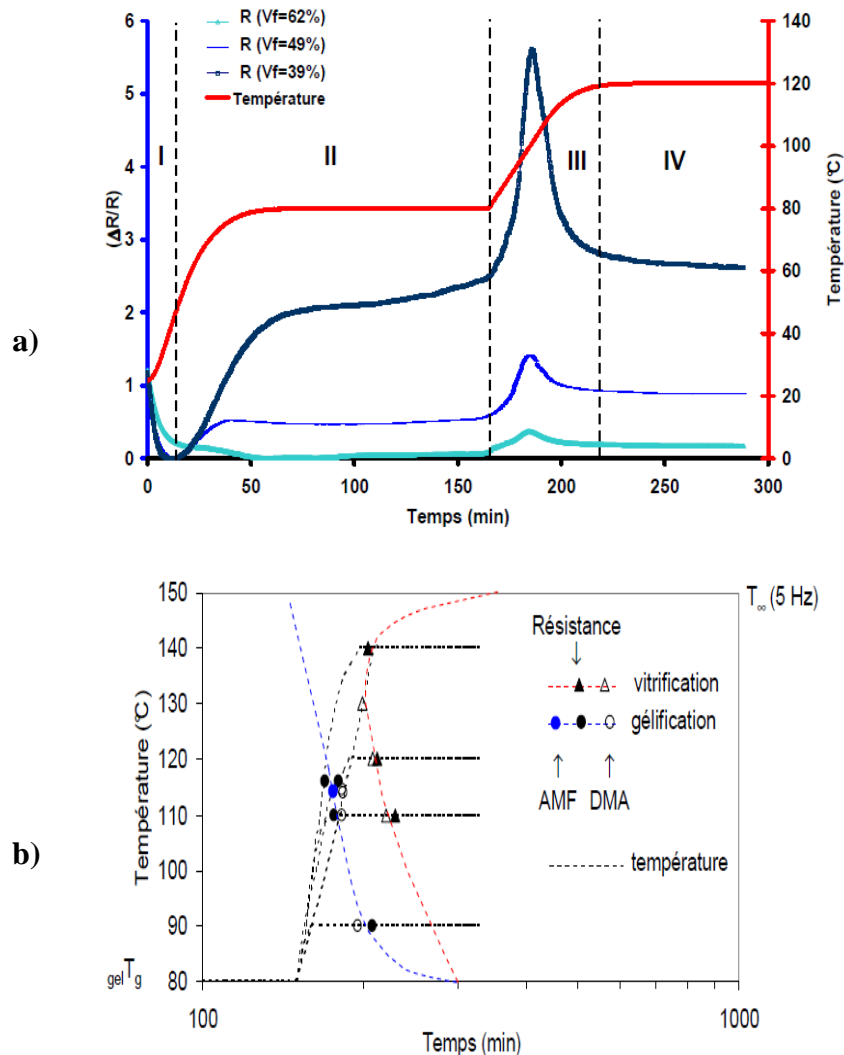


Figure 1.20 : Résultats de suivis de cuissons d'un matériau composite époxy/carbone ; a) Variation de résistance lors du cycle de cuisson sur 3 types de matériaux avec différents taux de fibres ; b) Diagramme TTT [68]

Le principal problème à résoudre avant de procéder à la mesure de la résistance électrique d'un CFRP est celui du contact entre électrodes de mesure et les fibres de carbone. Pour qu'une mesure soit fiable, la résistance due aux contacts doit être de très faible valeur par rapport à celle du matériau et elle doit rester constante lors des essais afin de ne pas perturber l'information utile. Donc la nature et la qualité des contacts vont être déterminantes dans l'exploitation des résultats de mesures.

Abry et al. [69–70] utilisent un moyen d'instrumentation par dépôt électrolytique de cuivre après polissage de la surface de la pièce en matériau composite époxy/carbone afin de garantir un meilleur contact entre les fibres de carbone et les électrodes de mesure. Ils réalisent, en post-cuisson, des essais de caractérisations électriques et mécaniques afin de faire l'étude de l'endommagement ou du vieillissement du matériau. Ces études ont montré que la conduction électrique dans les stratifiés CFRP unidirectionnels est produite à la fois le long de la direction des fibres et dans les directions transversales en raison de contacts entre fibres

voisines et les plis adjacents. Dans le sens longitudinal, la résistance mesurée est directement liée au nombre de fibres conductrices (fibres en contact avec les électrodes). Dans les sens transversaux (largeur et épaisseur), la résistance mesurée est liée à la percolation. La résistivité transversale est donc gouvernée par le taux de percolation et l'orientation des fibres. Lorsque le taux de fibre est supérieur à 45 % le matériau passe brusquement de l'état isolant à l'état conducteur dans les sens transversaux, puis sa conductivité électrique augmente lentement avec le taux de fibre. Comme la majorité des structures réalisées en matériaux composites à l'aide de fibres conductrices est faite avec des taux de fibres autour de 60%, la conduction électrique est donc assurée de manière anisotrope dans toutes les directions considérées au sein du matériau. La figure 1.21 et le Tableau 1.5 montrent l'évolution des résistances électriques mesurées dans les trois directions du matériau (longueur, largeur et épaisseur). Grâce à la sensibilité de la mesure de la résistance électrique aux tests mécaniques, les auteurs concluent qu'un CFRP peut être vu comme un "matériau intrinsèquement sensible" dans lequel les fibres sont les capteurs in situ pour la détection des dommages, en particulier pour la détection de rupture de fibres. La figure 1.22 montre quelques tests mécaniques réalisés par les auteurs.

A propos de cette approche résistive, de nombreux autres travaux ont été menés afin de caractériser le comportement des CFRP [71–88]. Bien que cette approche soit prometteuse, il reste encore à développer une méthode d'instrumentation simple, robuste et intégrable servant à la fois au suivi de cuisson et aux tests ou caractérisations en post-cuisson.

	Sens longitudinal	Sens de la largeur	Sens de l'épaisseur
V_f	ρ_L (Ω/m)	ρ_{tw} (Ω/m)	ρ_{tt} (Ω/m)
0.43	$4.72 \cdot 10^{-5}$	$4.67 \cdot 10^{-1}$	16
0.49	$3.71 \cdot 10^{-5}$	$1.13 \cdot 10^{-1}$	2.83
0.58	$2.93 \cdot 10^{-5}$	$4.16 \cdot 10^{-2}$	$4.82 \cdot 10^{-2}$

Tableau 1.5 : Résistivité (ρ) d'un matériau composite époxy/carbone en fonction du taux volumique (V_f) et l'orientation des électrodes par rapport à celle des fibres. [69]

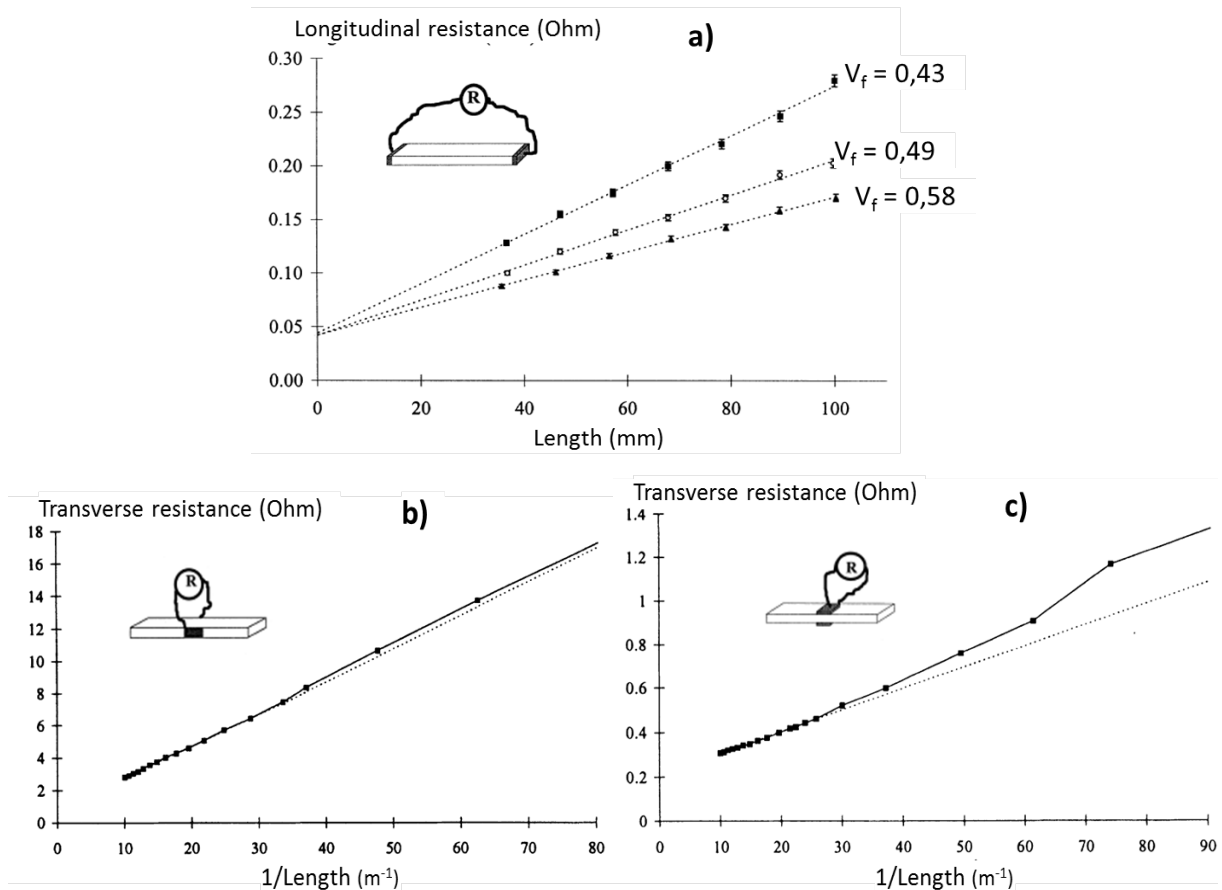
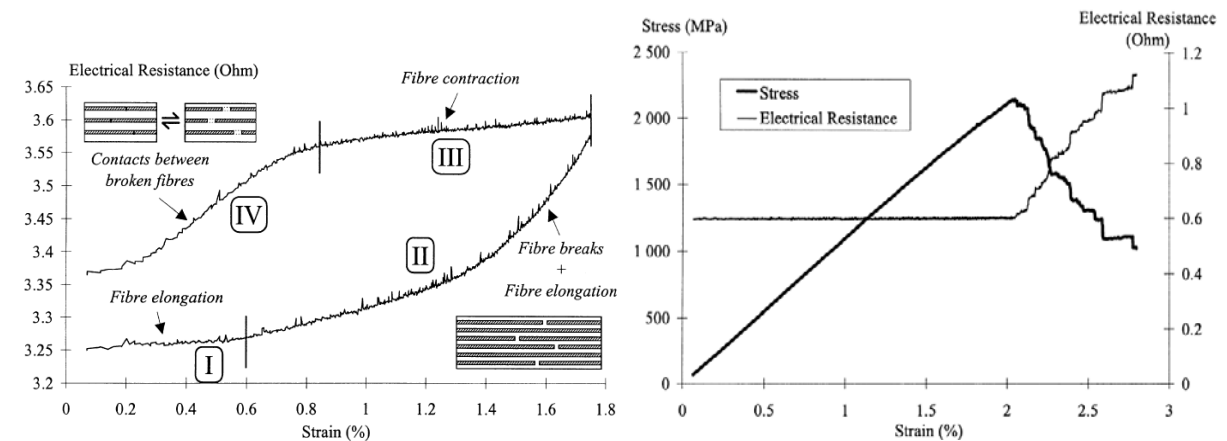


Figure 1.21 : Variation des valeurs de résistances mesurées dans les trois directions : (a) longitudinale ; (b) dans le sens de la largeur ; (c) dans le sens de l'épaisseur [69]



(a) Variation de la résistance électrique longitudinale lors du 1^{er} cycle chargement/déchargement pendant un essai de flexion par flambement monotone

(b) Variation de la contrainte et de la résistance électrique longitudinale sur la face en traction de l'échantillon en fonction de la déformation lors d'un essai de flexion par flambement monotone à rupture

Figure 1.22 : Variation de la résistance lors des tests mécaniques sur des échantillons UD [69]

Approche capacitive ou diélectrique

Cette approche repose sur l'analyse du comportement de la résine (matrice isolante) qui présente une capacité que l'on doit mesurer avec un courant alternatif. L'analyse peut se faire aussi à travers d'autres paramètres liés à la capacité comme la permittivité diélectrique ou les pertes diélectriques.

Ryan Mills et al. [89] exploitent l'évolution de la permittivité comme indicateur de polymérisation pour faire le suivi de cuisson de la résine époxy. Ils indiquent que le temps de cycle de cuisson peut être ajusté pour réduire la variabilité du produit à travers le développement d'un système de surveillance en temps réel. Mais il manque une corrélation exacte entre le degré de cuisson et les variations de la permittivité. De plus l'effet de la température sur la capacité observée n'est pas pris en compte.

Kobayashi et al, Inada et Todoroki [90, 91] considèrent le matériau comme une résistance en parallèle avec une capacité. Pour instrumenter le matériau, Inada et Todoroki utilisent deux électrodes qu'ils collent à la surface du matériau, et Kobayashi et al utilisent une matrice d'électrodes flexibles afin de faire une mesure distribuée et que toutes les électrodes prennent la forme du matériau sur lequel elles sont placées (figure 1.23). Les auteurs procèdent uniquement à la mesure des valeurs de la capacité au cours des cycles de cuissons. Ils ont pu évaluer le degré de cuisson ou de réticulation de la résine grâce à une corrélation avec les mesures DSC (Differential Scanning Calorimetry). La bonne concordance entre les deux types de mesures amène les auteurs à conclure que la mesure de la capacité peut servir à faire un monitoring en temps réel d'une cuisson, mais qu'il y a une incertitude sur la détermination de la fin du durcissement de la résine.

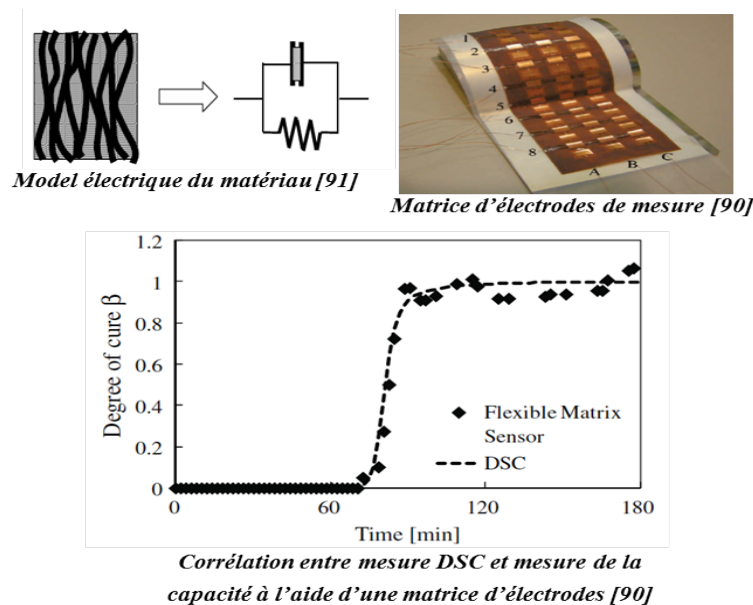


Figure 1.23 : Evolution de la capacité lors d'un cycle de cuisson à l'aide d'une matrice d'électrodes

D'autres catégories de capteurs sont appelées capteurs diélectriques (électrodes souvent sous forme de serpentins) très répandus sur le marché sous plusieurs formes ou configurations (figure 1.24). Ils permettent de réaliser une analyse diélectrique (DEA pour Dielectric Analysis) par la mesure des propriétés diélectriques (capacité, permittivité, facteur de perte, viscosité des ions...) des matériaux isolants. L'analyse diélectrique est utilisée dans l'étude des CFRP afin d'étudier uniquement le phénomène de réticulation de la résine pour de déterminer son degré de cuisson.

Huan L. Lee [92] fait une étude détaillée de cette mesure diélectrique appliquée sur plusieurs types de matériaux, notamment les CFRP. Il instrumente la surface du matériau composite à l'aide d'électrodes circulaires, sous forme de serpentin, développées par la société Lambient Technologies. Les échantillons provenant d'un lot unique de CFRP ont été testés pour la répétabilité et l'effet de la température sur le taux de réticulation. Les données de suivi de réticulation ont permis d'identifier les points critiques caractéristiques de durcissement tels que le moment où la viscosité d'ions est minimale, la pente maximale du log de la viscosité d'ions et le temps où on peut mettre fin au durcissement. L'étude montre également que le temps de durcissement diminue au fur et à mesure que la température de cuisson augmente.

Plusieurs études [93–102] ont été menées avec cette méthode dite diélectrique, qui donne uniquement le comportement ou les caractéristiques de la résine sans tenir compte des fibres de carbone se trouvant dans le matériau ou des effets du mélange.

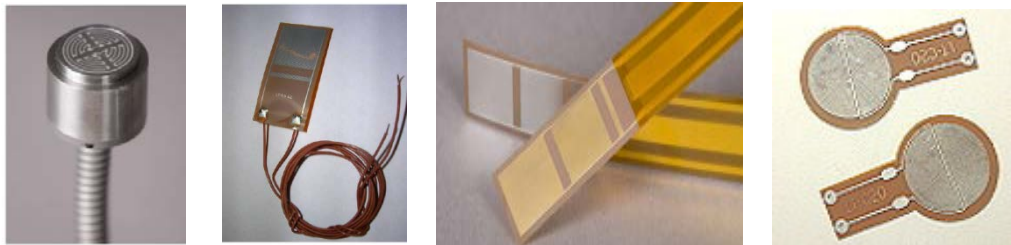


Figure 1.24 : Différents types de capteurs diélectriques [92]

Approche impédancemétrique

Dans ce cas d'analyse, la description ou la modélisation de la conduction du courant électrique dans le matériau est plus complexe et doit tenir compte de tous les paramètres électriques entrant en jeu (résistance, capacité, inductance). Une analyse globale peut être faite en tenant compte de tous les paramètres par mesure de l'impédance (Z) [103, 104], ou en extrayant quelques-uns (résistance et/ou capacité) [70, 71, 105]. Cette approche semble plus riche en informations sur le matériau et son état, car elle tient compte simultanément des phénomènes de la partie conductrice (fibres de carbone) et isolante (matrice en résine époxy) du matériau.

Abry [70, 105] considère le matériau composite époxy/carbone comme une résistance pour détecter la rupture des fibres. Il a aussi modélisé le matériau comme un circuit RC parallèle ayant une impédance caractéristique Z afin de faire la détection de la fissuration matricielle et de délaminages. En effet les fissurations conduisent au remplacement de la résine époxy par l'air, et créent ainsi une diminution de la partie imaginaire de l'impédance complexe (Z''). Dans le cas où aucun délaminage ne se produit, les contacts entre fibres dans le sens transversal ne sont que très légèrement modifiés, ce qui n'a donc que très peu d'influence sur la partie réelle de l'impédance (Z'). En revanche, les délaminages, en plus de créer des zones où l'air remplace la résine, et donc de conduire à une diminution Z'' , modifient les contacts entre les fibres dans le sens transversal. La partie réelle de l'impédance

Z' subit elle aussi une augmentation. De cette façon, il est possible de faire une distinction entre délaminages et fissurations matricielles.

Skordos et Partridge [103] utilisent un modèle plus complexe pour représenter la conduction électrique au sein d'un matériau composite RTM6/carbone (figure 1.25). A l'aide d'électrodes interdigitées, il réalise un suivi de cuisson en mesurant l'évolution de la partie réelle (Z') et de la partie imaginaire (Z'') de l'impédance. Les auteurs montrent que la tendance de la variation de Z'' dépend de la température du cycle pour une cuisson isotherme ou dynamique. Puis ils montrent que, grâce à la mesure de Z'' , lors d'un cycle de cuisson classique il est possible de faire un monitoring de cuisson (figure 1.26).

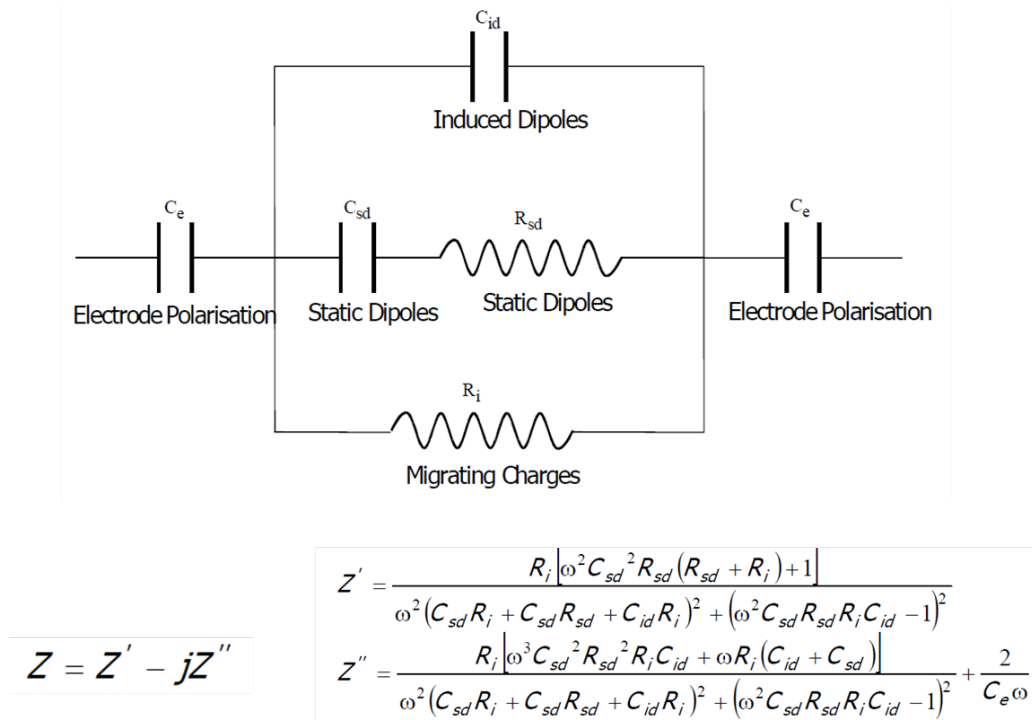


Figure 1.25 : Modèle électrique d'un matériau composite époxy/carbone [103]

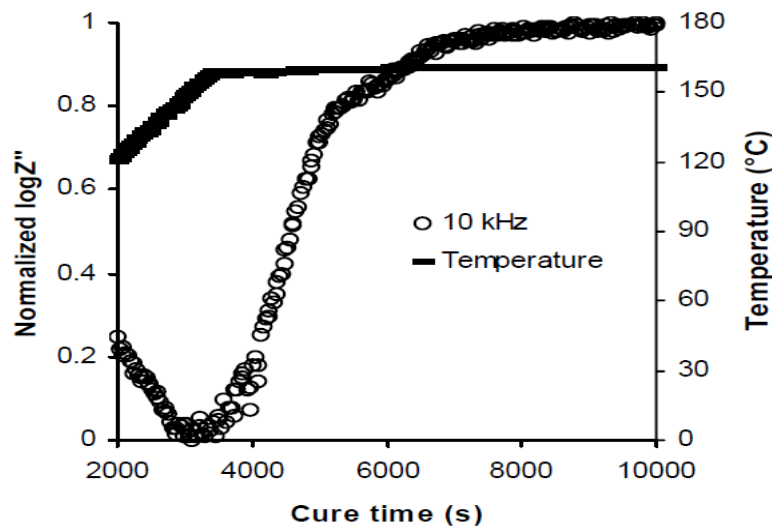


Figure 1.26 : Suivi de cuisson d'un matériau composite époxy/carbone par mesure la partie imaginaire de l'impédance électrique du matériau [103]

L'ensemble de ces approches impédancemétrique sont utilisables à la fois pour le suivi de cuisson et pour les caractérisations en post-cuisson ou en service. Elles offrent également de nombreux avantages comme la simplicité, la robustesse (fonctionnement en milieu hostile en température et en pression), le faible coût... Cependant les éléments fondamentaux permettant d'analyser le matériau, notamment l'appareil de mesure (ou les paramètres de mesures) et la méthode d'accès, varient d'une méthode à une autre. La méthode d'accès au matériau est un élément très important, influençant les résultats des études, car accéder aux propriétés électriques liées uniquement au matériau exige d'optimiser l'interface électrode/fibres pour la rendre négligeable. Donc, pour un matériau composite carbone/époxyde, il faut une meilleure intimité de contact entre les fibres de carbone et l'électrode de mesure. Les méthodes d'accès ou d'instrumentation proposées dans la littérature présentent généralement deux façons de prendre contact avec le matériau :

- La première méthode consiste à éliminer la résine superficielle (par polissage, brulure...) et à prendre contact avec les fibres de carbone soit en collant des électrodes à l'aide d'une colle conductrice ou par dépôt électrolytique. Cette méthode ne permet pas de faire un suivi de cuisson car l'instrumentation se fait après la cuisson et les contraintes d'adhésions liées à la colle (décollage, vieillissement...) posent des problèmes de fiabilité des résultats.
- La seconde méthode consiste à insérer des électrodes dans le matériau afin d'améliorer les contacts entre électrodes et fibres de carbone. L'insertion se fait avant la cuisson lors des préparations des échantillons, il est donc possible de faire un suivi de cuisson dans ce cas. Mais les électrodes employées actuellement sont de taille importante, il y a donc un risque qu'ils affectent les mesures et l'intégrité des structures fabriquées.

Enfin, de toutes ces approches de caractérisation du matériau composite, c'est celle d'impédancemétrie électrique que nous avons retenue dans le cadre de cette thèse, car elle offre la possibilité d'avoir une instrumentation simple, fiable, robuste, peu couteuse et utilisable à la fois pour le suivi de cuisson et pour les caractérisations en post-cuisson ou en service (suivi de la santé des structures composites). Nous allons donc étudier cette approche en y apportant nos contributions afin de la rendre facilement utilisable dans des applications industrielles.

Conclusion

Les matériaux composites à fibre de carbone ou polymères à renfort fibre de carbone (PRFC) sont des matériaux à structure complexe et anisotrope. Ils ont un procédé de fabrication différent de celui des matériaux classiques car le matériau et le produit final sont réalisés en même temps. Malgré les avantages (résistance mécanique, légèreté, etc.) qu'offrent ces matériaux et leur grande utilisation dans les domaines de l'aéronautique et le spatial, les techniques d'instrumentation et de caractérisation restent délicates à mettre en œuvre et s'imposent difficilement dans l'industrie. Cela est dû à la complexité ou aux coûts qu'engendrent les techniques employées. Ils varient en fonction du type d'application et ont chacune leurs avantages et inconvénients.

La méthode d'impédancemétrie électrique est celle qui nous semble la plus adaptée en fonction des avantages suivants : simplicité, robustesse, fiabilité, bas coût, combinaison du suivi de cuisson et de santé avec les mêmes électrodes d'accès électrique. En effet, la nature conductrice des fibres de carbone (T700) et isolante de la matrice (M21) rend possible cette impédancemétrie par une analyse en régime continu où la résistance électrique traduit la conduction dans/entre fibres, et une analyse à haute fréquence pour être aussi sensible à la capacité liée à la conduction dans la résine isolante. Donc le matériau devient le capteur lui-même. On peut alors parler de matériau intelligent qui, outre les performances mécaniques qu'il offre, intègre une détection in situ.

Même si cette analyse de la conduction a déjà été amplement explorée, de nombreux points nécessitent d'être traités avec des méthodes permettant de l'améliorer et de l'utiliser dans des applications industrielles. Le premier point consiste à définir un modèle, décrivant le plus fidèlement possible la conduction électrique dans le matériau en tenant compte de son caractère anisotrope. Puis, corréler les données de ce modèle avec les données rhéologiques ou mécaniques afin de remonter aux comportements micro-structurels du matériau lors de sa cuisson ou en service. Ceci peut permettre de faire des optimisations ou de détecter d'éventuels défauts ou endommagements dans les structures. D'autres points nécessitant d'être améliorés résident dans les méthodes d'injection de courant et d'analyse (méthodes d'instrumentation) afin de minimiser les effets des éléments de mesures. Dans le but d'apporter des améliorations, tous ces points seront respectivement abordés dans la suite de ce travail.

Chapitre 2 Modélisation et développement d'une instrumentation impédancemétrique pour la caractérisation des matériaux composites

Introduction

Le comportement d'un matériau composite par analyse de ses propriétés électriques (conductrices ou isolantes) est exploré depuis quelques années [9, 54, 107, 108]. Dans ces études, le matériau est modélisé par une résistance [109-113], une capacité [114-116], ou un circuit plus complexe avec une impédance caractéristique \underline{Z}_c [105, 117-119]. La méthode de caractérisation consiste à appliquer une tension continue ou sinusoïdale dans le matériau, et à mesurer le courant résultant. Puis, à l'aide des équations physiques (loi d'Ohm, loi de Pouillet, lois de propagation d'ondes...) plusieurs grandeurs électriques sont déduites (résistance, capacité, impédance, résistivité, permittivité...) et corrélées au comportement du matériau. Des variations de ces grandeurs peuvent être mesurées lors de la cuisson du matériau, suite à un endommagement, ou encore pour la détection de défauts sur des structures en service. La majorité de ces études, menées en laboratoires restent au stade expérimental. Certaines sont actuellement utilisées dans l'industrie [92] mais restent complexe et n'apportent pas de réponses globales aux utilisateurs.

Nous nous proposons, dans cette thèse, de montrer que l'analyse impédancemétrique peut constituer une solution simple, robuste et globale permettant de réaliser à la fois le suivi de cuisson et la caractérisation en post-cuisson de pièces en matériau composite à fibre de carbone. Nous débuterons ce chapitre par la présentation d'un modèle électrique tridimensionnel, tenant compte de l'anisotropie de la conduction électrique dans ce type de matériau multi-ply (stratifié). Puis, seront décrites les plateformes développées pour l'analyse de la conduction suivant les différentes orientations (longitudinale et transverses) et les méthodes d'instrumentation associées. Nous montrerons également l'étude menée pour choisir l'électrode d'accès électrique et présenterons le banc de mesure développé pour le suivi de cuisson en temps réel.

2.1 Modélisation 3D de la conduction électrique dans le matériau

Les matériaux composites à base de fibres de carbone dits « polymères renforcés de fibres de carbone » (**PRFC**) ou « Carbon Fiber Reinforced Polymere » (**CFRP**) sont fabriqués à partir d'un empilement de feuillets (ou plis) pré-imprégnés. Un pli a une épaisseur de $256\ \mu\text{m}$ et est composé d'une matrice et de renforts. La matrice est un polymère thermodurcissable qui assure le maintien et la cohésion des fibres entre elles. Les renforts sont des fibres de carbone de 5 à $10\ \mu\text{m}$ de diamètre qui assurent les performances mécaniques du matériau (résistance, rigidité...) notamment en traction (figure 2.1).

Dans notre cas d'étude, le polymère thermodurcissable utilisé est la résine M21 et la fibre de carbone est de type T700 avec un diamètre de $7\ \mu\text{m}$ [8]. Ce type de matériau présente un arrangement unidirectionnel (**UD**) des fibres. Dans un stratifié, si les plis, et donc les fibres, sont tous orientés dans la même direction on parlera de stratifié unidirectionnel. Pour améliorer les performances d'un stratifié et rendre ses caractéristiques mécaniques moins sensibles à l'orientation des fibres, les plis sont souvent empilés avec un angle de 45° et on parlera de stratifié quasi-isotrope. Ces différentes structures confèrent au matériau des propriétés électriques anisotropes en fonction de l'orientation de la conduction du courant électrique par rapport à l'orientation des fibres.

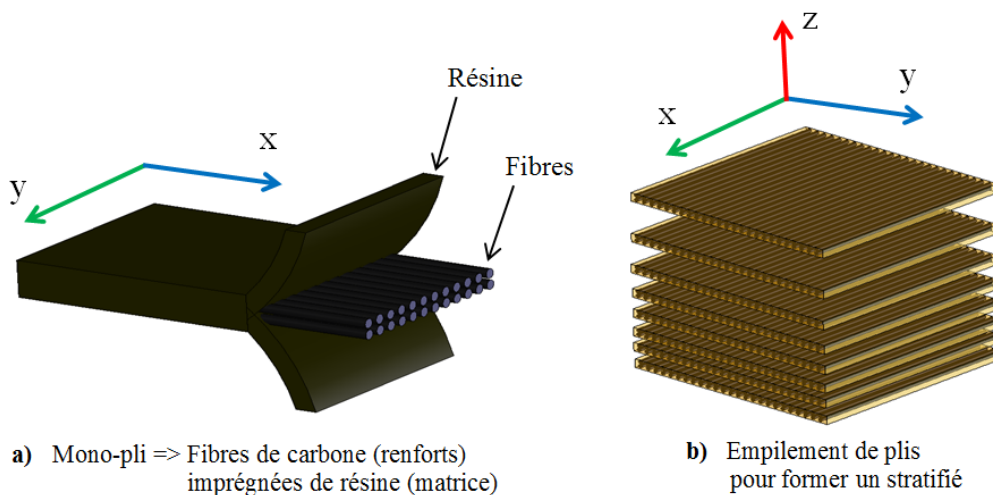


Figure 2.1 : Présentation (a) d'un pli, (b) d'un stratifié composite UD

Le matériau composite étant constitué d'un conducteur (les fibres de carbone qui ont une conductivité de $\sigma_f = 6,25 \cdot 10^4 \text{S/m}$) et d'un isolant (la résine qui a une conductivité très faible de $\sigma_r \approx 10^{-20} \text{S/m}$), la conduction électrique au sein du matériau sera résistive et capacitive. La conduction résistive (en régime continu) traduit la conduction le long des fibres et à travers les points de contact entre fibres. La conduction capacitive rend compte, pour sa part, de la conduction à haute fréquence dans le polymère dans des zones où les fibres sont très proches. Notre modélisation électrique équivalente doit intégrer des mécanismes mis en jeu lors de la conduction du courant au sein du matériau, sans préjuger de l'étalement des lignes de courant par rapport à l'orientation des fibres et tenir compte de la disparité des dimensions. En effet, longueur et largeur des structures peuvent atteindre plusieurs mètres, contre seulement

quelques millimètres d'épaisseur. On disposera d'un modèle à constante répartie sous forme d'une cellule élémentaire (hexapôle) correspondant à un volume de référence. Cette cellule sera composée d'une résistance (R) ou encore d'une résistance et d'une capacité associées en parallèle (R_p et C_p) qui seront caractérisées par une impédance complexe Z . Nous allons donc commencer par l'analyse de la conduction électrique dans le pli (dans le plan des fibres ou plan x, y). Puis, l'analyse de la conduction électrique dans l'ensemble des trois directions (x, y et z) au sein d'un stratifié sera présentée.

2.1.1 Modélisation de la conduction électrique du pli composite carbone

La figure 2.2 présente l'image au microscope d'un pli composite unidirectionnel après attaque chimique de la matrice. Elle montre la structure du pli, dont l'arrangement des fibres maintenues par la résine.

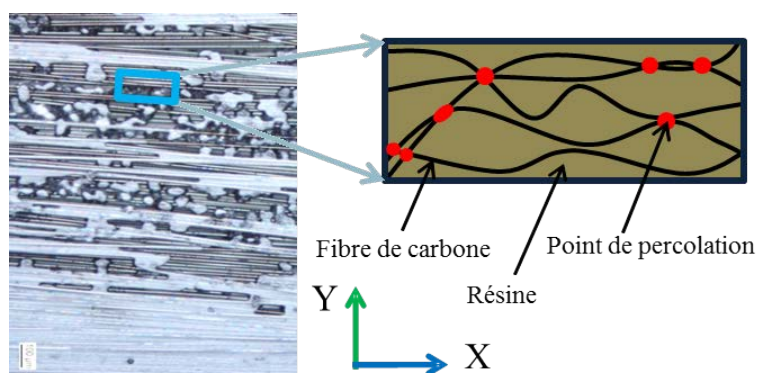


Figure 2.2 : Structure de la surface supérieure du matériau composite étudié

La résistivité électrique des fibres de carbone est très faible devant celle de la résine, donc lorsqu'on injecte le courant dans le sens longitudinal, la conduction s'effectue au sein des fibres (figure 2.3.a). Si l'on considère que le diamètre des fibres est uniforme à $7\mu\text{m}$, l'équipotentielle transversale limite les conceptions inter-fibres. Dès lors, la conduction longitudinale peut être représentée par une simple résistance qui modélise la somme des conceptions résistives dans l'ensemble des fibres contactées (figure 2.3.b). La résistivité du matériau dans le sens longitudinal est donc dictée par celle des fibres de carbone. Dans notre cas, les électrodes placées avant cuisson en surface, ou dans les inter-plis, contactent seulement une fraction des fibres du pli (n_{fc}). Dès lors, la corrélation entre la conductivité longitudinale σ_L mesurée et celle des fibres σ_f n'est plus directement proportionnelle. Néanmoins, déterminer cette conductivité σ_L nous renseignera de façon qualitative sur le matériau. La conductivité électrique du matériau dans le sens longitudinal σ_L est alors donnée par l'équation *Eq.2.1* ci-après :

$$\sigma_L = \sigma_f \cdot V_{fc} \quad \text{Eq.2.1}$$

avec $V_{fc} = n_{fc} \cdot V_f \quad \text{Eq.2.2}$

et $n_{fc} = \frac{\text{taux de fibres contactées}}{\text{taux volumique de fibres}} \quad \text{Eq.2.3}$

V_{fc} est le taux de fibres conductrices défini comme le rapport entre le nombre de fibres contactées aux deux extrémités (parcourues par un courant) et l'ensemble des fibres du pli, caractérisé par le taux volumique de fibres du pli considéré V_f .

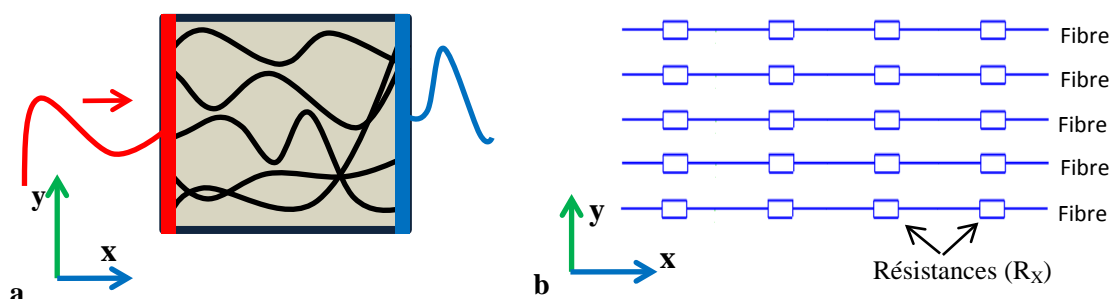


Figure 2.3 : a) Conduction longitudinale du courant dans le matériau et b) son modèle électrique

Comme nous le disions précédemment, la présence de points de contact entre fibres permet des conductions transversales inter-fibres, mais les faibles gradients de potentiel rendent ce mécanisme négligeable et cela justifie notre simplification du modèle qui n'intègre pas de conduction inter-fibre.

A présent, considérons la conduction transversale qui est résistive dans les fibres associées puis à travers les goulots d'étranglement que constituent les points de contact entre fibres (figure 2.4.a). Le nombre de ces points de contact croît avec le taux de fibre, et au-delà d'un seuil, le matériau devient conducteur dans le sens transversal aux fibres. Ce seuil, appelé seuil de percolation, il est atteint lorsque le taux de fibres est de l'ordre de 40 à 45% [4, 120-122]. Une fois ce seuil dépassé, le matériau change de l'état isolant à l'état conducteur, puis sa conductivité électrique croît lentement avec le taux de fibres. Comme la majorité des structures réalisées en matériaux composites à fibre de carbone présente un taux de fibres allant de 50 à 60%, alors la conduction électrique est assurée dans le sens transversal. Cette conduction est résistive à l'intérieur de la fibre de carbone et au niveau des points de percolation. Si le courant électrique est alternatif, une conduction capacitive dans la résine s'ajoute à la conduction résistive. Cette conduction capacitive ne s'exprime que dans les zones où les fibres sont très proches, autour des points de contact. Ce comportement capacitif sera donc directement corrélé au nombre de points de contact (figure 2.4.b).

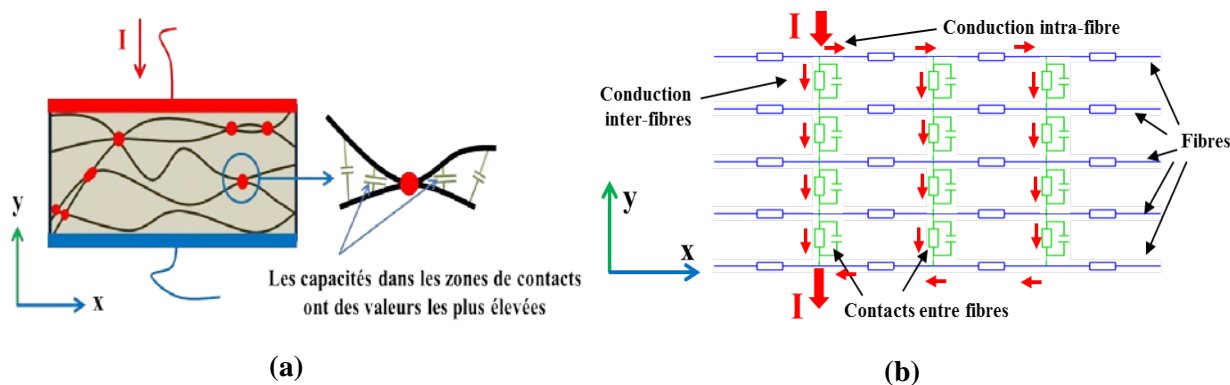
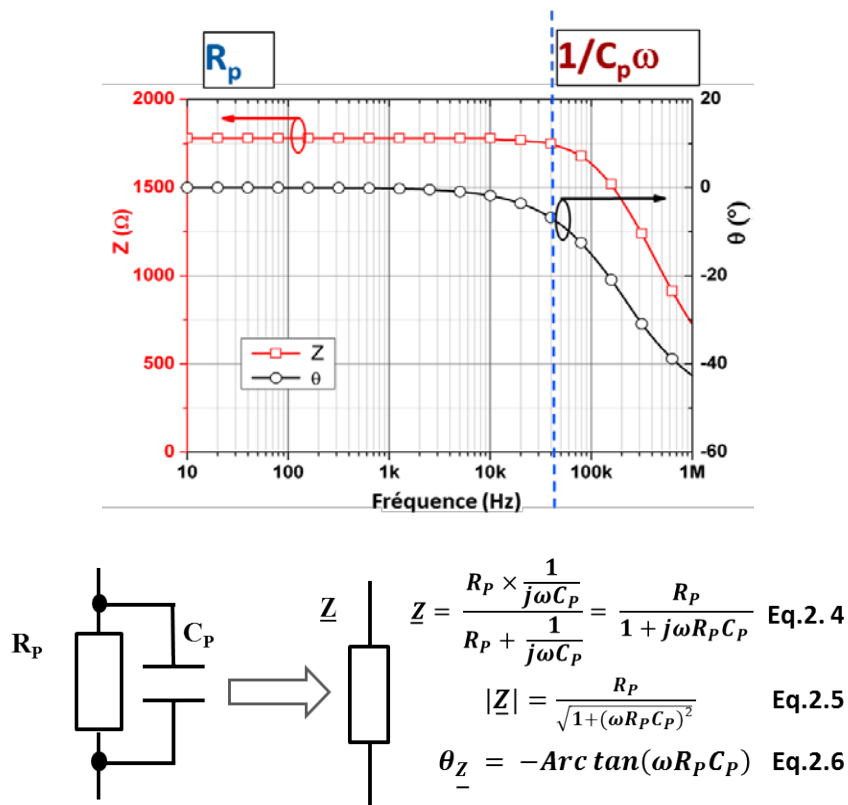


Figure 2.4 : a) conduction transversale du courant dans le matériau et détail du modèle électrique d'un point de contact entre fibres, b) modèle 2D de la conduction transversale intra-pli ou inter-fibre

Au final, la conduction transversale est résistive aux basses fréquences et capacitive aux moyennes fréquences (figure 2.5). Elle sera donc modélisée par un circuit parallèle ($R_{PY} // C_{PY}$) avec pour expression les équations ci-dessous.



R_p : Résistance parallèle C_p : Capacité parallèle ω : Pulsation du courant alternatif
 Z : Impédance complexe $|Z|$: Module d'impédance θ : Argument de l'impédance

Figure 2.5 : Modèle de la conduction transversale

2.1.2 Modélisation de la conduction électrique dans un stratifié

Lorsqu'on superpose plusieurs plis pour former un stratifié (multi-pli), il se crée un réseau de percolation dans l'espace entre plis (figure 2.6). Même si ce réseau est souvent moins dense et plus désorganisé que dans le sens transversal suivant l'axe y, les mécanismes de conduction du courant électrique restent les mêmes.

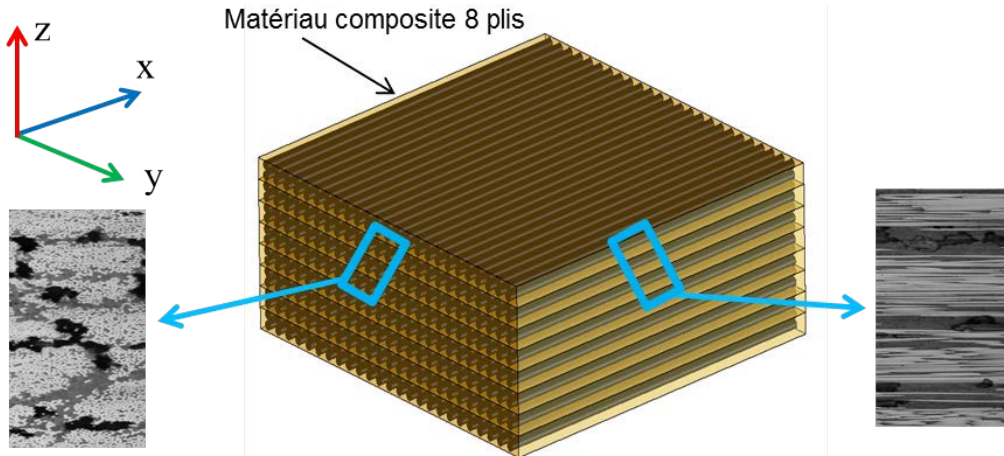


Figure 2.6 : Structure d'un stratifié composite

Par conséquent, la conduction électrique dans l'épaisseur (suivant z), appelée conduction transversale inter-pli, sera elle aussi, modélisée comme une impédance Z_Z composée d'une résistance et d'une capacité en parallèle (R_{PZ} et C_{PZ}). Ce modèle électrique global du matériau, permet de caractériser la conduction électrique dans une structure composite multi-pli à l'aide d'un réseau tridimensionnel (Cf. figure 2.7.b) de cellules élémentaires (Cf. figure 2.7.a). La cellule élémentaire est un hexapôle qui tient compte de l'anisotropie de la conduction et considère un volume élémentaire correspondant à un pli de 10 cm de long, 10 cm de large et d'une épaisseur de $E_{pli} = 250\mu\text{m}$.

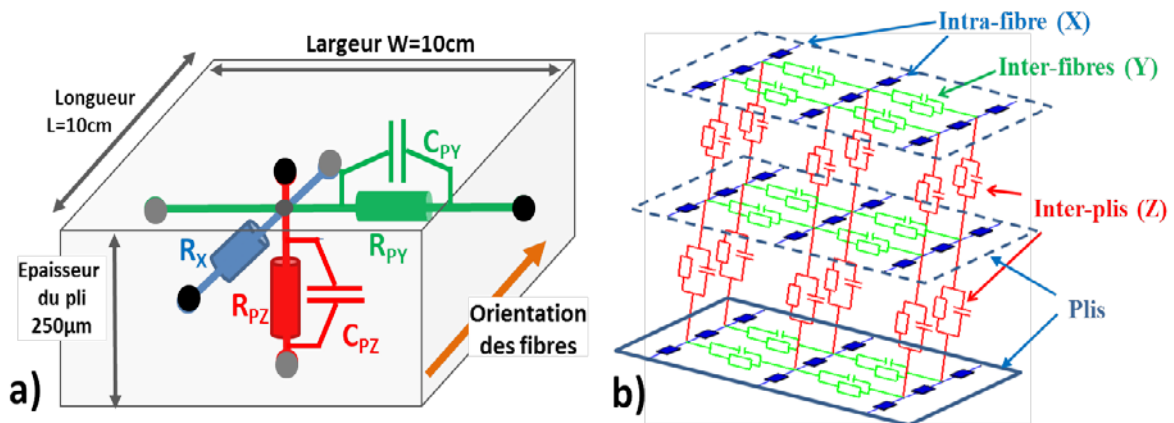


Figure 2.7 : a) Modèle électrique de la cellule élémentaire et b) modèle 3D d'un stratifié composite

La résistance de la cellule en conduction longitudinale R_X considérera la conduction dans la totalité ou dans une fraction des fibres d'un pli. Mais pour être plus global, à cette valeur de résistance élémentaire R_X , on préférera la résistance longitudinale par carré $R_{L\Box}$ d'un pli, donnée par l'équation 2.7.

$$R_{L\Box} = \frac{R_X}{n_{\Box x}} = \frac{\rho_X}{E_{eff}} (\Omega/\Box) \quad \text{Eq. 2.7}$$

n_{\Box} est le nombre de carré correspondant au rapport entre la longueur L et la largeur W ($n_{\Box x} = \frac{L}{W}$) et E_{eff} est l'épaisseur effective des fibres contactées aux deux extrémités.

On notera que si notre cellule élémentaire est carrée ($L=W$), alors les valeurs de R_L et $R_{L\Box}$ seront confondues.

Concernant la conduction transversale intra-pli (ou inter-fibre), en régime continu, on peut mesurer une résistance transversale (R_{PY}) et en déduire une conductivité transversale intra-pli σ_Y , ou la résistivité ρ_Y correspondante, en considérant cette fois que la conduction électrique s'effectue dans toute l'épaisseur du pli (E_{pli}). Pour comparer conduction transversale et longitudinale dans le pli, déterminons à nouveau la résistance transversale intra-pli par carré $R_{PY\Box}$ à l'aide de l'équation *Eq.2.8* suivante :

$$R_{PY\Box} = \frac{R_{PY}}{n_{\Box y}} = \frac{\rho_Y}{E_{pli}} (\Omega/\Box) \quad \text{Eq. 2.8}$$

$n_{\Box y}$ étant le nombre de carré, il est à présent donné par $n_{\Box y} = \frac{W}{L}$ et E_{pli} l'épaisseur du pli qui est de $E_{pli} = 250\mu\text{m}$ dans notre étude.

Cette conduction résistive, est associée à une conduction capacitive en parallèle et modélisée par C_{PY} , la capacité transversale intra-pli. Pour rester générique et pouvoir comparer par la suite, nous définissons la capacité transversale intra-pli carrée $C_{PY\Box}$ d'un pli, donnée par l'équation 2.9.

$$C_{PY\Box} = C_{PY} \times n_{\Box y} (F.\Box) \quad \text{Eq. 2.9}$$

Cette grandeur $C_{PY\Box}$ permet de déduire simplement la valeur de la capacité en conduction transversale dans un pli quelle que soit la dimension de la structure considérée.

Enfin, considérons la conduction transversale inter-pli, normale aux plis. Cette fois, l'excès de polymère entre plis induit une zone à faible taux de fibres et peu de points de contact entre fibres, ce qui rend cette conduction suivant l'épaisseur et notamment aux interfaces (inter-plis) difficile. La résistance, mesurée en régime continu, en conduction transversale R_{PZ} , considère la conduction dans la totalité de la surface ($10 \times 10 \text{ cm}^2$) et entre six plis et donc six interfaces. Nous avons disposé les électrodes de contact, entre les plis 1 et 2 et les plis 7 et 8, de façon normale au sens des fibres. Ainsi, compte tenu de la forte différence entre les conductions longitudinale et transversale, nous considérerons que les fibres contactées sont équipotentielles sur toute leur longueur.

La résistance R_{PZ} et la capacité C_{PZ} de la conduction transversale inter-ply permettent respectivement de déterminer, R_{IZ} la résistance spécifique d'interface (Cf. Eq.2.10) et C_{IZ} la capacité spécifique d'interface (Cf. Eq.2.11) :

$$R_{IZ} = \frac{R_{PZ} \times L \times W}{n_{PliS}} = \rho_Z \times E_{pli} \quad (\Omega \cdot \text{cm}^2) \quad \text{Eq. 2.10}$$

$$C_{IZ} = \frac{C_{PZ}}{W \times L} \times n_{PliS} \quad (\text{F}/\text{cm}^2) \quad \text{Eq. 2.11}$$

2.2 Principes et méthodes de mesure impédancemétrique

La mesure impédancemétrique consiste à appliquer un courant ou une tension sinusoïdal(e) dans le matériau et à mesurer la tension ou le courant résultant(e). Nous avons choisi d'appliquer la tension pour rester dans des gammes de courant accessibles à l'impédancemètre. En effet, lors de l'élaboration du matériau, les résistances sont susceptibles de varier de plusieurs méga-ohms en début de cuisson à quelques dizaines d'ohms en fin de cycle. Dans notre cas, nous opterons pour une tension sinusoïdale d'un volt d'amplitude et pour un balayage de fréquence allant de $F=10$ Hz à 1 MHz.

Pour réaliser ces mesures, nous avons utilisé l'analyseur d'impédance Hioki IM3570, piloté par un exécutable Labview. Cet analyseur d'impédance est simple à mettre en œuvre, adressable par un port USB. Son mode opératoire consiste, après application d'une tension sinusoïdale, à mesurer amplitude et phase du courant, puis à en déduire module et argument ($|Z|$ et θ) de l'impédance d'un échantillon, et enfin calculer les paramètres électriques souhaités (R_s , C_s , L_s , R_p , C_p , L_p , G , B , X). La figure 2.1 montre un aperçu du banc de test développé.



Figure 2.8 : Analyseur d'impédance piloté par l'interface LabVIEW sur PC

Quand la résistance d'accès aux fibres (contacts électrodes/fibres et liaisons filaires) est de quelques ohms, elle est très faible comparée à celle du matériau, et une mesure deux points suffit. Cette mesure consiste à appliquer une tension, ou un courant, dans le matériau et à mesurer le courant, ou la tension, induit(e) aux bornes de ces mêmes électrodes (figure 2.9.a). Dans ce cas, ce sont les mêmes fils qui acheminent le courant et mesurent la tension. Or, ces câbles, ainsi que les contacts électrodes/matériau, présentent des éléments parasites qui

peuvent altérer la mesure s'ils ne sont pas négligeables comparés aux valeurs des propriétés électriques du matériau exploré. S'il est facile de confronter la résistance d'accès et celle du matériau, il devient plus délicat d'en faire de même pour les éléments réactifs. En fait, l'inductance parasite en série et la capacité parasite en parallèle, voient leur contribution évoluer avec la fréquence. Mais, quand la conduction résistive est importante ($R > 100\Omega$), on parvient à trouver une plage de fréquence pertinente pour ces mesures.

Si, comme dans le cas de la mesure longitudinale, la résistance d'accès aux fibres (contacts électrodes/fibres et liaisons filaires) présente une valeur comparable, voire supérieure à celle du matériau, une mesure dite quatre points devient nécessaire. En effet, comme l'illustre la figure 2.9.b, en dissociant injection du courant et mesure de la tension induite, on élimine l'incidence des éléments parasites d'accès (fils et contacts). Comme l'impédance du voltmètre du Hioki est très élevée, l'absence de chute de tension aux interfaces électrodes/fibres permet de s'affranchir des éléments parasites. Cette technique est bien adaptée à la mesure de résistance matériau de faible valeur, notamment quand les éléments parasites d'accès ne peuvent plus être considérés comme négligeables.

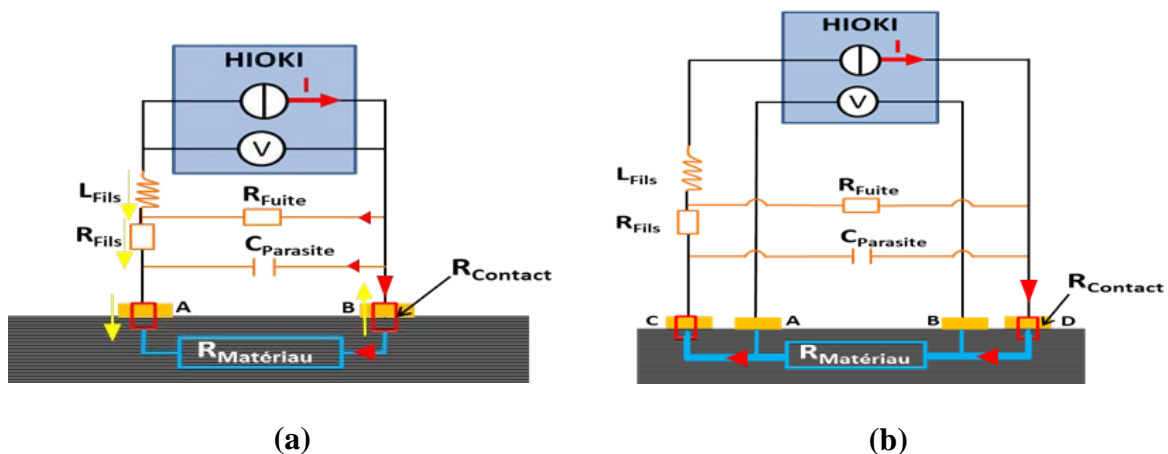


Figure 2.9 : a) Méthode de mesure deux points et b) mesure quatre points

Lors du suivi in situ, l'ensemble des câbles reliant l'échantillon à l'analyseur d'impédance a une longueur de 3m dans le cas de l'étuve, contre environ 10m en autoclave. Pour l'instrumentation in situ dans l'autoclave, nous avons exploité les connectiques des thermocouples. Ces voies thermocouples sont composées de fils en chromel (alliage nickel + chrome) et alumel (alliage nickel + aluminium + silicium) et présentent des éléments parasites plus élevés (comparés à l'étuve).

Avant tout, commençons par étalonner notre dispositif d'instrumentation in situ afin de quantifier les éléments parasites d'accès. Pour ce faire, on débute par une mesure en court-circuit des électrodes de mesure (Cf. figure 2.10.a), pour déterminer les résistances parasites série R_S des fils et les inductances série L_S associées. Puis une seconde mesure en circuit ouvert (Cf. figure 2.10.b) permet de déterminer R_{Fuite} , la résistance de fuite

correspondant à l'isolation des fils et C_{Parasite} , la capacité parasite inter-fil. Le Tableau 2.1 résume les valeurs des éléments parasites mesurées sur l'étuve et l'autoclave.

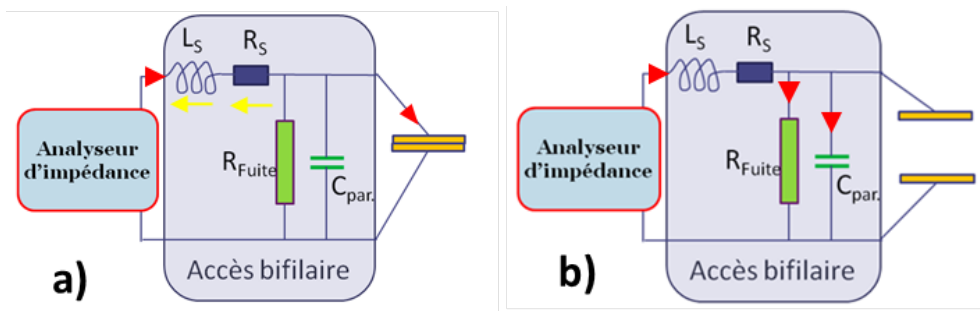


Figure 2.10 : a) étalonnage en court-circuit et b) étalonnage en circuit ouvert

	Court-circuit		Circuit ouvert	
Étuve	$R_S = 0,103 \Omega$	$L_S = 2,7 \mu\text{H}$	$R_{\text{Fuite}} = 1,5 \text{ G}\Omega$	$C_{\text{Parasite}} = 40 \text{ pF}$
Autoclave	$R_S = 3,5 \Omega$	$L_S = 10,5 \mu\text{H}$	$R_{\text{Fuite}} = 2 \text{ G}\Omega$	$C_{\text{Parasite}} = 330 \text{ pF}$

Tableau 2.1 : Propriétés électriques des éléments d'accès aux enceintes de cuisson

2.3 Préparation et instrumentation des échantillons

2.3.1 Electrodes de Mesure :

Pour ménager un accès électrique au matériau et mesurer ses propriétés de conduction, nous avons cherché des électrodes qui n'altèrent pas les mesures en insérant une résistance de contact trop importante. Elles sont non intrusives en ne modifiant pas le matériau et ses performances mécaniques.

Pour y parvenir, il faut optimiser les interfaces électrodes/fibres. La littérature fait état d'électrodes collées ou déposées directement sur le matériau après élimination de la résine excédentaire en surface par grattage ou plissage [65, 79, 106], brulure [67] ou par ablation laser [87]. Une autre approche, que nous considérons plus élégante et performante, consiste à faire un dépôt électrolytique de cuivre localisé [70]. Mais, même si cette technique est pertinente, elle reste complexe à mettre en œuvre.

Enfin, la dernière approche qui nous a paru la plus performante, consiste à incorporer des électrodes entre les différents plis du matériau lors du drapage des échantillons avant la phase de cuisson. Outre le fait de permettre le suivi de cuisson et la caractérisation en post-cuisson du matériau, cette approche favorise un meilleur contact entre les fibres de carbone et le métal des électrodes. Mais les électrodes employées à l'heure actuelle sont trop grandes et posent donc des problèmes d'intrusivité [68]. C'est pourquoi nous nous sommes employés, lors de cette thèse, à développer de nouveaux types d'électrodes flexibles. La première génération d'électrodes étudiées correspond à un ruban flexible de cuivre, que nous nommerons « *flex ruban* » par la suite. Ce ruban de cuivre adhésif, qu'on trouve dans le commerce, correspond à une couche mince de 40 μm de cuivre et de 6 mm de large, que nous passerons si nécessaire à l'aide d'un film de polyimide (scotch Kapton), résistant à la température ($>200^\circ\text{C}$) (figure 2.11). Ces flex sont ouverts dans les zones de contact avec le matériau composite et à

l'extrémité pour la connexion vers le système d'acquisition. Leur faible épaisseur et leur flexibilité facilite leur insertion entre les plis.

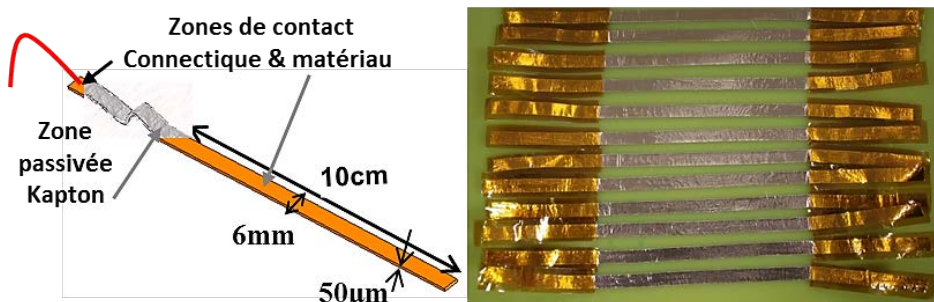


Figure 2.11: Détail et photo de nos électrodes flex

Néanmoins, des analyses micro-structurales restent nécessaires pour conclure sur leur intrusivité (impact sur les performances mécaniques) et la qualité du contact électrique. En effet, les images MEB (Cf. figure 2.12) d'une coupe transversale montrent que la présence des électrodes perturbe l'évacuation de la résine.

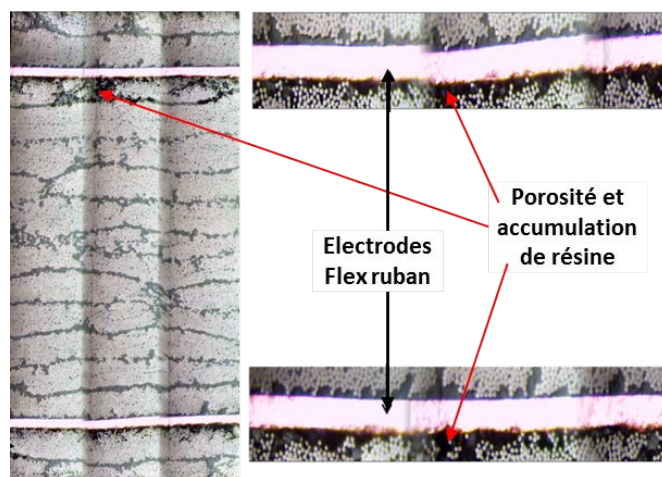


Figure 2.12 : Impacts de l'insertion des électrodes flex ruban à cœur du matériau

On observe nettement la tendance à l'accumulation de résine et de porosités sous les électrodes inférieure et supérieure. Cela aura un impact significatif sur la résistance de contact de l'électrode supérieure en conduction transversale inter-pli. C'est nettement moins marqué sur les faces supérieures de ces électrodes et le contact électrique sera de bonne qualité. Les tests mécaniques en flexion, que nous présenterons dans le chapitre 4, illustreront le délaminage précoce de la pièce instrumentée près des zones de contact. En revanche, les tests en traction ne montrent aucune dégradation des performances mécaniques.

Cette analyse nous a conduit à tester une seconde génération d'électrodes constituées d'une toile de fils en cuivre de 100 µm d'épaisseur que nous nommerons «*flex toile*» par la suite. Le pas de tissage est d'environ 150 µm, ménageant des ouvertures de 100µm qui facilitent l'évacuation du flot de résine lors de la cuisson. De plus, cela favorise le contact

entre électrodes et fibres de carbone (figure 2.13), et enfin on notera l'amélioration de l'uniformité des plis après cuisson.

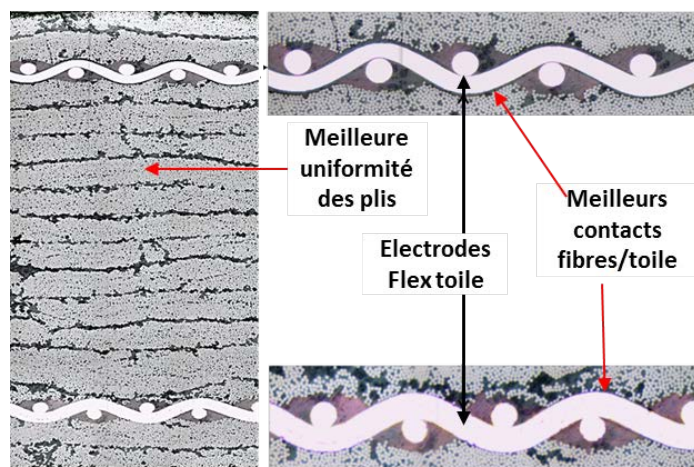
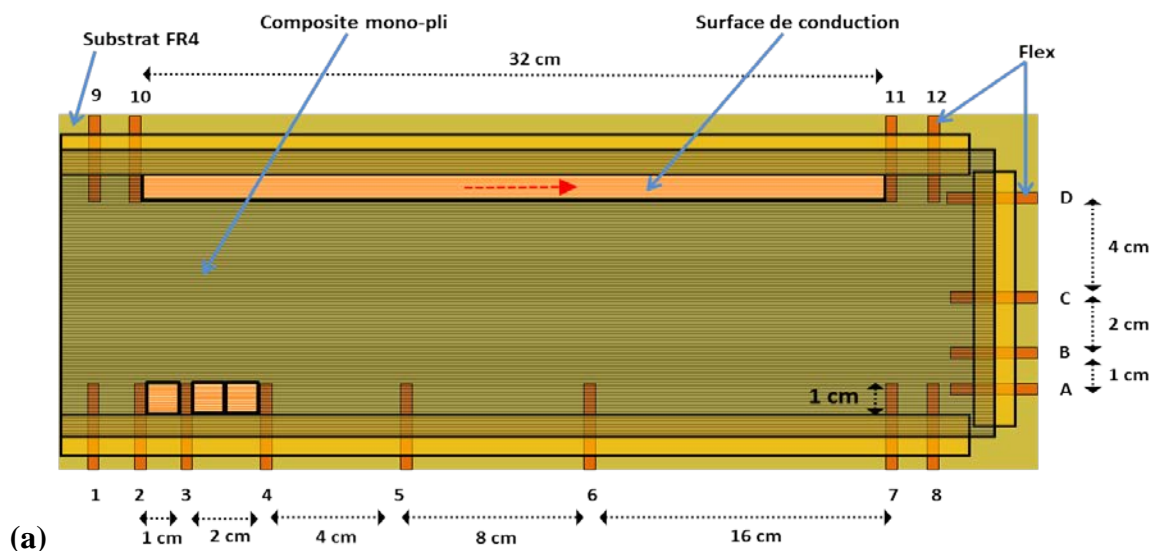


Figure 2.13 : Impacts de l'insertion des électrodes flex toile à cœur du matériau

Les tests mécaniques en traction et en flexion montrent que ces flex toile n'affectent pas les performances mécaniques des pièces instrumentées. Par conséquent, ce type d'électrodes flexibles en toile métallique est fiable, robuste et nous semble le plus adapté pour notre instrumentation à cœur des structures composites.

2.3.2 Plateformes de tests sur mono-ply pour l'analyse intra-ply

Pour analyser la conduction longitudinale et transversale intra-ply nous avons réalisé des échantillons mono-ply de pré-imprégnés T700/M21 placés sur des plateformes d'instrumentation électrique. Elles correspondent à une plaque de FR4 (Résine + fibre de verre) qui joue le rôle de support mécanique et accueillent des électrodes de contact électrique. La figure 2.14 montre le plan (en a) et la photo (en b) de la plateforme d'instrumentation longitudinale que nous avons conçue.





(b)

Figure 2.14 : (a) le plan et (b) la photo de la plateforme d'instrumentation longitudinale

Comme on peut le déduire du plan, cette plateforme permet une mesure 4 points de la conduction longitudinale. En effet, comme nous l'illustrerons dans le chapitre 4, la résistance des accès est de plusieurs ohms, sa valeur n'est pas reproductible et elle est comparable à celle de la conduction longitudinale dans les fibres. Nous avons disposé plusieurs électrodes pour mesurer l'évolution de la résistance longitudinale avec la distance, ou encore avec le nombre de carré (rapport longueur/largeur). Comme la résistance des fibres est plutôt faible, nous avons limité la section de conduction à un centimètre de large par $250\mu\text{m}$ d'épaisseur du pli, pour obtenir des résistances mesurables.

Enfin, mettre un pli composite carbone sur une plaque de FR4 induit, après cuisson, une contrainte thermomécanique résiduelle venant la déformer longitudinalement. Cela est dû à l'important écart des coefficients de dilatation thermique des deux matériaux mis en contact. Pour y remédier, nous avons symétrisé cette contrainte en plaçant un second pli de même dimension sur la face arrière.

Pour l'analyse de la conduction transversale intra-pli, nous considérons une équi-potentialité le long des fibres contactées par les électrodes de mesure. Notre plateforme de test de conduction transversale intra-pli, dont le plan et la photo sont présentés sur la figure 2.15, caractérise une conduction sur 10cm de long suivant une section de 10cm de large et $250\mu\text{m}$ d'épaisseur du pli.

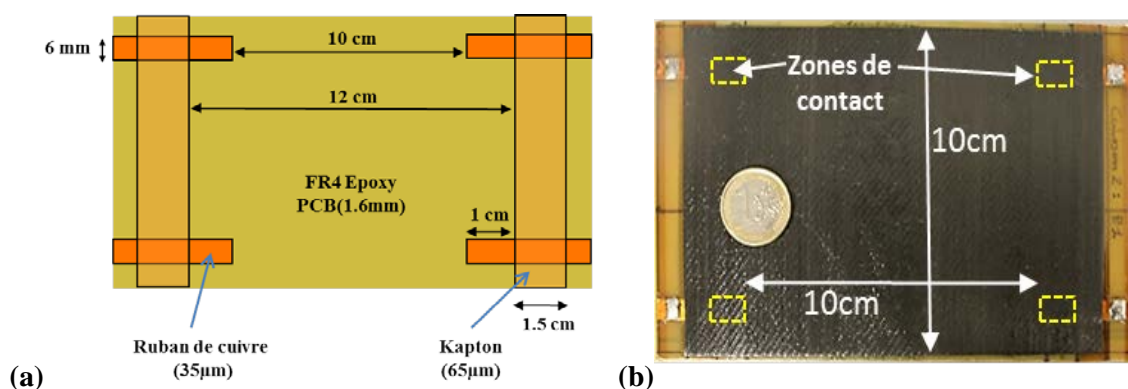


Figure 2.15 : (a) le plan et (b) la photo de la plateforme d'instrumentation transversale intra-pli

2.3.3 Plateformes de tests multi-plis pour l'analyse inter-pli

Les échantillons multi-plis étudiés sont élaborés à partir d'empilements de 8 et 32 plis de pré-impregnés, d'une surface de 100 cm² (10 cm x 10 cm). Pour instrumenter le matériau, des électrodes sont insérées entre les plis perpendiculairement à la direction des fibres. Ainsi, notre mesure impédancemétrique analyse l'ensemble du volume de l'empilement. Pour les échantillons de 8 plis, les flex sont insérés entre les plis 1 & 2 et entre 7 & 8 (Cf. figure 2.16). Pour les échantillons de 32 plis, les flex sont insérés à différents niveaux de l'empilement multi-ply pour étudier l'évolution des propriétés électriques en fonction de la position dans cet empilement (figure 2.17).

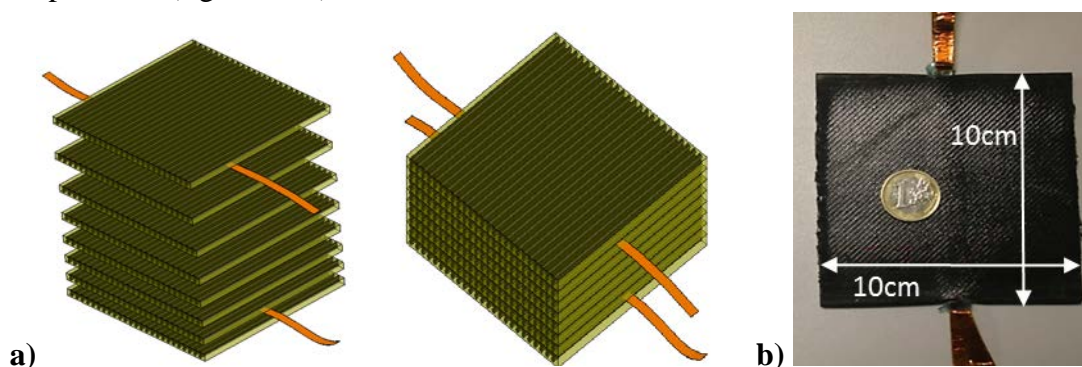


Figure 2.16 : a) le plan et b) la photo de la plateforme d'instrumentation transversale inter-ply (8 plis)

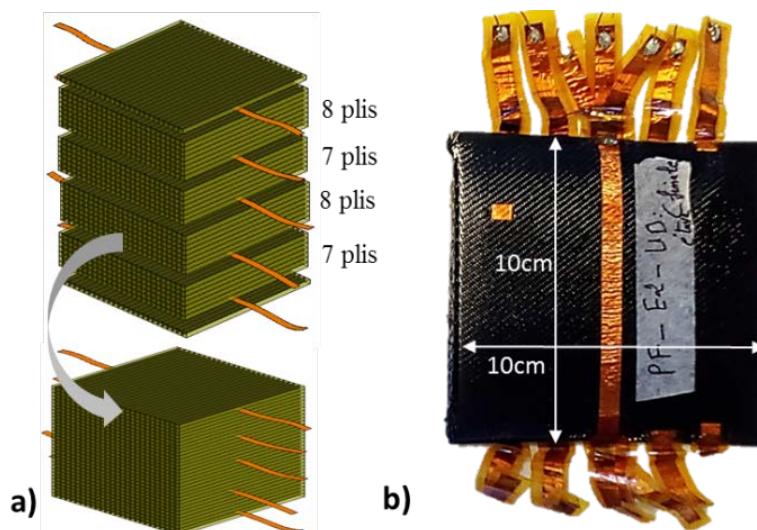


Figure 2.17 : a) le plan et b) la photo de la plateforme d'instrumentation transversale inter-ply (32 plis)

2.3.4 Drapage des échantillons

La phase de drapage des échantillons consiste à empiler les plis pré-impregnés du matériau T700/M21 (figure 2.18.a), à y insérer les électrodes (rubans ou toiles) et à les compacter régulièrement pour réduire le nombre des « poches d'air » piégées. On place ensuite autour des multi-plis un espaceur (la mosite en gris sur l'image) garantissant une

pression uniforme sous la bâche à vide. Son positionnement doit être bien maîtrisé, car s'il est trop proche cela induira une moindre pression périphérique sur le stratifié. En revanche, un placement trop éloigné se traduira par une surpression et donc un pincement périphérique du stratifié. Lors des cycles de cuisson, nous réalisons plusieurs compartiments de matériaux drapés (figure 2.18.b) pour éprouver la répétabilité et la reproductivité des caractéristiques mesurées sur plusieurs échantillons dans les différentes orientations de la conduction électrique. En plus, cela permettra d'intervenir indépendamment sur un bloc pour les tests de défaut de vide, où l'on déconnecte le cordon de vide, visant leur détection en temps réel lors du cycle de cuisson (figure 2.18.c).

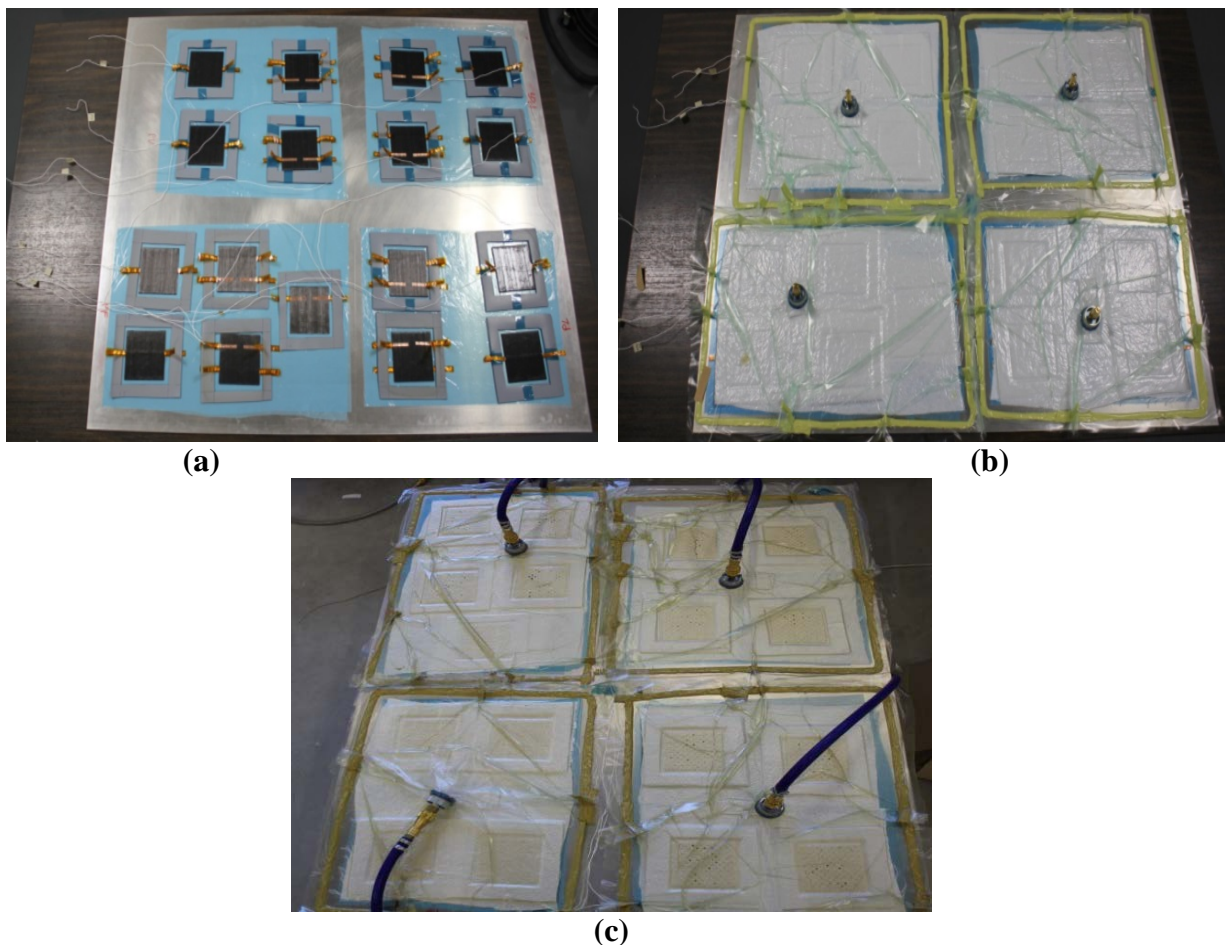


Figure 2.18 : (a) drapage d'échantillons instrumentés, (b) plateau de cuisson avec 16 échantillons, dont 8 instrumentés, drapés sous une bâche à vide, (c) plateau en fin de cuisson avec les cordons de maintien de vide

2.4 Développement du banc de mesure

Le cycle de cuisson standard du matériau composite (T700/M21) dure environ cinq heures en étuve ou autoclave. Il consiste en une rampe de température de 2°C par minute suivie d'un palier à 180°C pendant 120 minutes. Puis, à la fin du palier, la température décroît avec l'inertie thermique de l'équipement et ce n'est qu'en dessous de 50°C que l'on peut ouvrir l'enceinte thermique (étuve ou autoclave). Pour réaliser notre suivi impédancemétrique

de cuisson en temps réel, il nous faut disposer d'un banc de mesure faisant l'acquisition et l'affichage des paramètres électriques du matériau. Notre instrumentation in situ est placée dans des conditions rigoureuses de température ($\sim 200^{\circ}\text{C}$) et/ou de forte pression (7 bars). La figure 2.19 présente les différents blocs du banc de mesure que nous avons développé.

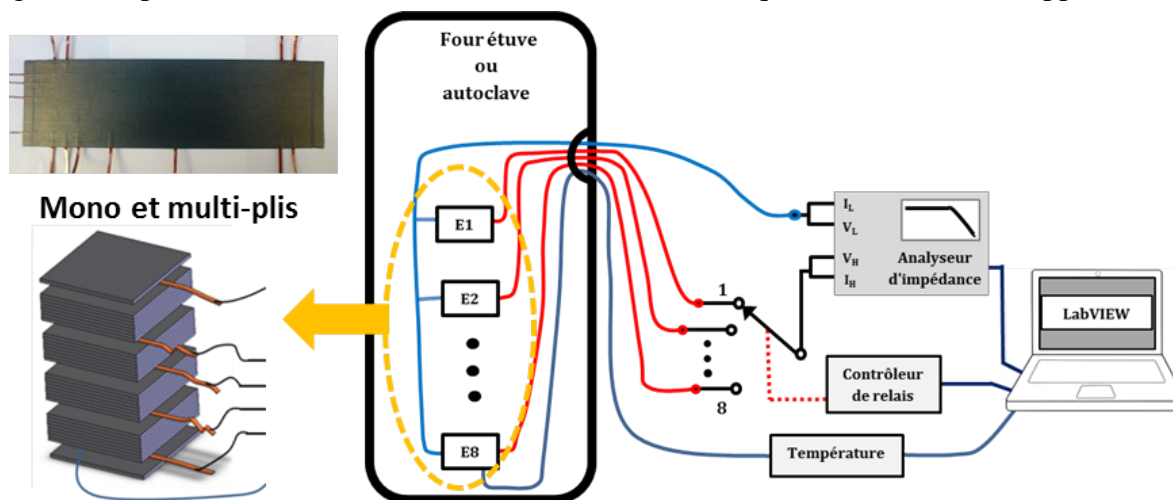


Figure 2.19 : Schéma de principe du banc d'instrumentation in-situ de suivi impédancemétrique

Le banc est connecté à plusieurs échantillons et un sélecteur de voie permet le suivi de huit échantillons. Concernant la mesure, nous disposons d'un analyseur d'impédance (le HIOKI IM3570) qui réalise le calcul des circuits électriques équivalents et qui est piloté par une interface développée sous LabVIEW. Enfin le suivi de la température de cuisson se fait à l'aide d'un thermocouple K relié à un circuit aussi piloté par LabVIEW.



Figure 2.20 : Image de l'analyseur d'impédance piloté par un PC à l'aide de LabVIEW

➤ La Connectique :

Les cycles de cuisson s'effectuent à des températures proches de 200°C , auxquelles peut s'ajouter une forte pression dans l'autoclave (7 bars). Ces contraintes nous ont conduits au choix de fils électriques multibrins étamés, avec une gaine en téflon, capables de résister à des

hautes températures ($\sim 300^{\circ}\text{C}$). Ces fils sont soudés directement sur les électrodes insérées à cœur du matériau, et connectés à l'autre extrémité au sélecteur de voies. La longueur des fils est d'environ 3m pour l'instrumentation en étuve, contre 10m en autoclave.

➤ **Sélecteur de voies et mesure de température :**

Le circuit de sélection de voies est un multiplexeur analogique réalisé à partir d'un module de huit relais, géré par un microcontrôleur Arduino, piloté par ordinateur (figure 2.21). Il permet de sélectionner une voie parmi huit pour la connecter à l'analyseur d'impédance. On peut ainsi réaliser des mesures successives sur les huit voies avec une cadence réduite en raison de l'emploi de relais électromécaniques. En effet, ces derniers présentent une impédance série très réduite (quelques milli Ohms) mais ces dispositifs électromécaniques ne peuvent pas fonctionner à une cadence supérieure à dix commutations par seconde. Puis, à la limite liée aux relais s'ajoutera le temps nécessaire au balayage en fréquence de la mesure impédancemétrique.

Enfin, pour mesurer la température dans le matériau lors du cycle de cuisson à l'aide d'un thermocouple de type K nous avons ajouté, au banc, un module NI USB-TC01 de National Instrument.

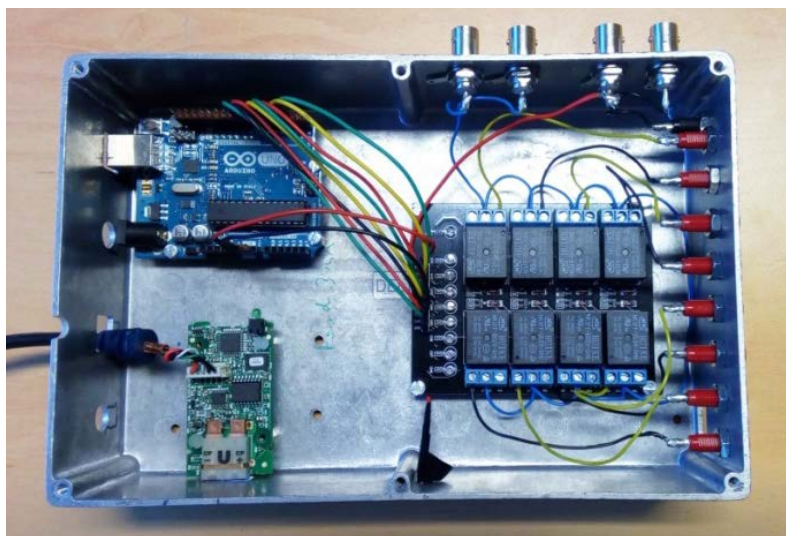


Figure 2.21 : Sélecteur de voies analogiques pour une instrumentation impédancemétrique multipoint, avec le module de mesure de température par thermocouple K

➤ **Analyseur d'impédance :**

Pour réaliser notre spectroscopie d'impédance du matériau composite, nous avons employé l'analyseur d'impédance Hioki IM3570 (figure 2.22.a). Il dispose de quatre ports, deux servent à l'injection du courant, et les deux autres à la mesure de la tension induite. Pour des considérations liées au temps d'acquisition par voie, le balayage en fréquence va de 10Hz à 1MHz avec 21 valeurs de fréquences. De plus, l'emploi de relais dans le sélecteur de

voies impacte la cadence maximale d'acquisition par voie. C'est pourquoi nous nous sommes limités à une mesure impédancemétrique par voie et par minute, en nous donnant un peu moins de huit secondes pour l'acquisition complète (balayage de 10Hz à 1MHz). Comme nous le montrerons dans le prochain paragraphe, une cadence nettement plus élevée aurait été nécessaire pour un traitement plus fin. En effet, les courbes déduites de ces acquisitions, pour être dérivées correctement, méritent une moyenne glissante sur environ 15 points. Dans notre cas, avec une acquisition par minute, cela revient à intégrer les huit minutes précédentes et les huit suivantes. Il est clair qu'une cadence nettement plus élevée est requise, et huit à dix acquisitions par voie et par minutes seraient préférables. Même si nous n'avons pas eu le temps de tester cette solution, disposer d'un analyseur d'impédance par voie serait idéal. Cette approche est réalisable en faisant appel au circuit intégré AD5933 d'Analog Devices. Une carte de développement PMODIA IMPEDANCE ANALYZER intégrant ce composant est proposée par Digilent (figure 2.22.b). Elle permet des mesures d'impédance allant de 100Ω à $1M\Omega$ pour un coût proche de quarante euros. L'idée d'intégrer l'analyseur d'impédance sur chaque voie est récente et en cours de test. Sa mise en œuvre apparaîtra dans les perspectives de nos travaux.



Figure 2.22 : (a) Analyseur d'impédance Hioki IM3570 et (b) carte de développement PMODIA

➤ **Pilotage du banc par ordinateur :**

A l'aide de l'application LabVIEW de National Instrument, l'ordinateur contrôle la sélection des voies, puis les acquisitions de l'analyseur d'impédance et du circuit de température. Les données sont transférées, conditionnées, et affichées en temps réel sur l'écran.

Conclusion

Plusieurs techniques d'instrumentation et de caractérisations électriques des matériaux composites à fibre de carbone existent, et notre contribution vise à proposer des solutions simples et robustes pour les améliorer et promouvoir leurs utilisations. Beaucoup de travaux n'abordent que la conduction résistive et il nous semble plus pertinent d'étendre ces travaux grâce à la spectroscopie d'impédance donnant accès à plus d'informations sur le matériau (fibres+résine) et son évolution lors de la cuisson.

Dans un premier temps, nous avons élaboré un modèle électrique tridimensionnel tenant compte du caractère anisotrope du matériau et de son incidence sur la conduction électrique. A l'aide de ce modèle, nous pourrions établir la configuration optimale permettant une analyse globale du matériau.

Puis, pour déployer notre instrumentation, l'insertion d'électrodes flexibles (flex) à cœur du matériau est incontournable. Pour garantir que les électrodes mises en œuvre n'affectent pas les mesures électriques et les performances mécaniques, nous avons mené une analyse structurelle. Il ressort que l'emploi d'électrodes en flex toile est bien adapté pour notre instrumentation au cœur du matériau. Cette instrumentation nous sert d'abord pour le suivi de cuisson et doit être compatible avec les contraintes liées à cette cuisson (température proche de 200°C, pression d'environ 7 bars). Les électrodes serviront tant pour le suivi de cuisson, que pour les caractérisations en post-cuisson du matériau.

Enfin, nous avons développé un banc de mesure spécifique pour le suivi de cuisson. Il est composé de modules électroniques et d'un analyseur d'impédance pilotables par ordinateur via une interface développée sous LabVIEW. Le banc permet l'acquisition automatique pendant les cinq heures du cycle de cuisson, avec un affichage en temps réel.

Le prochain chapitre présentera les suivis impédancemétriques de cuisson en étuve et en autoclave, sur des échantillons mono-ply pour la quantification des conceptions longitudinale et transversale intra-ply. D'autres mesures sur des structures multi-plis permettront d'étudier l'évolution de la conduction transversale inter-ply. Des corrélations entre nos suivis impédancemétriques et des mesures rhéologiques montreront l'intérêt de notre instrumentation in situ.

Chapitre 3 Suivi impédancemétrique du procédé de fabrication

Introduction :

Les propriétés mécaniques d'un matériau composite (forme, résistance mécanique...) sont définies pendant sa mise en forme lors du processus d'élaboration. La mesure et le contrôle de certains paramètres liés aux étapes de moulage et de cuisson (qualité du moulage, température, pression...) peuvent permettre l'optimisation des structures composites réalisées. Actuellement, la compréhension de l'ensemble des processus de durcissement de ces matériaux est limitée. Les propriétés du matériau, ou d'une pièce en composite, ne sont accessibles qu'après la fin de la cuisson (après durcissement). Il est donc trop tard pour corriger les paramètres de cuisson et espérer réaliser des pièces optimisées. Pourtant les matériaux composites sont utilisés dans des applications industrielles critiques, telles que l'aéronautique ou le spatial, où l'erreur sur l'intégrité des structures n'est pas tolérée. C'est pourquoi sont menées de nombreuses recherches pour proposer une méthode pertinente d'instrumentation et de caractérisations, in situ et en temps réel, de la cuisson en suivant l'évolution de certaines propriétés traduisant son comportement.

Plusieurs méthodes d'analyse sont souvent employées en laboratoire et dans l'industrie, pour connaître le comportement rhéologique du polymère. On peut notamment citer la calorimétrie différentielle à balayage, ou Differential Scanning Calorimetry (DSC), l'Analyse Mécanique Dynamique (AMD) ou Dynamic Mechanical Analysis (DMA) et l'analyse diélectrique ou Dielectric Analysis (DEA). Ces méthodes sont souvent destructives et se font sur des échantillons en post-cuisson et non sur une pièce en cours de cuisson. De plus elles caractérisent seulement le comportement du polymère dans le matériau, et non l'ensemble des constituants et leurs interactions.

D'autres méthodes d'instrumentation, à base de capteurs (optique, acoustique ou ultrasonore, impédancemétrique...) sont en cours de développement pour compléter la connaissance et la compréhension des différents mécanismes durant le processus de cuisson des matériaux composites. Dans ce chapitre, nous présenterons la technique retenue de spectroscopie d'impédance, que nous qualifierons par la suite d'impédancemètrie. Cette méthode consiste à injecter un courant électrique sinusoïdal au sein du matériau, et à mesurer la tension induite (amplitude et phase). Cependant, un balayage en fréquence est nécessaire pour traduire simultanément l'évolution du réseau de fibres de carbone et son liant (polymère). Ce suivi doit rendre compte de l'état de la cuisson en offrant la possibilité de :

- Mesurer et contrôler la température et la pression
- Mesurer les contraintes résiduelles
- Adapter et moduler le cycle de cuisson en fonction de l'état du matériau
- Connaitre les changements d'état du matériau (écoulement de la résine, viscosité minimale, gélification, vitrification) pour identifier la fin de la cuisson

- Détecter et identifier les défauts intervenus lors d'un cycle de cuisson
- Maîtriser le processus d'élaboration : contrôler et/ou vérifier la répétabilité et la reproductibilité des processus
- Conserver une trace des erreurs intervenues au cours du cycle de cuisson

Le suivi, quand il sera maîtrisé, permettra l'optimisation des paramètres du cycle de cuisson pour minimiser, lors du durcissement du matériau, le nombre et l'impact des défauts structurels. Pour répondre à cette problématique, plusieurs suivis impédancemétriques de cuisson ont été réalisés au cours de cette thèse, en étuve et dans un autoclave. Ces mesures multipoints s'appuient sur le banc de mesure présenté dans le précédent chapitre II.

Nous débuterons le présent chapitre par la présentation des résultats des suivis de cuissons en étuve et autoclave réalisés sur des éprouvettes mono-ply et multi-plis unidirectionnels (UD) ou quasi isotropes (QI), puis nous les comparerons. Ensuite, nous établirons des corrélations entre propriétés électriques mesurées et propriétés structurelles du matériau tout au long du cycle de cuisson. Enfin, nous transposerons ces mesures réalisées sur des éprouvettes standards pour effectuer le suivi de cuisson d'une pièce industrielle (en configuration QI) dans un autoclave. Il s'agit d'un déflecteur d'antenne de satellite cuit sur un moule en béton.

3.1 Suivi de cuisson

Avant de présenter les résultats des suivis de cuissons, il est nécessaire de préciser les conditions expérimentales dans lesquelles nous avons réalisé les études. Lors des différentes cuissons, nous avons mesuré l'impédance et son argument ($|\underline{Z}|$ et θ) et tracé en temps réel l'évolution des éléments du modèle électrique équivalent du matériau composite (R_P et C_P). Notre banc multivoie permet des mesures quasi simultanées sur plusieurs échantillons, suivant différentes orientations de fibres : Conduction longitudinale (x), transverse intra-ply (y) et transverse inter-ply (z).

Un balayage en fréquence du courant électrique sinusoïdal allant de 10Hz à 1MHz permet d'obtenir l'évolution spectrale du module ($|\underline{Z}|$) et de la phase (θ) de l'impédance électrique \underline{Z} . Dès lors, on calcule la résistance parallèle R_P et la capacité parallèle C_P du modèle équivalent simple. Tout au long d'un cycle, des mesures sont réalisées et affichées en temps réel sur les huit voies reliées aux échantillons. Compte tenu des temps de cuisson importants (≈ 300 min), une acquisition par minute semble suffisante. Comme nous disposons de huit voies et d'une minute pour les réaliser, chaque mesure sera limitée à 7,5 secondes. L'interface entre les accès filaires et le matériau composite est constituée d'électrodes en cuivre (ruban de 6 mm de large et 65 μ m d'épaisseur) placées directement sur le matériau ou entre ses plis avant la cuisson. Les échantillons, placés dans un four, sont reliés au système d'acquisition par l'intermédiaire de fils multibrins avec une gaine en téflon résistant à la température. Dans l'étuve, à la température de cuisson nécessaire au durcissement de la résine

s'ajoute un vide primaire (0.2 bar) sous bache souple permettant de dégazer, renforcer et maintenir le compactage et enfin d'évacuer l'excès de polymère. L'autoclave, en plus de la température et du vide, ajoute une surpression de plusieurs bars (7 bars dans le cas de notre étude) pour renforcer le compactage et l'évacuation de la résine. Dans les deux cas (étuve et autoclave), le type de drapage et le profil de température utilisés lors des cycles de cuissons restent identiques. Néanmoins, seule la température de l'enceinte est asservie dans l'étuve, alors que dans l'autoclave, la commande de la cuisson est régulée par la température du matériau mesurée à l'aide d'un thermocouple inséré dans un stratifié composite.

3.1.1 Suivi in situ impédancemétrique de cuisson en étuve

Les paramètres électriques étudiés seront soit la résistance parallèle R_p et la capacité parallèle C_p ou l'impédance (module et argument : $|Z|$ et θ). Ceci afin d'identifier les paramètres électriques les plus pertinents pour un suivi, in situ et en temps réel, de cuisson du matériau composite carbone/époxy. Comme le matériau a une structure anisotrope (en fonction du sens des fibres et de l'empilement des plis suivant l'épaisseur), les conceptions électriques à l'intérieur du matériau sont sensibles au sens de circulation du courant suivant les trois orientations (x, y et z). Nous appellerons **x** le sens longitudinal aux fibres, **y** le sens transversal dans le plan des fibres, et **z** le sens transversal dans l'épaisseur du matériau. Cela nous a conduit à analyser l'évolution temporelle des paramètres électriques au cours de la cuisson suivant ces trois orientations.

Avant d'aborder la caractérisation du matériau composite proprement dite, nous avons fait dans les conditions de mesure in situ (avec plusieurs mètres de connectique filaire), une calibration en court-circuit et circuit ouvert pour évaluer la valeur des éléments parasites d'accès. La résistance parasite série $R_s = 0,103\Omega$ est faible et pourra être considérée lors de nos mesures comme négligeable. L'inductance série, $L_s \approx 2,7\mu H$ semble réduite mais impactera les mesures à haute fréquence ($>100kHz$). La capacité parasite $C_{Parasite} = 40pF$ semble réduite, comparée aux nanofarads attendus. Enfin, la valeur très élevée de la résistance de fuite $R_{Fuite} > 1,5G\Omega$ permettra de mesurer précisément la résistance du matériau composite ($>1M\Omega$ au début du cycle). Au bilan, ces valeurs limitent l'erreur de mesure à moins de 1% pour des résistances R_p comprises entre 25Ω à $10M\Omega$ et une capacité C_p de $500pF$ à $100\mu F$.

3.1.1.a Mesure impédancemétrique de la conduction longitudinale en étuve

Pour procéder à cette mesure suivant l'orientation longitudinale, nous avons réalisé des éprouvettes (voir figure 3.1) constituées d'un mono-pli placé sur une plaque de circuit imprimé en FR4 (PCB en époxy et fibre de verre). Les mesures de l'impédance électrique longitudinale ($|Z_x|$ et θ_x) sont réalisées avec la méthode Kelvin appelée aussi mesure 4 points. Le courant est injecté dans le matériau par l'intermédiaire de 2 électrodes extérieures, alors que la mesure de tension est réalisée via deux autres électrodes pour s'affranchir des éléments

parasites : accès filaire et contacts (l'interfaces métal/composite). Les mesures longitudinales font appel à une plateforme de test dédiée, dont la surface d'analyse est de 32cm de long sur 1cm de large. Le dimensionnement de cette plateforme de test électrique est dicté par la faible résistivité longitudinale et le besoin de mesurer une impédance supérieure à quelques dizaines d'Ohms pour limiter l'impact des éléments parasites (interconnexion de plusieurs mètres). La cadence d'acquisition est d'un échantillonnage par minute, suffisante au regard des transitoires attendus de plusieurs minutes. Pour garantir un bon rapport signal sur bruit, chaque acquisition correspond à la moyenne de 8 points de mesures. Compte tenu de la forte variation de l'impédance, nous appliquons une tension sinusoïdale de 1 Volt d'amplitude, et l'impédancemètre mesure l'amplitude et la phase du courant induit. Le balayage en fréquence est logarithmique (≈ 2 valeurs de fréquences par décade) dans un intervalle allant de $F=10\text{Hz}$ à 5MHz , soit au total onze fréquences de mesures qui permettent de localiser la plage de fréquence optimale où les paramètres électriques ont une forte sensibilité. Seuls quelques points de mesures sont pertinents pour la détermination de l'impédance. En effet, à basse fréquence son impact sur l'impédance globale est négligeable, alors qu'à haute fréquence les éléments parasites (R_s , L_s , C_{Parasite} , G_{Parasite}) perturbent son extraction. Le choix de la fréquence de mesure se déduit du tracé de l'évolution du module de l'impédance longitudinale $|Z_x|$ et de son argument θ_x en fonction du temps de cuisson (figure 3.2), pour différentes fréquences de mesure.

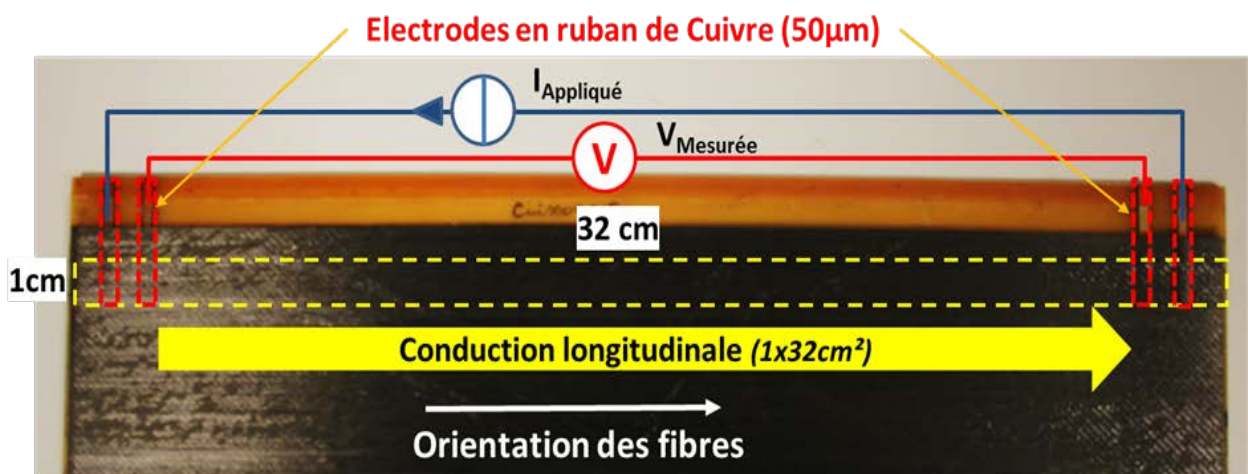


Figure 3.1 : Plateforme de mesure de l'impédance longitudinale (Z_x)

Pour présenter les résultats des suivis réalisés (figures ci-après), nous avons tracé (en minutes) le cycle de cuisson en abscisse inférieure et le temps à l'isotherme en abscisse supérieure. La référence du premier correspond au début du cycle et celle du second au début du plateau isotherme à 180°C . Ainsi, quel que soit le suivi considéré, notre référence de temps à l'isotherme est indépendante du cycle d'acquisition et sera plus pertinente pour la détermination des points de gélification et de vitrification.

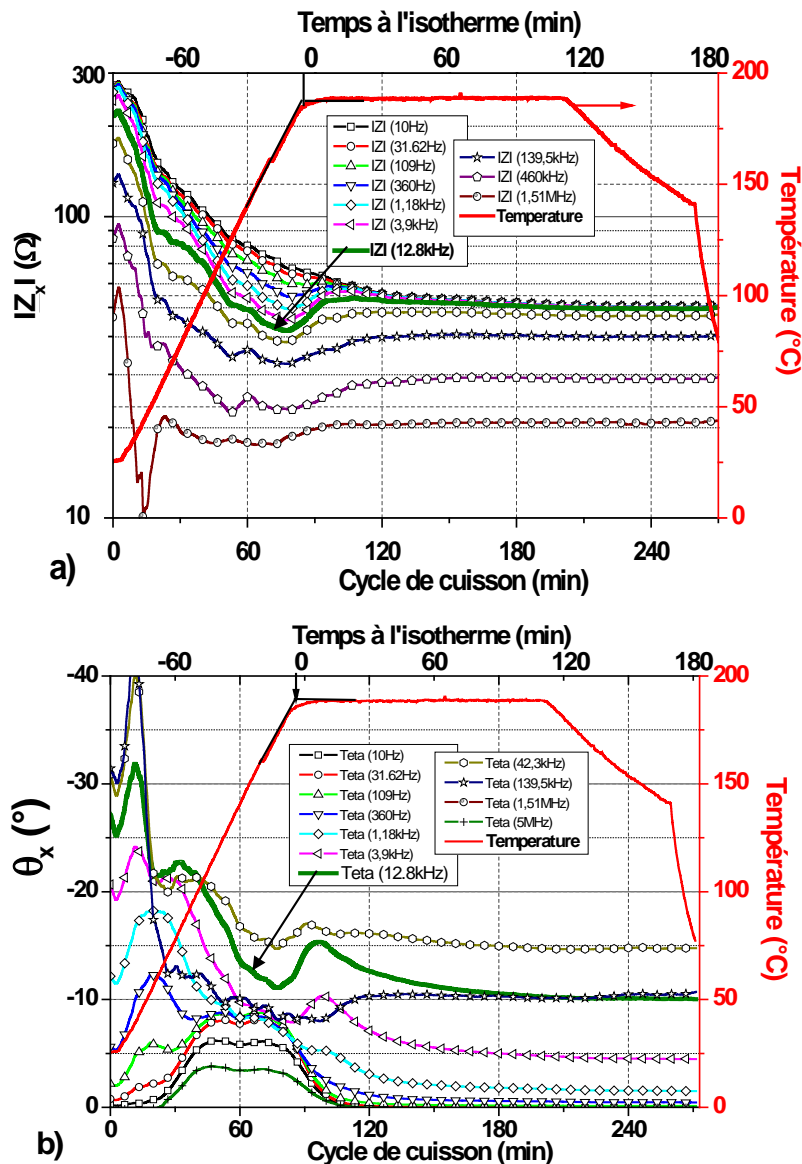


Figure 3.2 : Evolution a) de $|Z_x|$ le module et b) de θ_x l'argument de l'impédance longitudinale lors d'une cuisson en étuve, mesurée à plusieurs fréquences sur un échantillon mono-ply

Comme escompté, le module de l'impédance décroît lors du cycle de cuisson. En effet, au début, l'effondrement de sa valeur est lié à l'établissement du contact avec les électrodes de mesures. Après le point de liquéfaction, l'extraction de l'excès de résine et le compactage du réseau de fibres augmente le nombre de point de percolation entre fibres et réduit logiquement la résistance associée. En observant l'argument de l'impédance, on constate que sa valeur est toujours négative et cela confirme la prépondérance capacitive dans l'impédance globalement mesurée. On note sur la courbe θ_x (t_{Cuisson}), qu'aux basses fréquences ($F > \text{qques kHz}$) l'argument est réduit, voire nul. Puis, il croit significativement et c'est avec une mesure à $F = 13\text{kHz}$ qu'il présente l'évolution la plus 'signée'. Au-delà de plusieurs dizaines de kHz, l'inductance parasite des fils d'accès vient réduire sa valeur. Une gamme de fréquences de mesure comprise entre 5 kHz et 50kHz est adaptée à une mesure optimale de cette impédance longitudinale. Avant d'aller plus loin, nous souhaitons estimer la répétabilité

de cette mesure longitudinale, en se plaçant à une fréquence de lecture de $F=13\text{kHz}$. Pour cela, nous avons tracé (figure 3.3) les évolutions conjointes du module et de l'argument de l'impédance longitudinale Z_x , mesurés sur deux échantillons lors de deux cuissons en étuve.

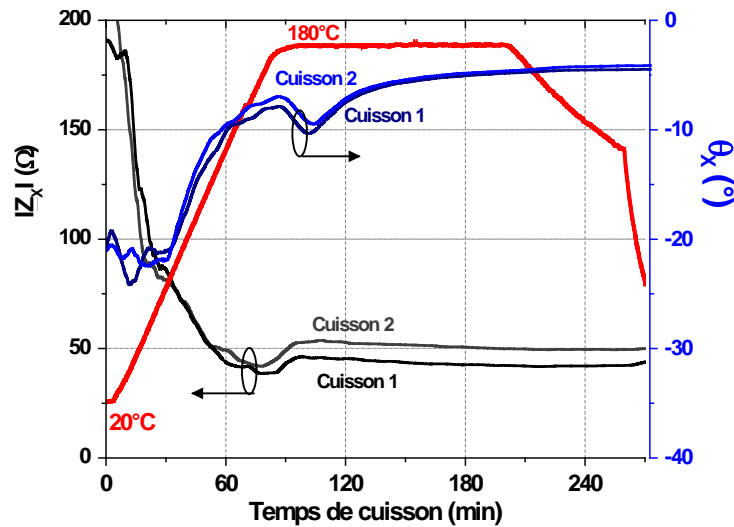
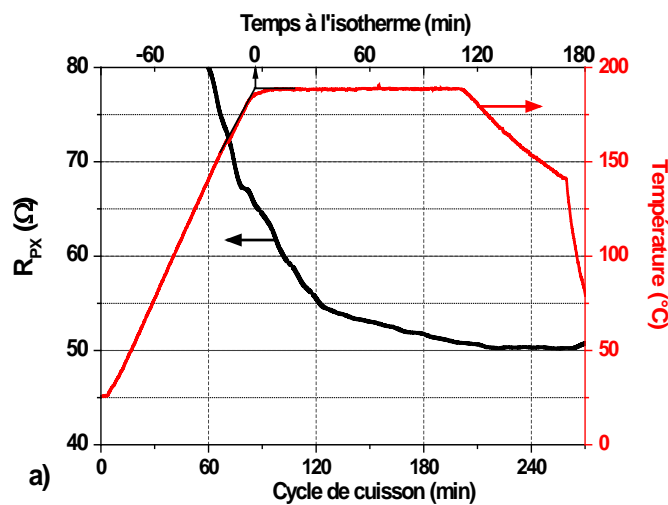


Figure 3.3 : Evolution a) de $|Z_x|$ le module et b) de θ_x l'argument de l'impédance longitudinale mesurée sur un échantillon mono-ply lors de deux cuissons en étuve

On obtient un écart d'environ $\pm 6\%$ sur le module de l'impédance et on constate que ces mesures d'impédance longitudinale ($|Z_x|$ et θ_x), réalisées lors de deux cuissons en étuve, présentent les mêmes évolutions tout au long du cycle de cuisson. Les écarts entre ces courbes sont imputables à la dispersion du matériau, à la qualité du drapage, ou encore à la qualité du contact entre électrodes et matériau composite. Ces évolutions quasi-confondues permettent de conclure que ce type de mesure est répétable. La figure 3.4.a présente les évolutions de la résistance (en conduction longitudinale) calculée à une fréquence de 10Hz. Nous avons éliminé les mesures avant la liquéfaction de la matrice, car elles sont perturbées par la formation des contacts électrodes/fibres.



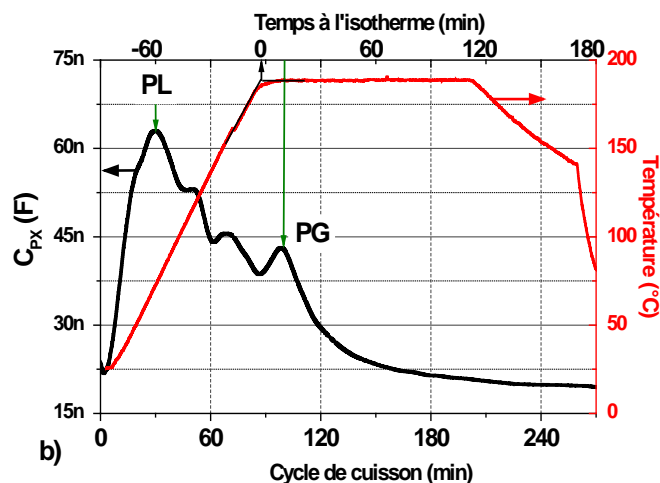


Figure 3.4: Evolution de a) R_{PX} la résistance et de b) C_{PX} la capacité en conduction longitudinale sur un échantillon mono-pli lors d'une cuisson en étuve

Sur cette évolution de la résistance longitudinale du matériau lors de la cuisson, on retrouve la forte baisse de R_{PX} en début de cuisson qui correspond à l'amélioration des contacts entre électrodes et matériau. Passé le point de liquéfaction de la résine, l'extraction de l'excès de résine conjugué au compactage des fibres, induit l'accroissement du nombre de points de percolation qui induit à son tour une décroissance de la résistance longitudinale R_{PX} . Cela traduit aussi l'augmentation du taux de fibre au fur et à mesure que la résine s'évacue. Sans être très marquées, des ruptures de pente sont perceptibles, mais leur détermination précise et systématique requiert le calcul des dérivées (première et seconde). Néanmoins, analyser plus profondément ce type d'éprouvette mono-pli ne nous semble pas pertinent pour le monitoring de cuisson de pièces structurales (stratifié). Mais, nous avons validé la faisabilité d'une mesure in situ impédancemétrique avec la méthode 4 points.

La figure 3.4.b présente l'évolution de C_{PX} la capacité (en conduction longitudinale) calculée à une fréquence de mesure $F=13\text{kHz}$. Cette fréquence optimale de lecture est déduite de l'évolution de $\theta_x(t_{\text{Cuisson}})$, l'argument de l'impédance longitudinale. L'évolution de la capacité longitudinale C_{PX} , comme celle de R_{PX} , est perturbée lors de l'établissement du contact électrode/matériau et c'est pourquoi seul le point de gélification est aisément localisable à $t_{\text{isotherme}} = 9$ minutes.

Pour être fiable dans notre analyse de la conduction longitudinale, il conviendrait de contacter l'ensemble des fibres d'un pli. Pour ce faire, après cuisson, on commencerait par une attaque chimique de la matrice (pour mettre toutes les fibres à nu), puis une métallisation par pulvérisation cathodique ou par croissance électrolytique de cuivre serait nécessaire. Cette approche, complexe à mettre en œuvre, n'est envisageable qu'en post-cuisson. Elle n'est donc pas compatible avec le suivi de cuisson. Néanmoins, ce type de prise de contact d'excellente qualité (très faible résistance de contact métal/fibres) ouvre la perspective d'injecter de forts courants pour de l'actionnement électrothermique, sans être limité par l'auto-échauffement excessif des seules zones de contact.

3.1.1.b Suivi impédancemétrique de la conduction transversale intra-pli en étuve

Cette fois encore, notre souhait d'analyser la seule conduction transversale dans le pli nous a fait opter pour un échantillon de test électrique, mono-pli, cuit sur une plaque de circuit imprimé en FR4 comme l'illustre la figure 3.5. De plus, pour prévenir la déformation de cette plaque de test après cuisson, nous avons compensé les contraintes induites par le pli sur la face supérieure en plaçant le même pli sur la face arrière.

Comme nous le verrons plus tard, les impédances mesurées en conduction transversale sont nettement plus importantes et la mesure quatre points n'est plus nécessaire. Nous opterons pour une simple mesure deux points. Chaque mesure est réalisée entre deux électrodes distantes de 10cm, la largeur des électrodes en contact avec le matériau est de 1cm. Dans cette configuration transversale, il suffit que quelques fibres soient en contact avec les électrodes de mesure pour considérer ces dernières équipotentielles, à cause des faibles valeurs des résistances longitudinales au sien de ces fibres.

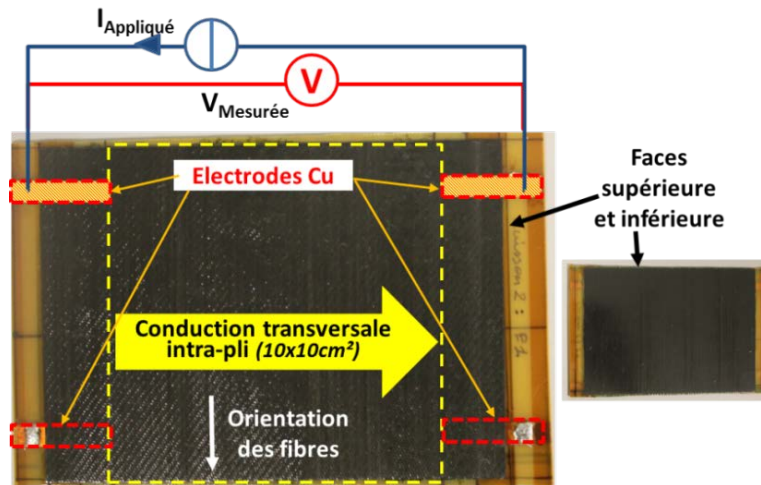


Figure 3.5 : Plateforme de mesure de Z_Y l'impédance transversale intra-pli

La figure 3.6 montre, au cours de la cuisson, l'évolution de l'impédance transversale intra-pli ($|Z_Y|$ et θ_Y) obtenue à l'aide de la mesure deux points. Les problèmes liés aux résistances de contact électrodes/fibres ne sont plus perceptibles car leur valeur faible reste toujours très inférieure à celle liée à la conduction transversale dans le matériau. Ces mesures sont représentatives de la seule conduction transversale dans le pli. Les paramètres de l'impédance transversale mesurés sur notre plateforme, intègrent l'ensemble de la conduction sur une surface de 100 cm^2 ($10 \times 10 \text{ cm}^2$), lors du cycle classique de cuisson.

Nous avons tracé les courbes (figure 3.6) jusqu'à une fréquence de mesure de $F = 42 \text{ kHz}$ car, au-delà, elles sont trop perturbées et inexploitable. Nous avons surligné en noir l'évolution du module de l'impédance mesurée à 10Hz, qui est quasiment confondue avec la résistance transversale intra-pli R_{PY} . De même l'évolution de $|Z_Y|$ à la fréquence de $F = 13 \text{ kHz}$ sera exploitée pour déterminer l'évolution de la capacité transversale intra-pli C_{PY} . Sur l'évolution de l'argument θ_Y à $F = 13 \text{ kHz}$, on identifie les points PL à $T_{\text{Isotherme}} = -60$ minutes et PG à

$T_{\text{Isotherme}} = 12$ minutes. Nous procéderons à une détermination plus précise de ces points sur des stratifiés en conduction transverse inter-ply.

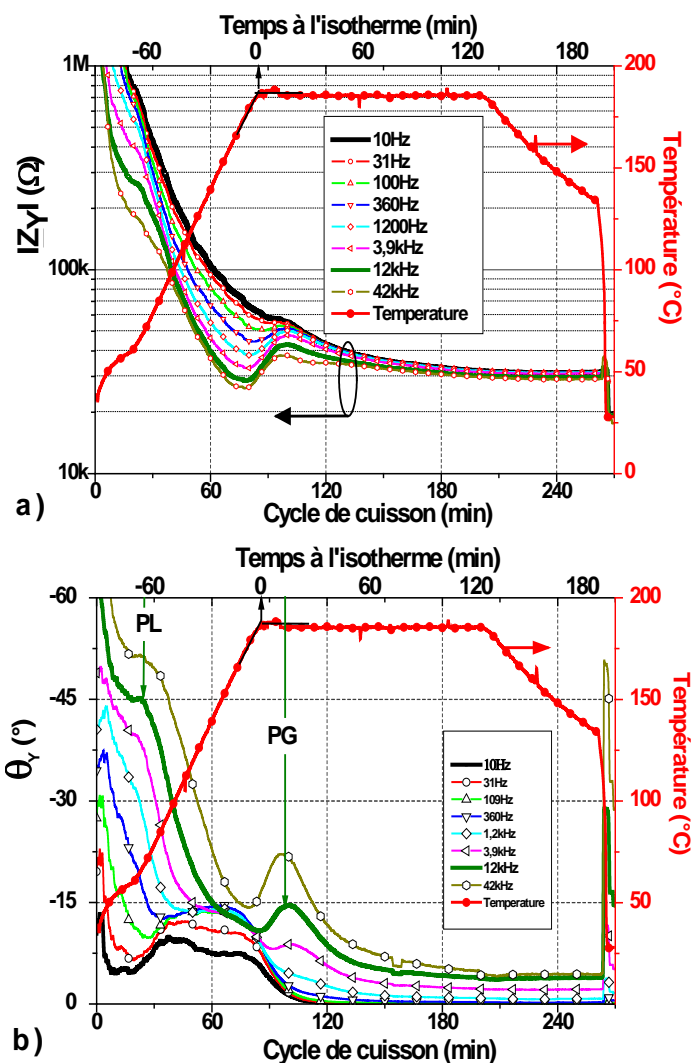


Figure 3.6 : Evolution a) de $|Z_Y|$ le module et b) de θ_Y l'argument de l'impédance transversale intra-ply, mesurée sur un échantillon mono-ply lors d'une cuisson en étuve

Pour évaluer la reproductibilité et la répétabilité des mesures, nous avons procédé au suivi de l'échantillon E_1-C_1 lors d'une première cuisson C_1 , puis aux suivis de deux échantillons E_1-C_2 et E_2-C_2 lors d'une seconde cuisson C_2 (Cf. figure 3.7).

On observe les mêmes tendances dont les valeurs proches confortent notre confiance pour ces suivis impédancemétrique. On obtient un écart d'environ $\pm 7\%$ du module de l'impédance et cela confirme la bonne répétabilité et reproductibilité de ces mesures. Cet écart intègre les dispersions liées au matériau, à la qualité du drapage et des interfaces électrodes/fibres. Même si l'échantillon mono-ply utilisé n'est pas représentatif d'une structure composite multi-ply, nous avons tenté de corréler les ruptures de pente des courbes avec les phases de liquéfaction, gélification et vitrification.

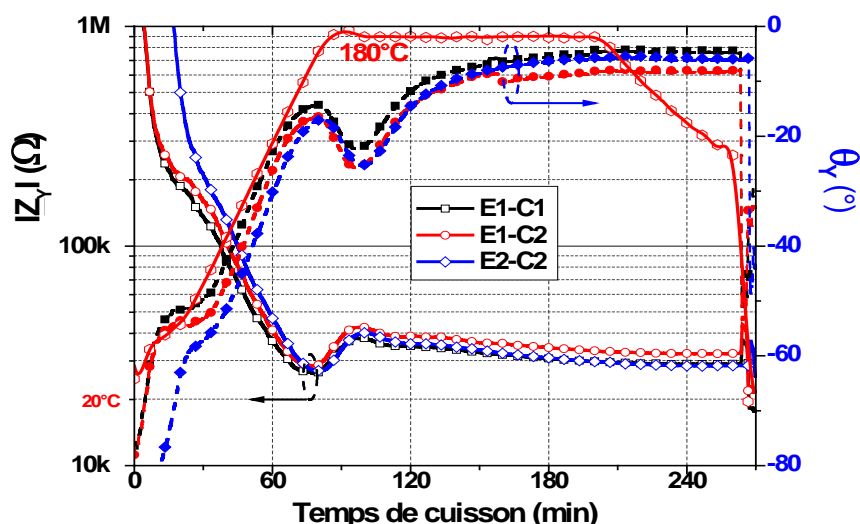
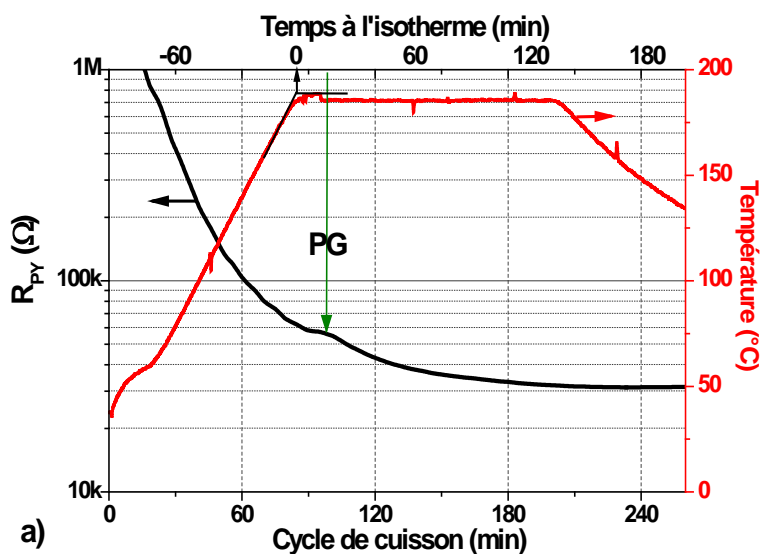


Figure 3.7 : Variation du module et de l'argument de l'impédance transversale Z_Y , mesurés à $F = 12 \text{ kHz}$, lors de deux cuissons en étuve sur trois échantillons mono-plis

Après avoir explicité les points rhéologiques de la résine, mesurés par un rhéomètre, nous reviendrons plus finement sur leur corrélation avec l'impédance transversale inter-pli. Ce monitoring peut s'avérer pertinent si l'on souhaite suivre précisément la cuisson d'un pli inséré dans un stratifié. Il conviendra alors de distinguer la conduction transversale intra-pli de la conduction transversale inter-pli qui se greffe en parallèle, venant réduire la valeur de l'impédance mesurée. On pourra ainsi faire un suivi local d'un pli à cœur d'un stratifié. L'évolution de la résistance transversale intra-pli est présentée ci-dessous (figure 3.8.a) et est déduite des mesures à $F = 10\text{Hz}$. L'évolution de cette conduction transversale intra-pli, au cours de la cuisson, commence par une brutale décroissance de la résistance du matériau. On débute par des mesures de résistance de valeurs aléatoires et très importantes (quelques $\text{M}\Omega$).



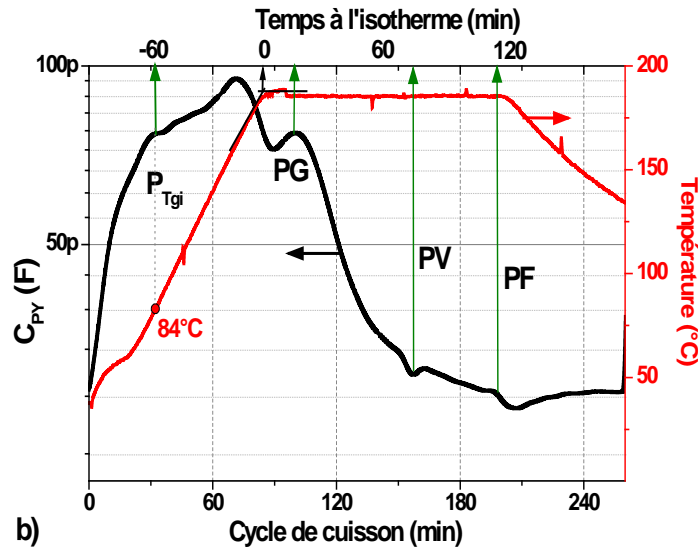


Figure 3.8 : Evolution a) de R_{PY} , la résistance et b) de C_{PY} , la capacité en conduction transversale intra-pli sur un échantillon mono-pli lors d'une cuisson en étuve

Sur la courbe $R_{PY}(t_{\text{Cuisson}})$ de suivi de la résistance transversale intra-pli, quand la température dépasse $T_{\text{Cuisson}} = 40^\circ\text{C}$, la liquéfaction ($PL \approx \tan(\delta)_{\text{min}1}$) de la résine améliore significativement le contact électrique entre électrodes et fibres, mais contribue aussi à la densification du réseau de fibres. Cela se traduit par une chute rapide de la résistance de $R_{PY} = 1\text{M}\Omega$ à moins de $R_{PY} = 60\text{k}\Omega$. Quand cette première décroissance s'estompe, on note la présence d'un plateau, que l'on associera au point de gélification (PG) à environ $t_{\text{Isotherme}} = 12$ minutes après le temps à l'isotherme (180°C). Enfin, les mécanismes lors de cette réticulation sont complexes et nous ne sommes pas en mesure de déterminer le point de vitrification.

L'évolution de C_{PY} la capacité transversale intra-pli, a été déterminée à une fréquence de $F = 13\text{kHz}$ (Cf. figure 3.8.b) et après suppression de la capacité parasite d'accès ($C_{\text{parasite}} = 40\text{pF}$). Cette évolution $C_{PY}(t_{\text{Cuisson}})$ est plus riche en informations sur la réticulation de la résine. En effet, en début de cuisson, son évolution traduit la phase dynamique du compactage des fibres, depuis la liquéfaction jusqu'au point de gélification. On obtient ainsi le point $\tan(\delta)_{\text{min}}$ (la liquéfaction) pour une température de 84°C , et le point de gélification est atteint 13 minutes après le temps à l'isotherme. Une fois le réseau de fibres figé, l'augmentation du taux de réticulation induit une diminution de la permittivité diélectrique et donc de la capacité. Puis, le point de vitrification (PV) et le point de cuisson final (PF) semblent atteints respectivement à 72 et 105 minutes après le temps à l'isotherme. Notons enfin, que les valeurs mesurées sont extrêmement faibles (quelques dizaines de pF), proches de la capacité parasite ($C_{\text{parasite}} = 40\text{pF}$). Pour accroître significativement sa valeur ($\sim 1\text{nF}$), il conviendra de faire évoluer notre plateforme en diminuant sa longueur ($L = 10\text{cm} \Rightarrow 2\text{cm}$) tout en augmentant sa largeur ($W = 10\text{cm} \Rightarrow 30\text{cm}$).

3.1.1.c Mesure impédancemétrique de la conduction transversale inter-ply en étuve

Dans cette partie, nous caractériserons la cuisson en étuve d'échantillons multi-ply (8 plis) en configuration unidirectionnelle (UD) et quasi-isotrope (QI) (figure 3.9). Ces mesures impédancemétriques ($|Z_z|$ et θ_z) en conduction transversale inter-ply font appel à la méthode de mesure deux points car la valeur minimale du module de l'impédance transversale est d'environ $|Z_z| \approx 100\Omega$, bien supérieure aux éléments parasites des amenées ($R_S < 0,2\Omega$).

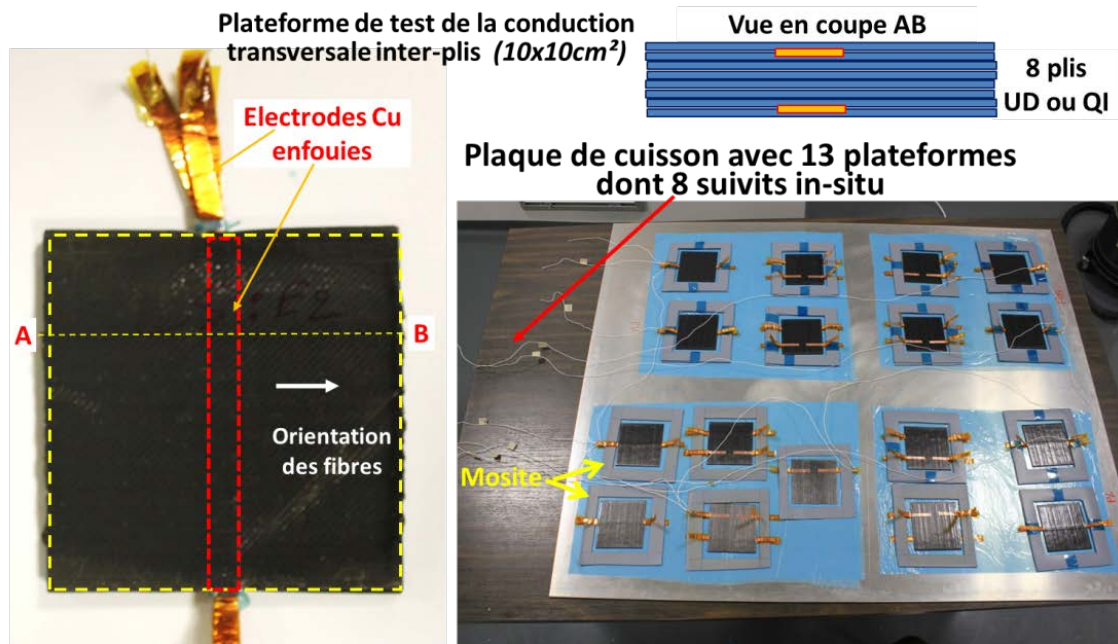


Figure 3.9 : Plateforme de mesure de Z_z l'impédance transversale inter-ply et la plaque de cuisson multi-instrumentée : 8 suivits in situ en parallèle

Chaque mesure est réalisée à l'aide de deux électrodes (ruban de cuivre de $0,6 \times 10 \text{cm}^2$) insérées respectivement entre les plis 1 et 2, et les plis 7 et 8. La dimension de cette plateforme de mesure transversale inter-ply est de $L_x \cdot W_y = 10 \times 10 \text{cm}^2$ et d'une épaisseur d'environ $E = 1,5 \text{mm}$. Autour de chaque échantillon multi-ply est placé un cadre espaceur en mosite (Cf. figure 3.9) qui uniformise la pression de la bâche à vide, imposant une pression lors de la cuisson en étuve. Nous détaillons cet élément nécessaire à la fabrication, car un positionnement inadéquat (trop proche ou trop éloigné) altèrera les caractéristiques de l'échantillon. Dans le paragraphe consacré aux défauts de fabrication, ce défaut de positionnement sera mis en évidence. Les électrodes sont disposées de façon orthogonale au sens des fibres pour analyser tout le volume du matériau. En effet, compte tenu des ordres de grandeur entre la résistivité longitudinale et les résistivités transversales (suivant les axes y et z), on considèrera qu'une fibre contactée reste équipotentielle sur toute sa longueur et donc le contact se fait sur l'intégralité de la surface du pli (100cm^2). C'est donc bien l'ensemble du volume du matériau qui est sondé lors de notre mesure impédancemétrique. Notre étude portera sur des stratifiés de 8 et 32 plis avec des configurations UD et QI.

• **Suivi impédancemétrique de la conduction transversale inter-pli d'un matériau unidirectionnel de 8 plis (en étuve)**

Les évolutions du module et de l'argument de l'impédance transversale inter-pli ($|Z_z|, \theta_z$) au cours de la cuisson sont présentées respectivement sur les figure 3.10.a et .b. Compte tenu de la valeur négative de l'argument θ_z , la modélisation électrique équivalente de cette conduction transversale inter-pli correspond bien à l'association d'une résistance R_{PZ} avec une capacité C_{PZ} en parallèle.

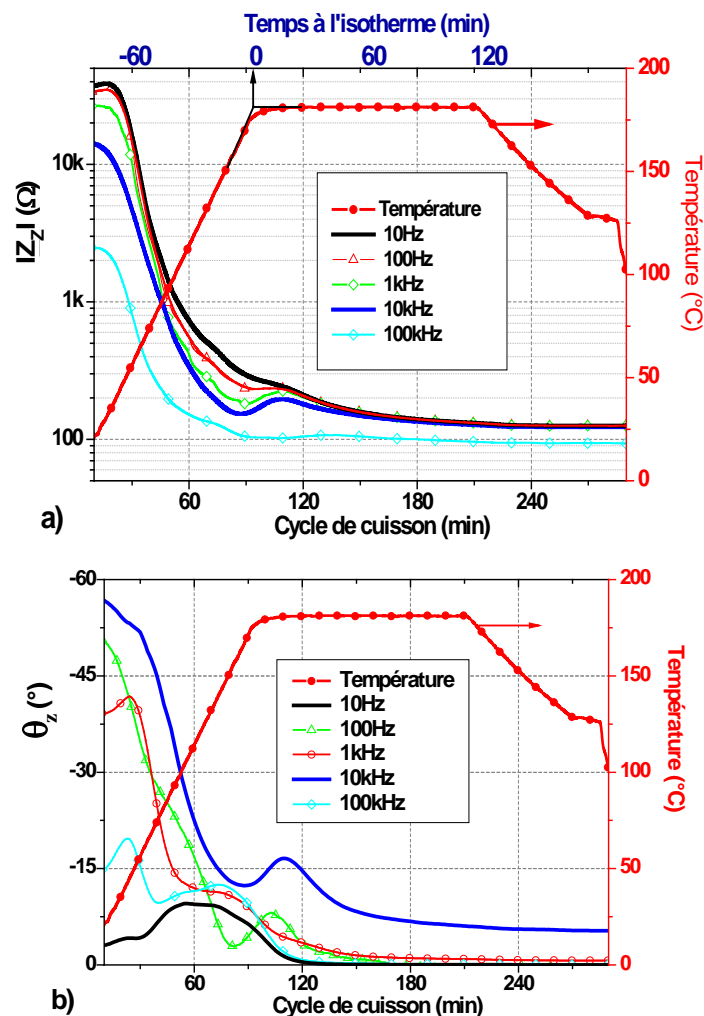


Figure 3.10 : Evolution a) de $|Z_z|$ le module et b) de θ_z l'argument de l'impédance en conduction transversale inter-pli lors d'une cuisson en étuve sur un échantillon UD entre 6 plis

Comme pour la conduction transversale intra-pli, la fréquence optimale de lecture est dans la gamme de fréquence allant de $F = 5\text{kHz}$ et 50kHz . En prenant $F = 10\text{kHz}$, on observe une bonne sensibilité tant sur le module que sur l'argument. On notera qu'une mesure impédancemétrique à $F = 10\text{kHz}$ convient aussi bien pour les conduction transversales intra et inter-pli, que pour la conduction longitudinale. Se pose alors la question du domaine de validité du modèle simplifié ($R_{PZ} // C_{PZ}$). Pour y répondre, analysons les évolutions fréquentielles de R_{PZ} et C_{PZ} lors de la cuisson avec un intervalle de 30 minutes (figure 3.11).

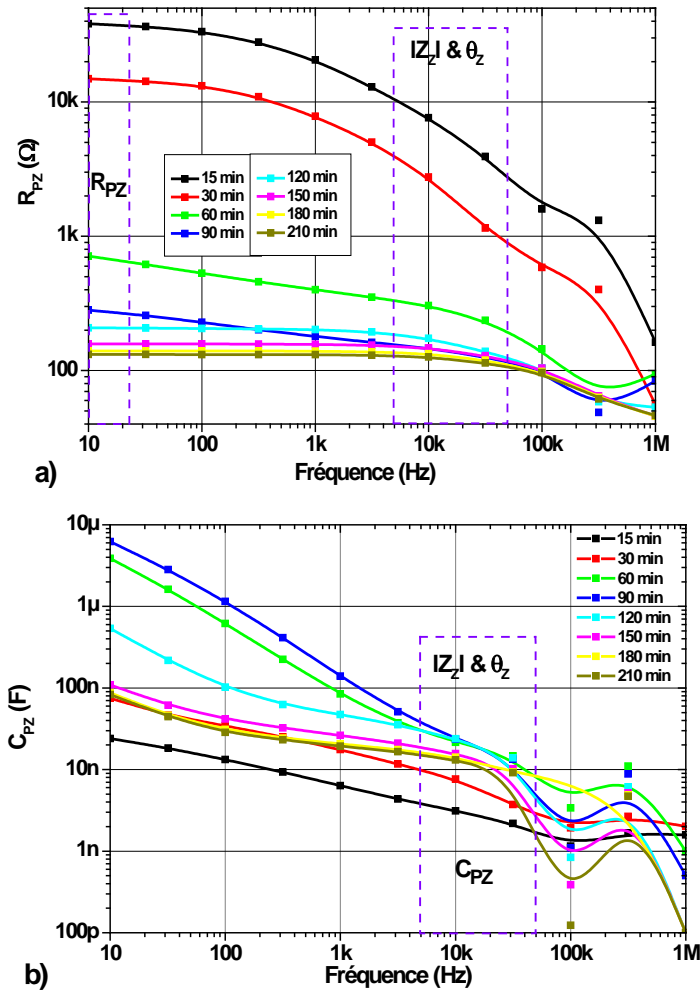


Figure 3.11 : Evolution fréquentielle a) de la résistance R_{PZ} et b) de la capacité C_{PZ} à différents temps de la cuisson en étuve sur un échantillon UD entre 6 plis

Ces courbes nous montrent les gammes pertinentes pour la détermination des paramètres électriques mesurés et permettent de conclure que :

- la résistance R_{PZ} doit être déterminée à basse fréquence $F = 10\text{Hz}$
- la capacité C_{PZ} doit être déterminée dans la gamme 5kHz à 50kHz
- le module et l'argument de l'impédance $|Z_{PZ}|$ à mesurer dans la gamme 5kHz à 50kHz

En effet, on constate que, dans cette gamme de 5kHz à 50kHz , les valeurs des résistances et capacités, à différents temps de la cuisson, varient avec la fréquence. Cela est dû aux éléments parasites d'accès, et notamment à L_S l'inductance série, et donc les valeurs de capacité seront plus qualitatives que quantitatives.

Avant de poursuivre, évaluons la répétabilité et la reproductibilité de ce suivi impédancemétrique de la conduction transversale inter-ply, lors de deux cuissons (C_1 et C_2). Pour ce faire, nous avons réalisé un suivi sur deux échantillons lors de chaque cuisson (E_1-C_1 , E_2-C_1 & E_1-C_2 , E_2-C_2) (Cf. figure 3.12). Un écart inférieur à $\pm 10\%$ sur le module de l'impédance est obtenu et les évolutions, très semblables et synchrones, confirment la reproductibilité et la répétabilité des mesures effectuées.

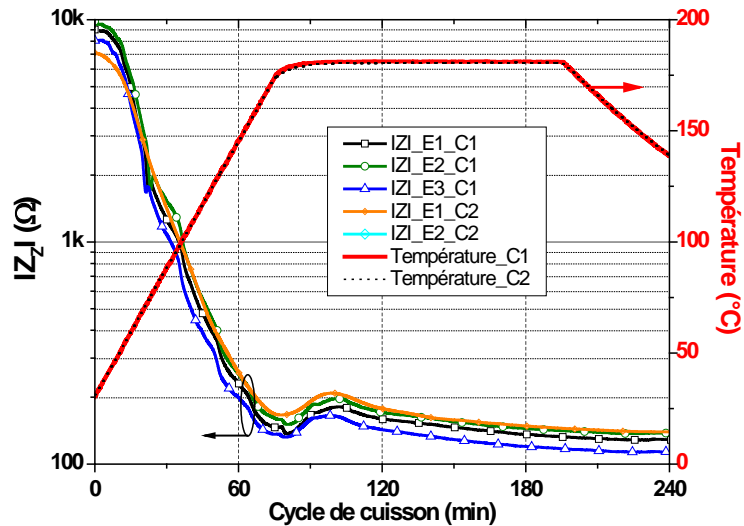


Figure 3.12 : Evolutions du module $|Z_T|$ de l'impédance transversale inter-ply de quatre échantillons UD lors de deux cuissons (C_1 & C_2) en étuve, mesurées entre 6 plis

Nos travaux antérieurs [123], réalisés sur un matériau composite unidirectionnel T700/M21, ont permis de démontrer la corrélation entre les points rhéologiques caractéristiques obtenus par un rhéomètre et les valeurs électriques (R_p et C_p) obtenues par analyse d'impédance. On y trouve l'évolution des paramètres rhéologiques (Cf. figure 3.13) lors d'un cycle thermique d'une cuisson standard. Lors de la cuisson, l'évolution de l'impédance électrique est couplée aux changements des paramètres rhéologiques de notre matrice époxy M21 tels que μ sa viscosité, α le degré de réticulation et G le module complexe de cisaillement.

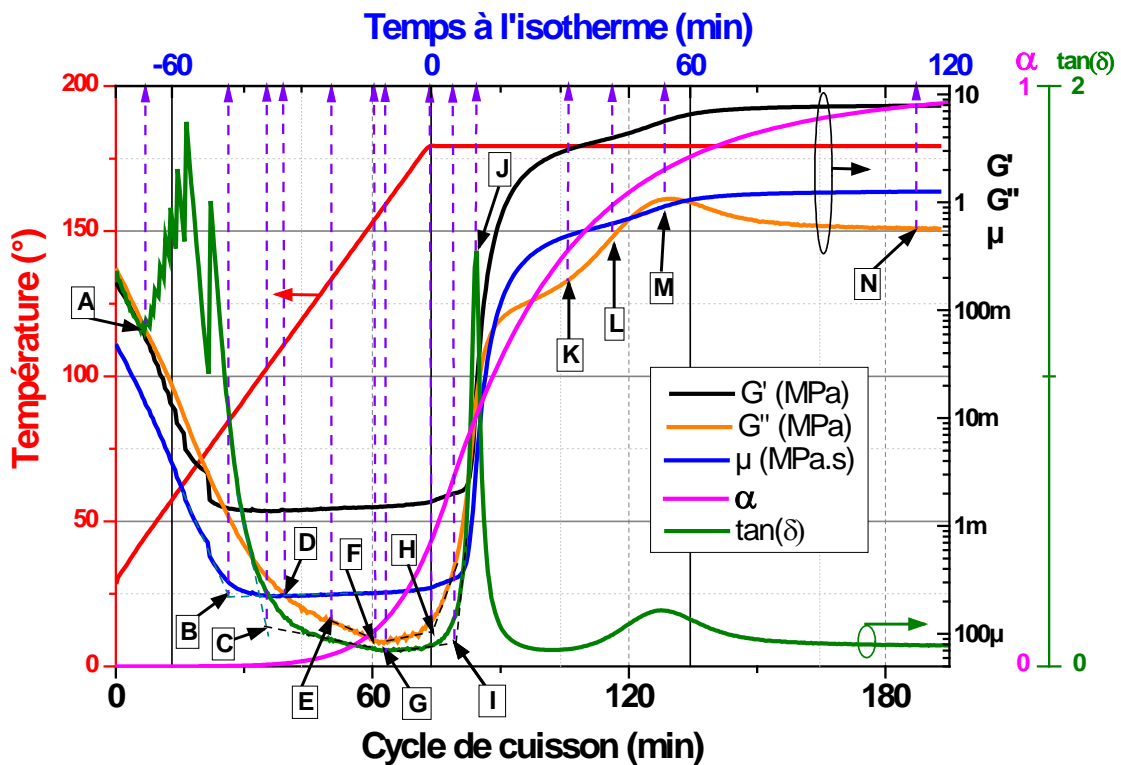


Figure 3.13 : Points rhéologiques caractéristiques de la M21 : μ viscosité, G' module conservatif, G'' module dissipatif, α degré de réticulation et $\tan(\delta)$ facteur de perte

Le rhéomètre à plateaux parallèles mesure la viscosité (μ), le module complexe de cisaillement (modules conservatif G' et dissipatif G'') et le facteur de perte $\tan(\delta)$. Par DSC (Differential Scanning Calorimetry) on détermine le degré de réticulation (α) de la résine M21 non renforcée. Les cycles thermiques, appliqués lors de ces mesures au rhéomètre et DSC, correspondent au cycle standard de cuisson utilisé au sein de l'étuve : une rampe de chauffe de 2°C/min et un palier isotherme de 120 minutes à 180°C.

Sur la courbe de la figure 3.13, on distinguera 14 points spécifiques (A à N) sur les courbes de μ , G' , G'' , $\tan(\delta)$ et α , correspondant à des minimums et à des points d'inflexion concordant avec les transitions de phase de la résine époxy M21 dans le cas de notre étude. Enfin, comme nos cycles expérimentaux ne présentent pas systématiquement la même rampe en température, ces points singuliers lors de la montée en température seront associés à la température correspondante et au-delà du temps à l'isotherme, nous prendrons le temps depuis l'isotherme :

- A la **transition gel visqueux / liquide**, deux points ont été sélectionnés :
 - **A** à $T_{\text{Cuisson}} = 41^\circ\text{C}$ « $\tan(\delta)_{\text{min1}}$ » : Premier minimum de la courbe $\tan(\delta)$
 - **B** à $T_{\text{Cuisson}} = 85^\circ\text{C}$ « P_{Tgi} » : Premier changement de pente de la courbe de la viscosité μ
- Lors de la **transition liquide / gel viscoélastique**, sept points sont retenus :
 - **C** à $T_{\text{Cuisson}} = 104^\circ\text{C}$ « $\tan(\delta)_1$ » : Premier changement de pente de la courbe $\tan(\delta)$
 - **D** à $T_{\text{Cuisson}} = 110^\circ\text{C}$ « PG''_1 » : Premier changement de pente de la courbe du module de dissipation de l'énergie G''
 - **E** à $T_{\text{Cuisson}} = 133^\circ\text{C}$ « PG''_{Trans1} » : Premier changement transitoire de la pente du G''
 - **F** à $T_{\text{Cuisson}} = 155^\circ\text{C}$ « PG''_{min} » : Minimum de l'évolution du G''
 - **G** à $T_{\text{Cuisson}} = 157^\circ\text{C}$ « $\tan(\delta)_{\text{min2}}$ » : Second minimum de la courbe $\tan(\delta)$
 - **H** à **1min** après le temps isotherme « PG''_2 » : Second changement de la pente du G''
 - **I** à **6min** après le temps isotherme « $\tan(\delta)_2$ » : Second changement de la pente de $\tan(\delta)$
- Dans la **transition gel élastique / vitreux**, nous retiendrons quatre points rhéologiques :
 - **J** à **10min** après le temps isotherme « PG » : Pic de la courbe de $\tan(\delta)$ correspondant au point de gel
 - **K** à **30min** après le temps isotherme « PG''_3 » : 3^{ème} point d'inflexion de la courbe de G''
 - **L** à **40min** après le temps isotherme « PG''_{Trans2} » : Second changement transitoire de la pente du G''
 - **M** à **55min** après le temps isotherme « PV » : Pics des courbes du G'' et $\tan(\delta)$ correspondant au point de vitrification
 - **N** à **105min** après le temps isotherme « PF » : Fin de la polymérisation quand le degré de réticulation (α) se stabilise à une valeur maximale.

A présent, examinons la figure 3.14 montrant le suivi lors d'une cuisson en étuve de $|Z_z|$, le module de l'impédance transversale inter-pli, et corrélons ses points aux points rhéologiques. Un premier lissage (moyenne glissante sur 13 pts) est nécessaire pour calculer les dérivées (1^{ière} et 2^{nde}) pour en extraire, de façon systématique et rigoureuse, les points singuliers de la cuisson. On note que le signal $|Z_z|$ doit présenter un rapport signal sur bruit supérieur à 5 ordres de grandeur ($S/N > 100\text{dB}$) pour rester pertinent en fin de cuisson (pour la détermination du point K).

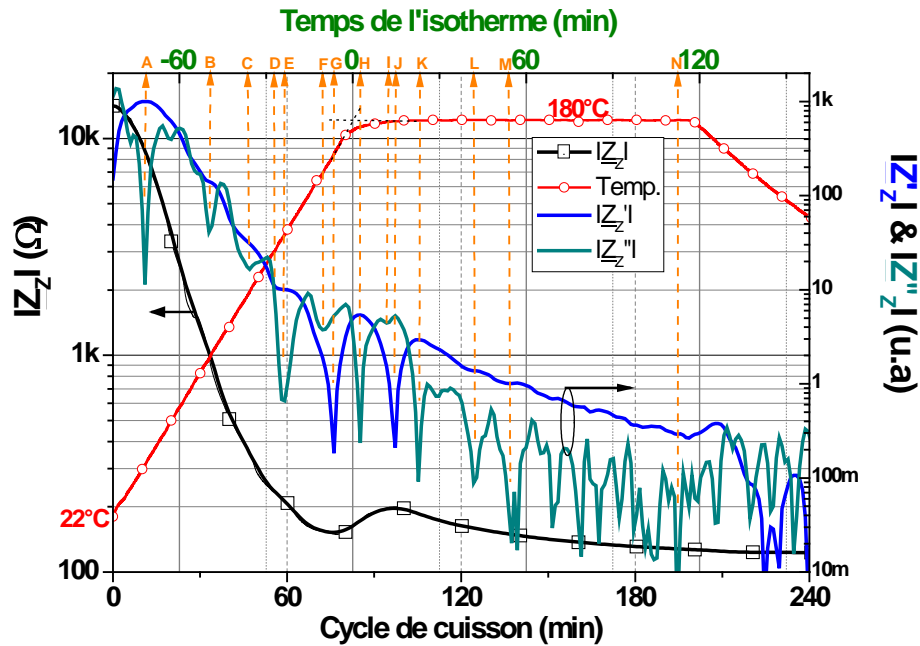


Figure 3.14 : Variation de $|Z_z|$ le module de l'impédance transversale inter-pli (à 10kHz) et des dérivées 1^{ière} et 2^{nde} avec le temps de cuisson en étuve, mesurées entre 6 plis d'un échantillon UD

Les points rhéologiques caractéristiques mesurés par rhéomètre et ceux déduits de la mesure impédancemétrique sont résumés dans le tableau suivant :

Points caractéristiques avant l'isotherme	$\tan(\delta)_{\min}$	P_{Tgi}	$\tan(\delta)_1$	PG''_1	PG''_{Trans1}	PG''_{\min}	$\tan(\delta)_{\min2}$	$T_{Isotherme}$
Label	A	B	C	D	E	F	G	
Température Rhéomètre (°C)	41	85	104	110	133	155	157	73min
Température Impédancemètre $ Z_z $ (°C)	42	85	110	129	135	159	167	83 à 87min

Points caractéristiques à l'isotherme	PG''_2	$\tan(\delta)_2$	PG	PG''_3	PG''_{Trans2}	PV	PF
Label	H	I	J	K	L	M	N
Temps Rhéomètre (min)	1	6	10	30	40	55	105
Temps Impédancemètre $ Z_z $ (min)	2	11	14	23	42	55	112

Tableau 3.1 : Identification des points rhéologiques caractéristiques à l'aide des valeurs impédancemétriques, cas étuve

On apprécie le bon accord entre les températures (lors de la rampe) et les temps après l'isotherme des points caractéristiques déduits des mesures par rhéomètre et des mesures électriques. De plus, rappelons-nous que ces mesures électriques sont effectuées sur des échantillons composites de 8 plis UD (mesure entre les 6 plis) qui intègrent donc les dispersions du matériau et d'éventuels gradients de température dans l'empilement. Enfin, certains écarts sont liés à la stabilisation en température du palier de cuisson à 180°C, et cela rend difficile la détermination précise du début du temps à l'isotherme, compris entre 83 et 87 minutes. Une fois le contact fibres/électrodes bien établi, c'est bien le matériau composite qui est caractérisé. En plus, nous remarquons que les mesures électriques révèlent d'autres phénomènes qui se passent entre les points N et M, qui nécessitent d'être étudiés plus profondément afin de les définir.

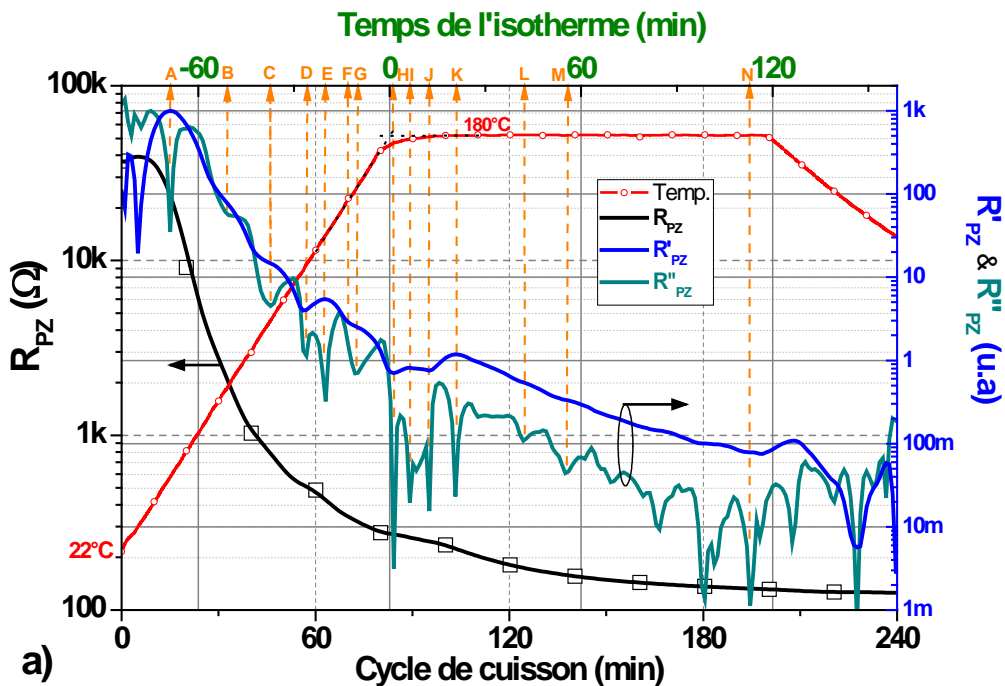
Nous venons de montrer que le suivi du seul module de l'impédance et de ses dérivées, rend bien compte de l'évolution rhéologique de la matrice lors du cycle de cuisson. On peut raisonnablement, à terme, s'en servir pour optimiser et asservir en temps réel les paramètres de cuisson (temps, température) en étuve du matériau. Pour y parvenir, il a été nécessaire d'identifier la gamme de fréquence pertinente dans laquelle, conduction résistive et capacitive sont comparables. Compte tenu des fortes évolutions des deux contributions (R_{PZ} et C_{PZ}) au cours de la cuisson, nous avons opté pour une fréquence intermédiaire ($F = 10\text{kHz}$). Notons enfin, que pour une meilleure résolution et une réduction du bruit des mesures, un sur-échantillonnage (3 mesures/minute) aurait été nécessaire au lissage (moyenne glissante) des courbes pour en extraire des signaux dérivés exploitables et pertinents. Le suivi du seul module de l'impédance, à fréquence de mesure fixe, permet de suivre en temps réel la rhéologie de la matrice lors de la cuisson. Il est donc possible d'augmenter la cadence des mesures car on n'a plus besoin de balayage fréquentiel (basse et moyennes fréquences), une fréquence de $F = 10\text{kHz}$ suffit.

Les figures 3.15.a et b montrent respectivement l'évolution de R_{PZ} , la résistance déduite de la mesure à $F = 10\text{Hz}$ et celle de C_{PZ} , la capacité mesurée à $F = 10\text{kHz}$, de la conduction transversale inter-ply lors de la cuisson en étuve. Après un premier lissage (moyenne glissante sur 13 points) des courbes, nous pouvons à nouveau déterminer de façon systématique les points caractéristiques en analysant le tracé des dérivées première et seconde. Disposer de plus de points de mesure est souhaitable, mais on se heurte rapidement aux limites du banc d'acquisition liées au sélecteur de voies (multiplexeur à base de relais électromécanique). Réduire le nombre de 8 à 4 voies analysées en parallèle devrait nous permettre de disposer de 3 points de mesure par minutes.

L'ensemble des points rhéologiques caractéristiques mesurés par rhéomètre et déduits de l'impédancemétrie sont résumés dans le tableau 3.2.

On constate à nouveau que les points rhéologiques caractéristiques déduits du suivi de la résistance ($F=10\text{Hz}$) ou de la capacité ($F=10\text{kHz}$) sont proches de ceux mesurés par l'analyse au rhéomètre. L'écart en début de cuisson de la température du premier point ($\tan(\delta)_{\min}$) déduit du suivi de la résistance R_{PZ} est imputable au temps d'établissement d'un bon contact entre électrodes et fibres. Puis l'imprécision d'environ 4 minutes, liée au transitoire de stabilisation à la température à 180°C , induit à nouveau des différences de quelques minutes sur les temps à l'isotherme. Notons que la mesure de cette capacité C_{PZ} , d'une dizaine de nano farads, est moins sensible aux perturbations externes. Elle est très supérieure à $C_{\text{Para}}=40\text{pF}$ (la capacité parasite) et à $C_{PY} \approx 30\text{pF}$ (celle mesurée en conduction transversale intra-pli).

Comme précédemment, la conduction électrique transversale inter-pli se fait à travers les points de percolation pour la conduction résistive et autour de ceux-ci pour la conduction capacitive. La diminution de la résistance traduit globalement l'accroissement du nombre de points de percolation. La croissance rapide de la capacité en début de cuisson traduit cet accroissement du nombre de points de percolation. Puis, une fois figée, la chute est corrélée à la réticulation de la matrice dont la permittivité diélectrique décroît avec l'augmentation du taux de réticulation. Grace aux tracés des dérivées, l'obtention systématique et précise des temps de changement de phase de la résine peut permettre le pilotage automatique et optimal de la cuisson.



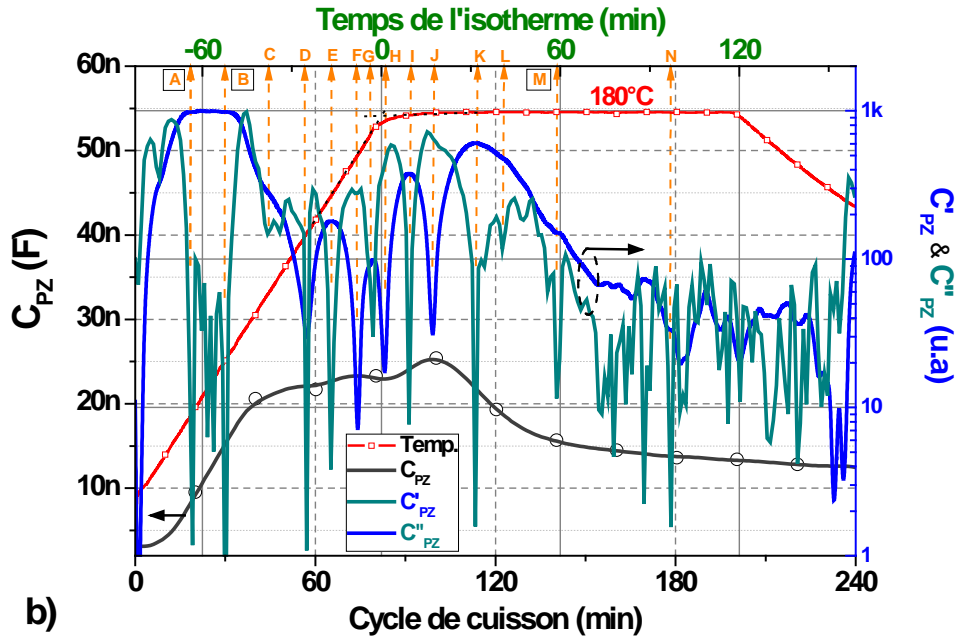


Figure 3.15 : Evolutions a) de R_{pZ} (à 10Hz) et b) de C_{pZ} (à 10kHz) et leurs dérivées 1^{ière} et 2^{nde} avec le temps de cuisson en étuve, mesurées entre 6 plis d'un échantillon UD

Points caractéristiques avant l'isotherme	$\tan(\delta)_{\min}$	P_{Tgi}	$\tan(\delta)_1$	PG''_1	PG''_{Trans1}	PG''_{\min}	$\tan(\delta)_{\min2}$	$T_{Isotherme}$
Label	A	B	C	D	E	F	G	
Température Rhéomètre ($^{\circ}C$)	41	85	104	110	133	155	157	73min
Température Impédancemètre $ Z_z $ ($^{\circ}C$)	42	85	110	129	135	159	167	83 à
Température Impédancemètre R_{pZ} ($^{\circ}C$)	50	85	110	130	143	157	162	
Température Impédancemètre C_{pZ} ($^{\circ}C$)	56	80	106	132	146	162	171	87min

Points caractéristiques à l'isotherme	PG''_2	$\tan(\delta)_2$	PG	PG''_3	PG''_{Trans2}	PV	PF
Label	H	I	J	K	L	M	N
Temps Rhéomètre (min)	1	6	10	30	40	55	105
Temps Impédancemètre $ Z_z $ (min)	2	11	14	23	42	55	112
Temps Impédancemètre R_{pZ} (min)	2	7	12	21	42	55	112
Temps Impédancemètre C_{pZ} (min)	1	10	17	32	41	59	97

Tableau 3.2 : Identification des points rhéologiques caractéristiques à l'aide des valeurs de l'impédance, de la résistance et de la capacité. Cas étuve

- **Suivi impédancemétrique de la conduction transversale inter-pli d'un matériau unidirectionnel et quasi-isotrope de 32 plis**

Pour réaliser des mesures électriques dans l'épaisseur du matériau UD, nous avons inséré plusieurs électrodes pour disposer de mesures entre 7 plis (1/2 et 8/9), 15 plis (1/2 et 16/17), 22 plis (1/2 et 23/24) et enfin 30 plis (1/2 et 31/32) (Cf. figure 3.16.a). Dans le cas des échantillons QI, les électrodes sont disposées de manière à permettre les mesures entre 15 (1/2 et 16/17) et 30 plis (1/2 et 31/32) (Cf. figure 3.16.b).

A l'aide de notre banc, nous mesurons toutes les minutes la résistance R_{pZ} ($F = 10Hz$) et la capacité C_{pZ} ($F = 10kHz$) transversale inter-pli lors du cycle de cuisson d'un échantillon UD de 32 plis (Cf. figure 3.17) de surface $S = 10 \text{ cm} \times 10 \text{ cm} = 100 \text{ cm}^2$.

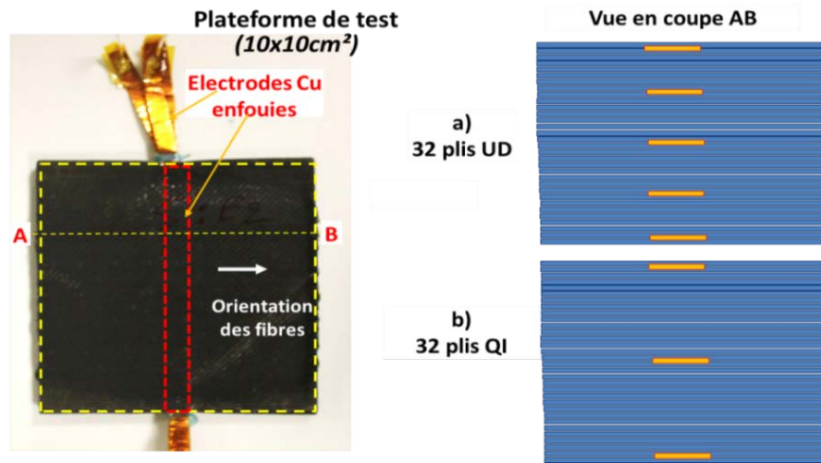


Figure 3.16 : Plateformes de mesure de conduction transversale inter-ply ; échantillons 32 plis UD et QI

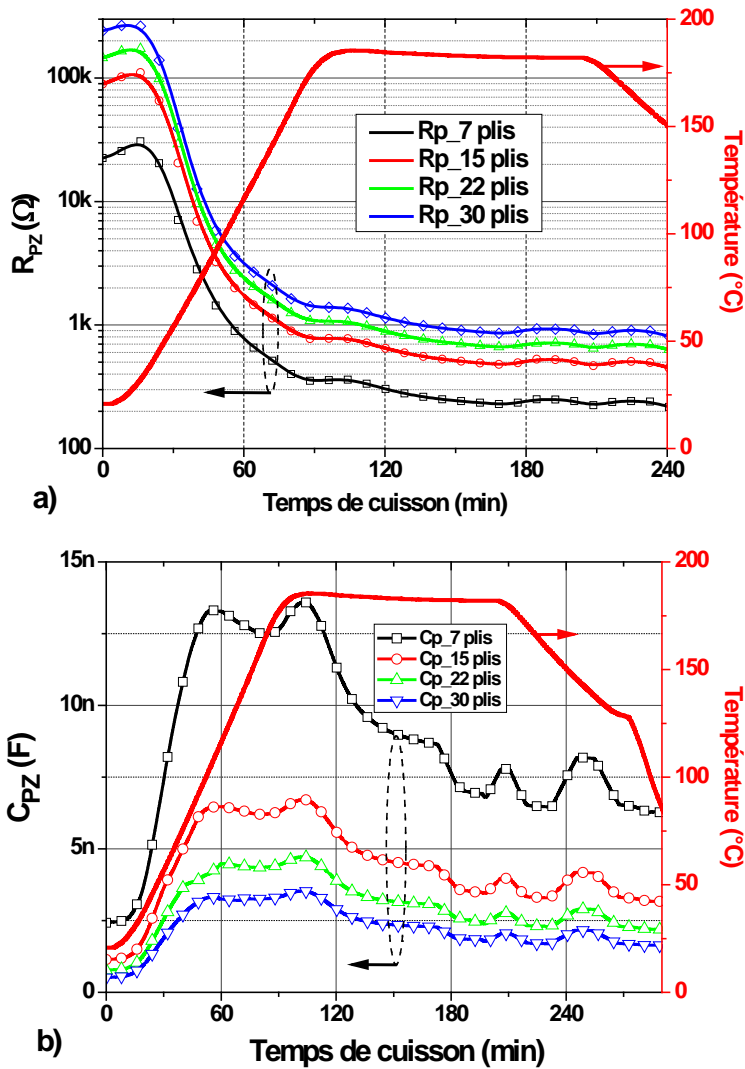


Figure 3.17 : Evolutions a) des résistances et b) des capacités en conduction transversale inter-ply

Lors d'un suivi de cuisson en étuve sur 7 plis, 15 plis, 22 plis et sur 30 plis d'un matériau UD, les courbes mesurées mettent en évidence l'évolution des paramètres électriques (R_P , C_P) en fonction de l'épaisseur du matériau. Comme attendu, la résistance croît et la capacité chute avec le nombre de plis. Pour comparer ces mesures intégrant 7, 15, 22 et 30 plis, nous avons normalisé chaque courbe de résistance par sa valeur en fin de cuisson (Cf. figure 3.18).

On constate que les tendances sont très semblables et on peut conclure que le suivi d'une partie ou de la totalité d'un empilement de plis composites présentent le même comportement. Enfin, pour distinguer la qualité du matériau en fonction de sa position dans l'empilement et du nombre de plis, nous avons tracé sur la figure 3.18.b les évolutions de la résistance transversale (suivant l'axe z) entre les plis 2 & 8, 9 & 17, 18 & 24 et 25 & 31. On constate que pour un nombre de plis donné (7 ou 8 plis) les empilements supérieurs (plis 18 & 24 et 25 & 31) présentent une résistance plus faible. En effet, on obtient pour 8 plis $R_{24-31} = 207\Omega$ contre $R_{9-16} = 263\Omega$, et pour 7 plis $R_{17-23} = 192\Omega$ contre $R_{2-8} = 240\Omega$.

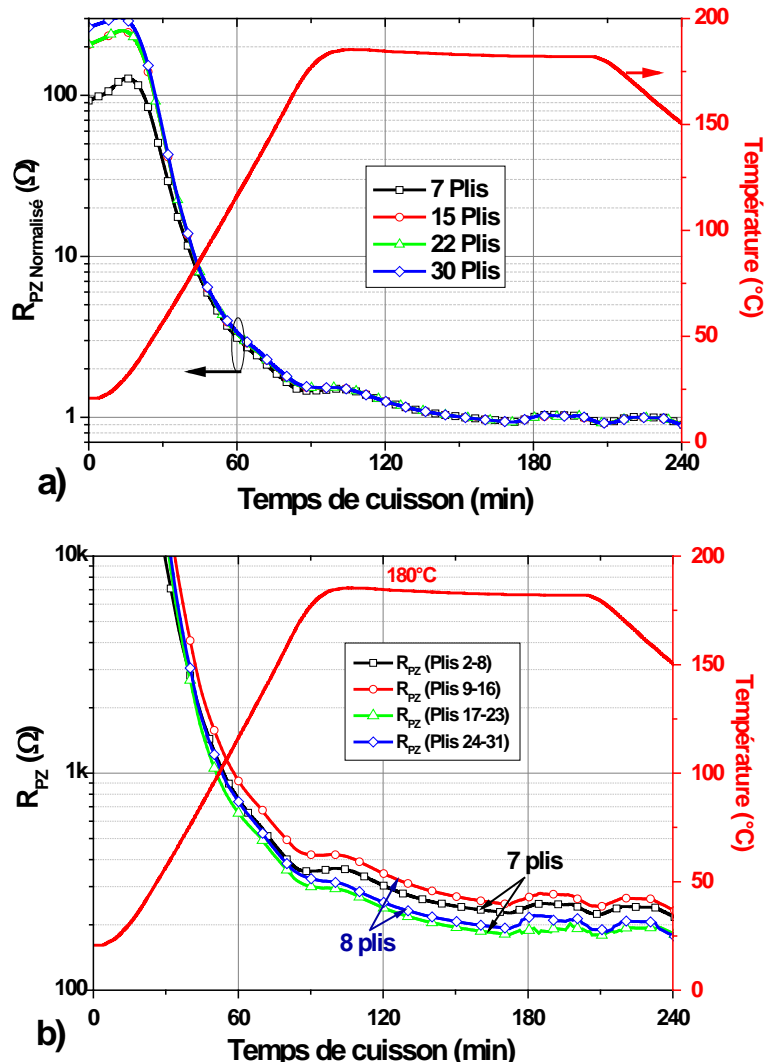


Figure 3.18 : a) Evolutions des résistances normalisées en conduction transversale inter-ply lors d'une cuisson en étuve sur 7, 15, 22 et 30 plis (matériau UD) et b) influence du positionnement dans l'empilement

Voulant tester l'influence de l'anisotropie de l'empilement, nous avons réalisé deux éprouvettes de test de conduction transversale inter-pli de 32 plis UD et QI. Une électrode est placée entre les plis 1 & 2, une seconde entre les plis 16 & 17 et enfin une dernière entre les plis 31 & 32 (Cf. figure 3.16). Les courbes d'évolution de la résistance transversale inter-pli correspondantes sont reportées sur la figure ci-dessous.

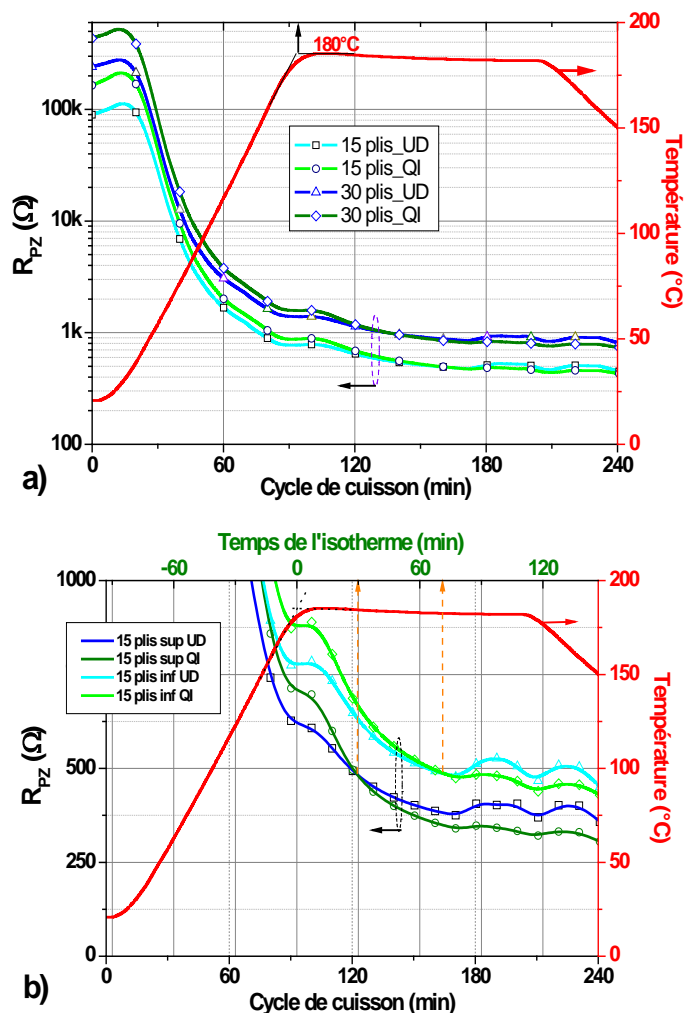


Figure 3.19 : Comparaison des résistances R_{PZ} mesurées sur des échantillons a) 15 et 30 plis UD et QI ; b) sur les 15 plis inférieurs et supérieurs des échantillons UD et QI

Sur l'évolution de la résistance R_{PZ} des 15 et 30 plis (figure 3.19.a) on constate que la résistance transversale inter-pli du matériau QI est d'abord plus élevée que celle du matériau UD et en fin de cuisson cela s'inverse. La figure 3.19.b montre clairement à nouveau que les 15 plis supérieurs présentent une moindre résistance que les plis inférieurs respectivement -22% sur le matériau UD et -32% pour le matériau QI. On notera aussi que c'est après 30 minutes du temps à l'isotherme que la résistance de l'empilement QI devient plus faible que l'UD pour les plis supérieurs. En revanche, il faut attendre 71 minutes du temps à l'isotherme pour que la résistance de l'empilement QI devienne plus faible que celle de l'UD pour les plis inférieurs. Les plis supérieurs présentent donc un taux de fibre plus élevé. Les valeurs finales sont présentées dans le tableau ci-dessous et permettent de conclure qu'après cuisson en

étuve, le matériau quasi-isotrope (QI) présente une résistance transversale inter-ply 11% plus réduite que celle du matériau unidirectionnel (UD).

Après avoir analysé in situ l'évolution des impédances longitudinales et transverses lors des cuissons standards (sans défaut) en étuve, passons maintenant aux cas des cuissons en autoclave.

	UD 15 plis	QI 15 plis	UD 32 plis	QI 32 plis
R_p (Ω)	513	477	922	825
C_p (nF)	3.04	3.17	1.56	1.67

Tableau 3.3 : Valeurs finales de résistances et de capacités des échantillons UD et QI, cas étuve

3.3.1 Suivi impédancemétrique de cuisson dans un autoclave

Dans l'industrie, la cuisson des matériaux composites est souvent réalisée dans un autoclave, d'où notre intérêt pour transposer notre suivi impédancemétrique dans ce type de four. Nous pourrions ainsi comparer les différences et similitudes avec la cuisson en étuve. La différence notable entre ces deux équipements vient de la pression que l'on applique (environ 5 à 7 bars) dans l'autoclave. Bien sûr cela aura un impact très significatif sur la densité du matériau qui présente ainsi de meilleures propriétés mécaniques, mais qu'en sera-t-il pour les propriétés électriques ? De la même façon que pour l'analyse des cuissons en étuve, nous allons successivement présenter les variations des propriétés électriques (R_p et C_p ou $|Z|$ et θ) au cours des cycles de cuisson en fonction de l'orientation de la conduction électrique dans le matériau suivant les axes x, y et z.

Pour les mesures réalisées dans l'autoclave, la gamme de fréquence de mesure va de 100Hz à 1 MHz et le nombre de fréquence de mesure est de 21. Pour disposer d'un accès électrique dans l'autoclave sans un aménagement spécifique, nous avons mis à profit les voies de mesures thermocouples inutilisées. En effet, notre four dispose de 20 voies de lecture par thermocouple correspondant à environ 6 mètres de fil en chromel et alumel. Après étalonnage en court-circuit et circuit ouvert, on obtient une moyenne (sur les 8 voies utilisées), des éléments parasites suivants : $R_s = 3,5\Omega$, $L_s = 10,5\mu H$, $C_{Para} = 330pF$, $R_{Fuite} > 2G\Omega$

La valeur de la résistance est déduite de la mesure de Z à 100Hz et celle de la capacité est déduite de la mesure de Z à 40kHz.

3.1.2.a Suivi impédancemétrique de la conduction longitudinale en autoclave

Pour la mesure des variations des propriétés électriques dans le sens longitudinal, considérons l'échantillon mono-ply placé sur un support PCB. La mesure est faite en 4 points sur une surface $S = 1 \times 32 \text{ cm}^2$ (Cf. figure 3.1). Les figure 3.20.a et b montrent respectivement l'évolution des valeurs de $|Z_x|$ le module et θ_x l'argument de l'impédance, et de la résistance R_{px} en conduction longitudinale lors d'une cuisson en autoclave.

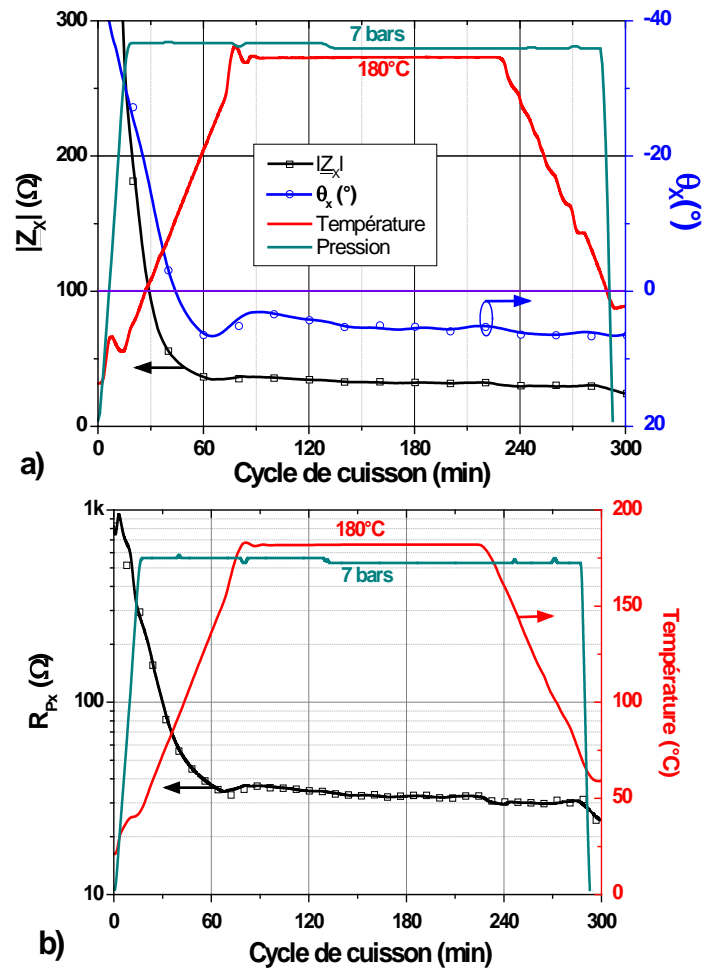


Figure 3.20 : Variations a) du module et l'argument de l'impédance ($|Z_x|$ et θ_x à $F=40\text{kHz}$), et b) de la résistance en conduction longitudinale (R_{px}) sur un échantillon mono-pli, lors d'une cuisson en autoclave

On note que θ_x l'argument mesuré est tout d'abord positif, puis, à partir de $t_{\text{Cuisson}} = 43$ minutes de cuisson, il devient négatif et présente une valeur réduite. On ne peut plus modéliser notre matériau par une simple cellule $R_p // C_p$ et l'extraction de la valeur de la capacité devient non pertinente. Lors de cette cuisson en autoclave, l'ensemble matériau et électrodes étant plus compacté grâce à la pression élevée (7 bars) dans l'enceinte, le contact électrodes-matériau s'établit plus rapidement et est amélioré par rapport à l'étuve. La résistance en fin de cuisson est quasiment réduite de moitié en passant à $R_{px} = 24\Omega$ contre $R_{px} = 52\Omega$ (en étuve) après cuisson et impose la méthode 4 points pour des mesures fiables.

3.1.2.b Suivi impédancemétrique de la conduction transversale intra-pli en autoclave

Comme en étuve, cette mesure des propriétés électriques de la conduction transversale dans le pli est réalisée sur un échantillon mono-pli placé sur un support PCB (Cf. figure 3.5).

La surface analysée entre électrodes est de $10 \times 10 \text{ cm}^2$ et la méthode de mesure 2 points est utilisée pour mesurer $|Z_Y|$ et θ_Y (Cf. figure 3.21.a) à la fréquence optimale de $F = 40 \text{ kHz}$.

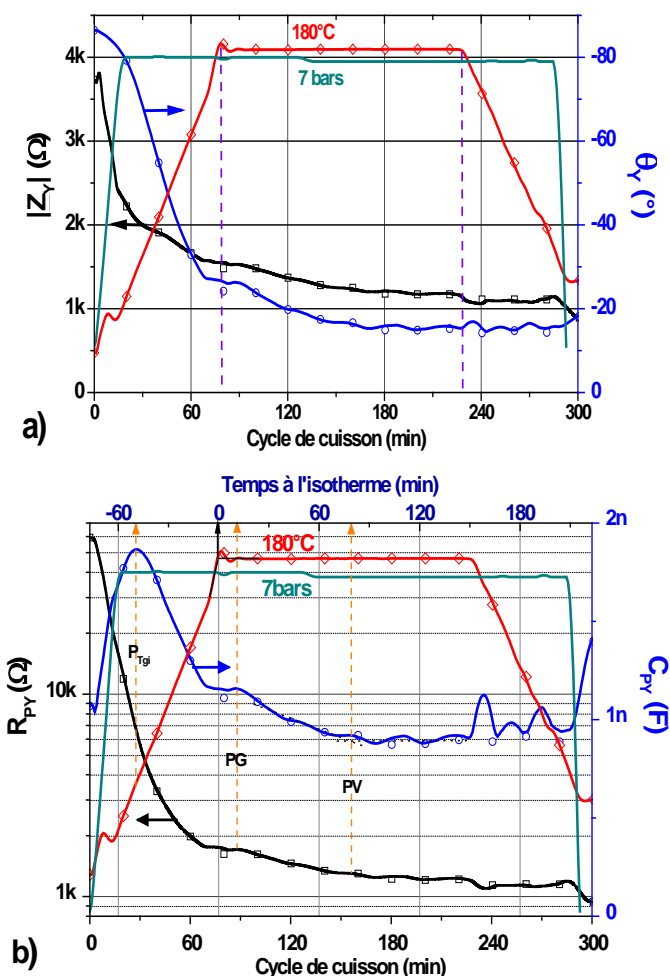


Figure 3.21 : Variations a) de $|Z_Y|$ le module et de θ_Y l'argument de l'impédance ($F = 40 \text{ kHz}$) et b) de R_{PY} la résistance en conduction transversale intra-pli d'un mono-pli, lors d'une cuisson en autoclave

Les valeurs négatives et élevées de l'argument de l'impédance, permettent la détermination fiable de la capacité C_{PY} . Les évolutions conjointes de R_{PY} et C_{PY} lors d'une cuisson en autoclave sont tracées sur la figure 3.21. L'on retrouve la décroissance monotone de la résistance R_{PY} , semblable à celle obtenue lors de la cuisson en étuve. Néanmoins on note la forte réduction de la valeur de $R_{PY} = 30 \text{ k}\Omega$ en étuve, qui chute à près de $R_{PY} = 1 \text{ k}\Omega$ en fin cuisson à l'autoclave. La capacité C_{PY} croît à $1,5 \text{ nF}$ en fin cuisson à l'autoclave, soit de trois ordres de grandeur plus élevés que celle mesurée étuve ($C_{PY} = 20 \text{ pF}$). Ces évolutions sont clairement couplées à l'augmentation du taux de fibre lors de la cuisson sous pression dans l'autoclave. De même pour cette structure mono-pli, les points PG et PV semblent atteints respectivement à 10 et 80 minutes du temps à l'isotherme. Ces valeurs de résistance et de capacité de l'ordre du $\text{k}\Omega$ et du nF facilitent leurs mesures et les rendent quasi-insensibles aux éléments parasites d'accès ($R_S = 3,5 \Omega$, $L_S \omega = 2,5 \Omega$ et $C_{\text{Parasite}} = 330 \text{ pF}$).

3.1.2.c Suivi impédancemétrique de la conduction transversale inter-pli en autoclave

Nous avons réalisé des suivis des variations des propriétés électriques de la conduction transversale inter-pli (suivant l'axe Z) du matériau lors des cycles de cuissons sur des échantillons de 8 et 32 plis unidirectionnels, et 32 plis quasi-isotropes comme pour les cas des cuissons en étuve (Cf. figure 3.9 et figure 3.16).

- **Suivi impédancemétrique de la conduction transversale inter-pli d'un matériau UD de 8 plis lors d'une cuisson en autoclave**

Les évolutions du module d'impédance et son argument ($|Z_z|$ et θ_z) de la conduction transversale inter-pli au cours de la cuisson en autoclave sont présentées sur la figure 3.22. La valeur négative de l'argument θ_z , conduit à une modélisation électrique équivalente, correspondante à une résistance R_{PZ} en parallèle avec une capacité C_{PZ} .

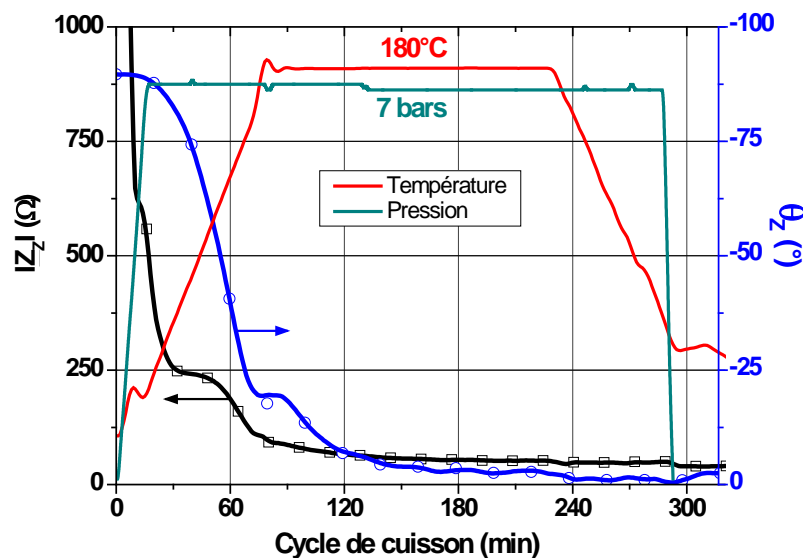


Figure 3.22 : Evolutions de $|Z_z|$ le module et de θ_z l'argument de l'impédance en conduction transversale inter-pli, lors d'une cuisson en autoclave sur un échantillon UD entre 6 plis

Nous devons à nouveau déterminer à l'aide des dérivées 1^{ière} et 2^{nde}, les points singuliers de la cuisson et les comparer à ceux de l'analyse rhéologique. C'est pourquoi nous avons tracé sur la figure 3.23 l'évolution de $|Z_z|$, le module de l'impédance et des dérivées 1^{ière} et 2^{nde}, en conduction transversale inter-pli lors de la cuisson en autoclave. Ces tracés permettent d'établir le tableau récapitulatif des points rhéologiques caractéristiques pour une cuisson en autoclave. Cette cuisson diffère de la précédente (étuve) par la forte pression (7 bars) appliquée dans l'enceinte de l'autoclave.

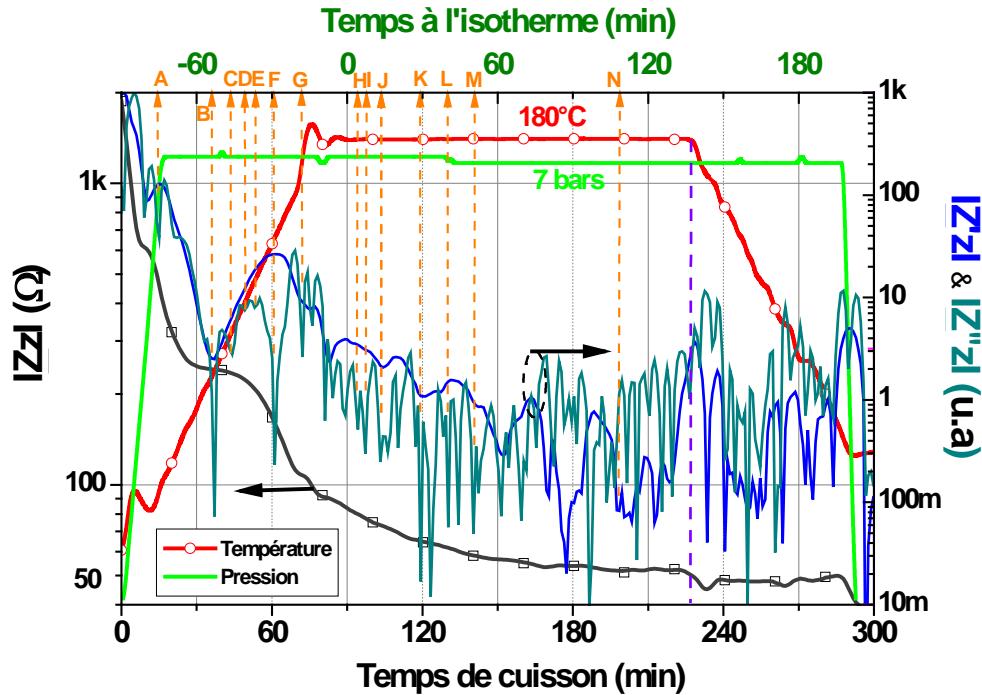


Figure 3.23 : Variations de $|Z_z|$ module de l'impédance (à 10kHz) et ses dérivées 1^{ère} et 2^{nde}, en conduction transversale inter-pli lors de la cuisson en autoclave, entre 6 plis d'un échantillon UD

Points caractéristiques avant l'isotherme	$\tan(\delta)_{\min}$	P_{Tgi}	$\tan(\delta)_1$	PG''_1	PG''_{Trans1}	PG''_{\min}	$\tan(\delta)_{\min2}$	$T_{Isotherme}$
Label	A	B	C	D	E	F	G	
Température Rhéomètre (°C)	41	85	104	110	133	155	157	73min
Température Impédancemètre $ Z_z $ (°C)	41	89	105	116	127	141	166	83 à 87min

Points caractéristiques à l'isotherme	PG''_2	$\tan(\delta)_2$	PG	PG''_3	PG''_{Trans2}	PV	PF
Label	H	I	J	K	L	M	N
Temps Rhéomètre (min)	1	6	10	30	40	55	105
Temps Impédancemètre $ Z_z $ (min)	4	8	13	29	40	51	109

Tableau 3.4 : Identification des points rhéologiques caractéristiques à l'aide des valeurs impédancemétriques, cas autoclave

L'application de la pression dans l'enceinte de l'autoclave et la perturbation de la rampe en température pendant les vingt-cinq premières minutes, peut affecter la détermination du premier point caractéristique $\tan(\delta)_{\min}$. On constate là encore le bon accord entre les mesures impédancemétriques et rhéologiques. Enfin on constate une forte sensibilité (plusieurs points détectables) lors de cette cuisson en autoclave par rapport à la cuisson en étuve.

Pour tester la reproductibilité de nos mesures, nous avons suivi deux échantillons (E1 et E2) lors d'un cycle de cuisson (Cf. figure ci-dessous).

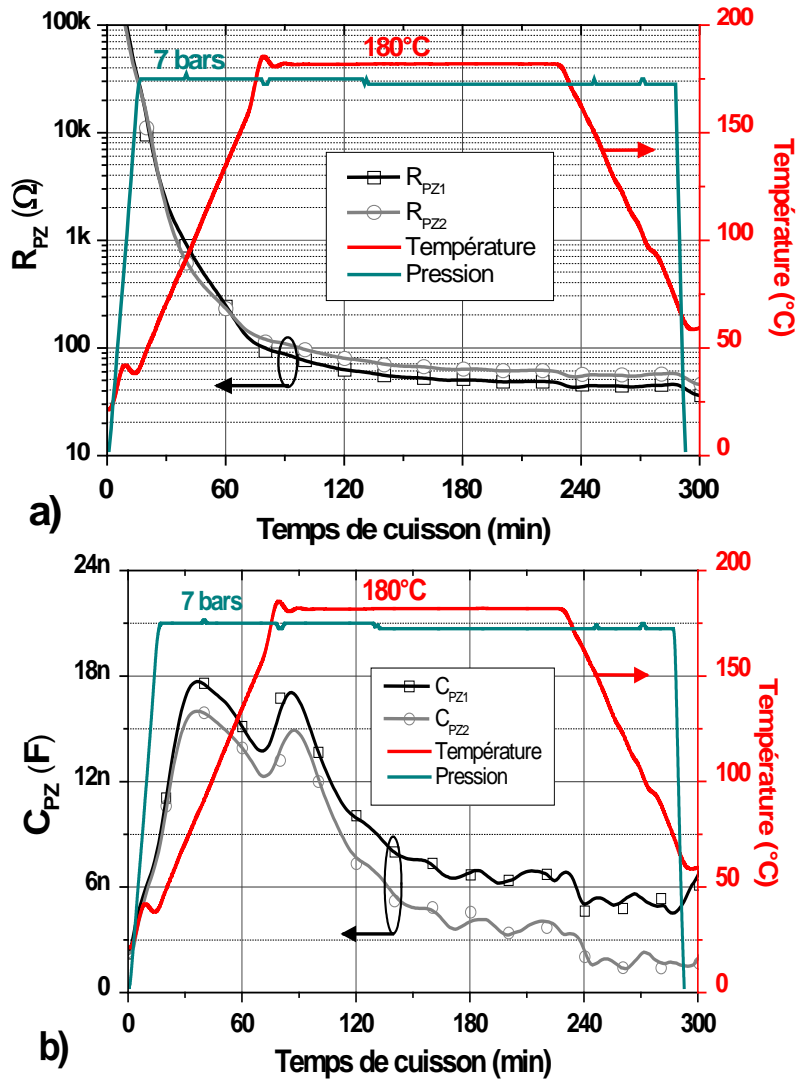


Figure 3.24 : Evolutions a) des résistances et b) capacités (à 40kHz) de la conduction transversale inter-pli lors d'une cuisson en autoclave d'échantillons UD entre 6 plis

On retrouve, tant pour la résistance que pour la capacité, des évolutions comparables à celles obtenues en étuve. On obtient un écart d'environ $\pm 12\%$ sur les résistances et $\pm 27\%$ sur les capacités. On peut donc là encore conclure que cette mesure impédancemétrique est bien reproductible et représentative des évolutions structurales du matériau composite lors de la cuisson.

- **Suivi impédancemétrique de la conduction transversale inter-pli d'un matériau UD et QI de 32 plis lors d'une cuisson en autoclave**

D'autres mesures sont réalisées sur des échantillons à 32 plis afin de mettre en évidence l'effet de l'empilement progressif des plis du matériau, c'est à dire l'effet qu'a l'épaisseur du matériau sur les propriétés électriques mesurées. De plus, ces échantillons sont en configuration unidirectionnelle (UD) et quasi-isotrope (QI) pour montrer l'effet de l'orientation des fibres sur les propriétés électriques mesurées (Cf. figure suivante).

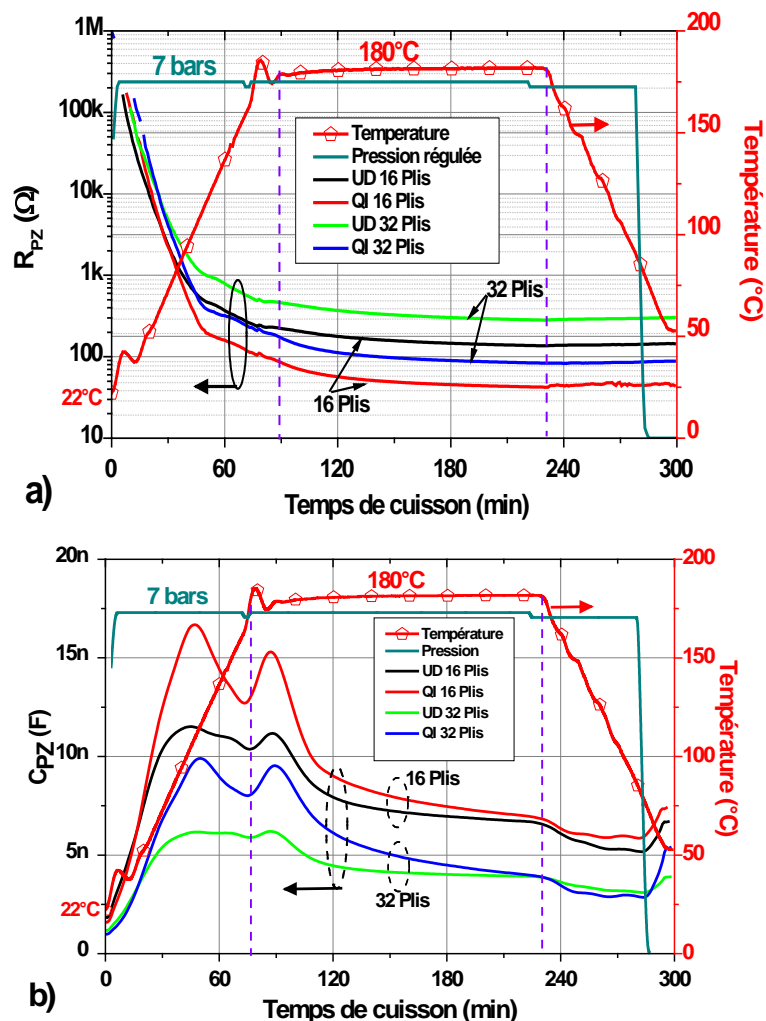


Figure 3.25 : Variations a) de R_{PZ} les résistances et b) C_{PZ} les capacités en conduction transversale inter-pli mesurées entre 16 et 32 plis sur des échantillons UD et QI lors d'une cuisson en autoclave

Tout d'abord on constate que les variations de ces propriétés électriques sont semblables pour le drapage UD et QI, et que les valeurs dépendent du nombre de plis considéré. Concernant les résistances des échantillons QI (16 & 32 plis), elles sont inférieures d'un facteur proche de trois à celles des échantillons UD. En revanche, les capacités mesurées sur matériau UD ou QI présentent des valeurs très semblables. Pour mieux les comparer, les valeurs obtenues en fin de cuisson sont résumées dans le tableau ci-dessous.

	UD 15 plis	QI 15 plis	UD/QI	UD 32 plis	QI 32 plis	UD/QI
R_P (Ω)	136	43	3,22	282	84	3,35
C_P (nF)	6,68	6,93	+0,54%	3,86	3,86	0%

Tableau 3.5 : Valeurs finales de résistances et de capacités des échantillons UD et QI, cas autoclave

On note que la cuisson autoclave densifie le matériau, accroît le nombre de points de percolation, ce qui se traduit par une réduction d'un facteur 3 de la résistance en conduction

transverse inter-pli. Cette résistance étant sensible au taux de porosité et taux de fibres, elle permettra d'évaluer la qualité d'un matériau par simple mesure post-cuisson de la résistance.

3.3.2 Comparaison des suivis de cuissons en étuve et autoclave

Les cuissons en étuve et autoclave se réalisent avec les mêmes conditions de drapage, de vide et de profil en température mais la différence entre ces deux types de cuisson se trouve essentiellement au niveau de la pression (0.2 bar de vide pour l'étuve et 0.2 bar de vide + 7 bars pour l'autoclave) et du contrôle en température (absent dans l'étuve ; mais asservissement de la température du matériau dans le cas de l'autoclave). La répercussion de cette différence peut se traduire par des comportements (tendances) variés et/ou des écarts de valeurs des paramètres électriques du matériau mesurés lors des cuissons. Présentons donc l'évolution des résistances et capacités parallèles (R_P , C_P) mesurées dans les deux conditions en fonction de l'axe de conduction du courant électrique au sein du matériau : longitudinal suivant l'axe x, transversal suivant l'axe y et transversal suivant l'axe z. Toutes les valeurs des résistances (R_P) utilisées pour faire cette comparaison sont mesurées à des fréquences basses (entre 4 à 100 Hz) et celles des capacités (C_P) à des fréquences autour de 40 kHz.

3.1.3.a Comparaison des suivis impédancemétriques de la conduction longitudinale lors des cuissons en étuve et en autoclave

Dans le sens longitudinal suivant l'axe x, les résistances ont des évolutions proches, mais des valeurs distinctes (Cf. figure 3.26). En effet, la résistance en fin de cuisson en étuve est de $R_{PX} = 50,5\Omega$, contre $R_{PX} = 29,9\Omega$ après cuisson autoclave. Comme on ne contacte que la partie inférieure du mono-pli constitué de deux demi plis séparés par une couche de résine, on considèrera que l'épaisseur analysée est de $120\mu\text{m}$ et non de $250\mu\text{m}$ pour un pli complet. On en déduit une résistivité longitudinale de $\rho_X = 4,2 \cdot 10^{-3} \Omega \cdot \text{cm}$ sur le matériau cuit en étuve, contre $\rho_X = 1,3 \cdot 10^{-3} \Omega \cdot \text{cm}$ pour le matériau cuit en autoclave.

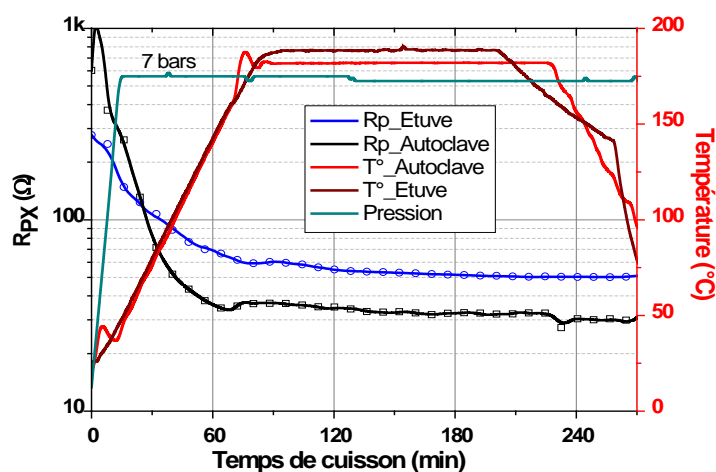


Figure 3.26 : Comparaison du suivi de (R_{PX}), la résistance en conduction longitudinale mesurée sur des échantillons mono-plis, lors des cuissons en étuve et autoclave

L'analyse impédancemétrique de la conduction longitudinale ne présente pas, ou trop peu d'information, sur l'évolution du matériau lors de sa cuisson. Néanmoins, ces valeurs des résistances permettent d'évaluer la qualité des contacts électrodes/fibres dont la valeur est de quelques ohms. Les résistivités déduites de ces mesures montrent clairement que la totalité des fibres n'est pas contactée et il est difficile de les comparer avec celle annoncée par le fabricant du pli pré-impregné.

3.1.3.b Comparaison des suivis impédancemétriques de la conduction transversale intra-pli lors des cuissons en étuve et en autoclave

Comme on peut le constater sur la figure 3.27.a, la résistance à la fin de cuisson en étuve est de $R_{PY} = 31324\Omega$, contre seulement $R_{PY} = 1137\Omega$ pour le cas autoclave. On note un rapport de 27 entre les résistances mesurées, induit par l'application d'une forte pression lors du cycle de cuisson en autoclave. De là, on déduit une résistivité en conduction transversale intra-pli de $\rho_Y = 78,3 \Omega.m$ obtenue sur le matériau cuit en étuve, contre $\rho_Y = 2,84 \Omega.m$ pour le matériau cuit en autoclave.

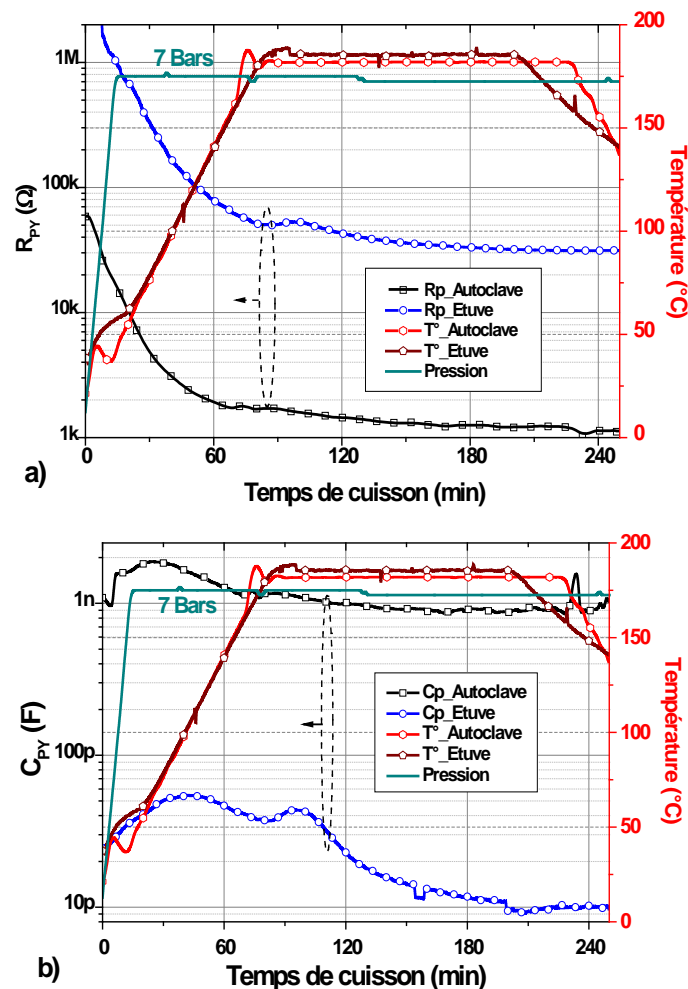


Figure 3.27 : Comparaison a) des résistances R_{PY} , et b) des capacités C_{PY} , en conduction transversale intra-pli mesurées sur mono-pli, lors des cuissons en étuve et en autoclave

Les capacités sont elles aussi bien distinctes (Cf. figure 3.27.b). En fin de cuisson en étuve, on mesure $C_{PY}=10,1pF$, contre $C_{PY}=915pF$ après cuisson autoclave. Ce qui confirme l'effet bénéfique de la pression lors de la cuisson pour densifier le matériau, accroître le nombre de points de percolation et le taux de fibres, enfin, réduire le taux de porosité.

3.3.3.a Comparaison du suivi impédancemétrique de la conduction transversale inter-ply lors des cuissons en étuve et en autoclave

La résistance en fin de cuisson en étuve (Cf. figure 3.28.a) est de $R_{PZ}=126\Omega$, contre seulement $R_{PZ}=45,7\Omega$ après cuisson autoclave, soit un rapport de 2,75. On en déduit une résistivité en conduction transversale inter-ply de $\rho_Z=8400\Omega.m$ pour le matériau cuit en étuve, contre $\rho_Z=3050\Omega.m$ pour le matériau cuit en autoclave.

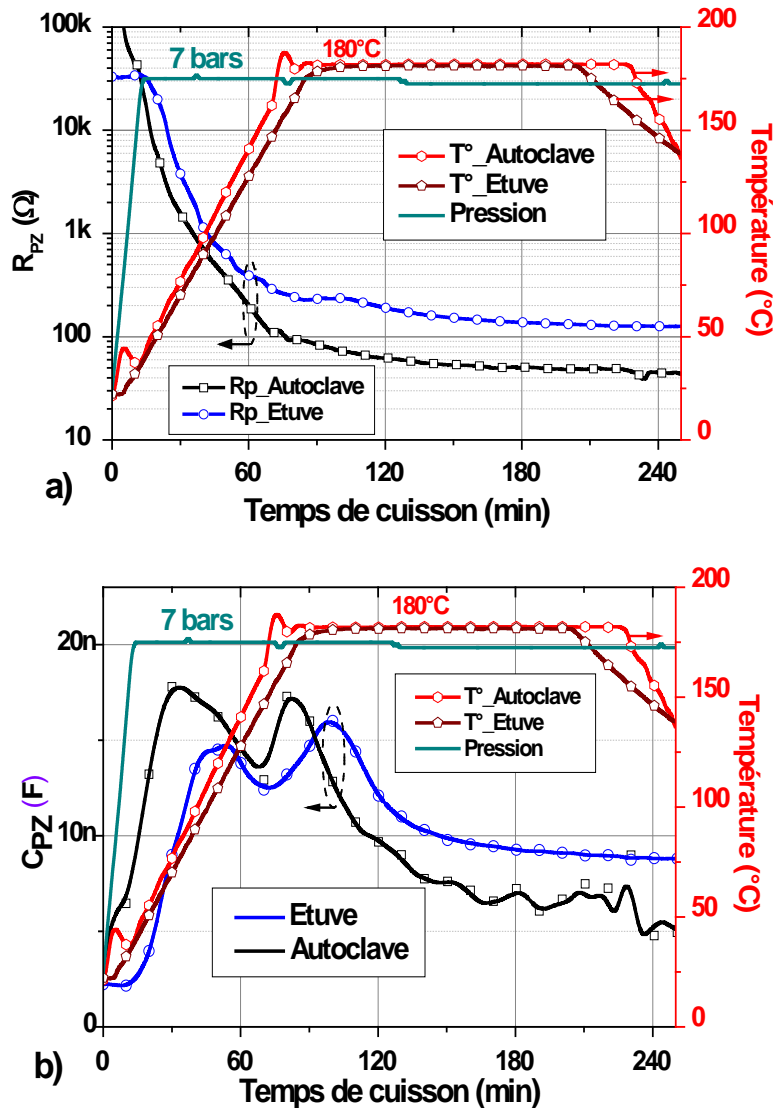


Figure 3.28 : Comparaison a) des résistances R_{PZ} , et b) des capacités C_{PZ} , en conduction transversale inter-ply mesurées entre 6-lis, lors des cuissons en étuve et en autoclave

Les capacités sont proches en fin de cuisson (Cf. figure 3.28.b), en étuve on mesure $C_{PZ} = 8,8nF$ contre $C_{PZ} = 7,3nF$ en fin de cuisson autoclave. En revanche on constate qu'elles ont une évolution semblable, sensible aux points rhéologiques caractéristiques.

Ce suivi impédancemétrique est bien le plus adapté pour un suivi de la cuisson de l'ensemble du volume de l'échantillon. Le compactage du réseau de fibre lors de la cuisson autoclave, à 7 bars de pression, accroît le nombre de points de percolation et se traduit logiquement par une diminution de la valeur de R_{PZ} la résistance transversale inter-ppli. La valeur de la capacité C_{PZ} devrait de son côté présenter une valeur plus élevée qu'en étuve, or on constate que ce n'est pas le cas en fin de cuisson. Ces mesures sont réalisées in situ et le câblage reliant l'impédancemètre à l'échantillon est de près d'une dizaine de mètres pour l'autoclave, contre seulement trois mètres dans le cas de l'étuve. Ceci induit des éléments parasites distincts : $R_S = 3,5\Omega$, $L_S = 10,5\mu H$, $C_{Para} = 330pF$ en autoclave contre $R_S = 0,1\Omega$, $L_S = 2,7\mu H$, $C_{Para} = 40pF$ en étuve. Si à cela on ajoute le fait que la résistance R_{PZ} mesurée est plus faible en autoclave, cela explique la valeur sous-estimée de la capacité C_{PZ} . En fin de cuisson, avec la connectique d'instrumentation in situ, la capacité est de $C_{PZ} = 7,3nF$ (Cf. figure 3.28.b) et atteint $C_{PZ} = 15nF$ si l'on connecte directement l'échantillon à l'impédancemètre. Cela montre bien que les mesures in situ sont qualitatives mais pas quantitatives et sont impactées par les éléments parasites d'accès. Comme nous analysons l'enveloppe, et pas la valeur absolue de l'impédance, notre étude reste valide.

3.2 Détection de défauts lors du processus de fabrication

Différents défauts peuvent intervenir lors du processus de fabrication parmi lesquels :

- Défaut de moulage entraînant des pressions inhomogènes sur l'empilement des pré-imprégnés
- Rupture partielle ou totale de la poche à vide lors de la cuisson modifiant le compactage
- Défaut d'apport de vide ou de pression par la machine de cuisson (étuve et/ou autoclave)
- Arrêt de la machine lors d'un cycle de cuisson

Quand un défaut intervient lors du processus de fabrication, on peut parfois s'en rendre compte en sortie d'étuve ; mais souvent les défauts induits sont imperceptibles par inspection visuelle alors que leur impact sur la qualité de fabrication est indéniable. De plus, dans une démarche de suivi systématique du processus de fabrication, il nous semble utile de conserver les enregistrements (monitoring) qui permettent de détecter en temps réel, ou a posteriori, le moment où survient ce défaut de fabrication, son type et aussi d'évaluer son impact sur le comportement global de la structure. Afin de faire une détection de défauts de cuisson à l'aide de notre suivi impédancemétrique, nous avons délibérément provoqué certains de ces défauts lors de différents cycles de cuissons en étuve. En effet, nous avons écarté l'utilisation de

l'autoclave pour tester ces défauts car son accès est plus restrictif et provoquer des défauts lors du cycle est plus compliqué qu'avec l'étuve.

3.2.1 Détection de défaut de moulage

Un défaut de moulage ou de drapage résulte dans notre cas d'un mauvais placement de la mosite (réalisation de cadre autour de la structure à mouler) et d'une tension inhomogène de la bâche à vide responsables d'une répartition inhomogène de la pression appliquée sur le matériau. Pour tester ce défaut de moulage, nous avons volontairement lors de la cuisson C2, placé la mosite trop près et dans un autre cas trop loin du matériau pour que les extrémités du matériau soient moins ou plus compactées (Cf. figure 3.29). Les courbes ci-dessous, mesurées en post-cuisson, montrent la comparaison entre les pièces réalisées avec (C2) et sans (C1 et C3) défaut de moulage.

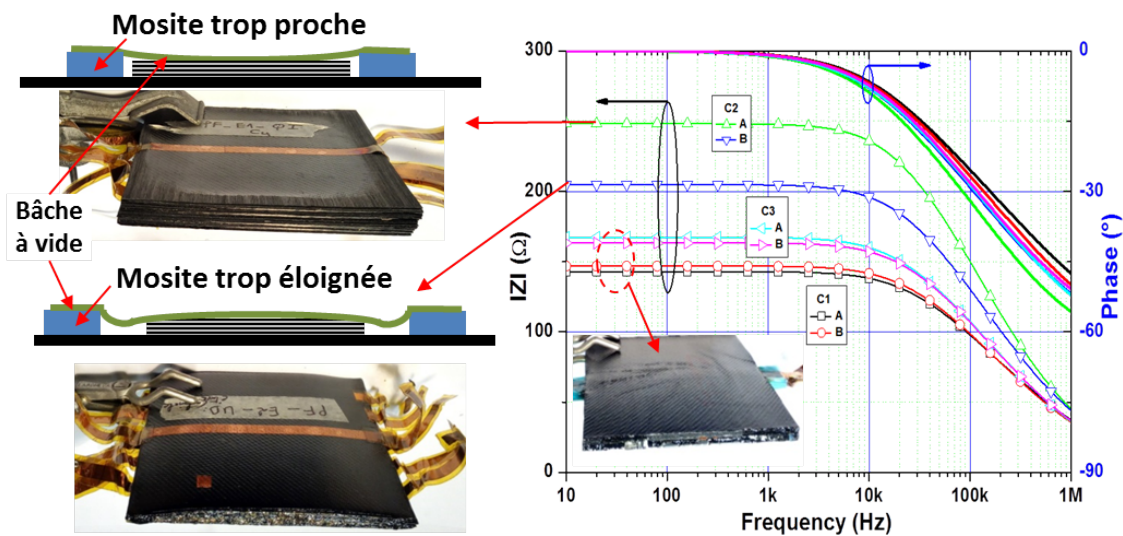


Figure 3.29 : Impact d'un défaut de moulage sur $|Z_T|$ le module de l'impédance en conduction transversale inter-ply

On note que les quatre courbes, correspondant aux cuissons sans défaut (C1 et C3), sont très proches. On peut donc apprécier leur reproductibilité et répétabilité. Concernant la cuisson C2 avec défaut de moulage, les échantillons A et B présentent des valeurs plus élevées. De plus, les valeurs se distinguent quand la mosite est placée trop près ou trop loin de l'échantillon.

Après avoir détecté le défaut de moulage, nous allons maintenant tenter de détecter des défauts de vide pouvant intervenir lors du cycle de cuisson. Pour réaliser ces tests de rupture de vide et leur détection en temps réel grâce à notre suivi impédancemétrique, nous avons procédé à plusieurs cycles de cuisson sur des échantillons UD de 8 plis. Pour quantifier l'impact du moment du défaut, nous avons déconnecté (complètement ou partiellement) la ligne de vide (buse) lors des trois phases caractéristiques d'un cycle de cuisson (liquéfaction, gélification, vitrification). La rupture du vide réduit le compactage du matériau. Outre la détection du moment de la rupture de vide, nous souhaitons mesurer son impact sur la

conduction dans le matériau. C'est pourquoi, des tests structuraux post-cuisson, de ces échantillons, sont nécessaires afin de permettre la corrélation entre les changements de l'impédance et les propriétés structurales du matériau modifié par cette rupture de vide (taux de fibre et de porosité, nombre de points de percolation...).

3.2.2 Détection de rupture de vide lors de la phase de liquéfaction

Lors d'une première cuisson C_1 , les suivis sur trois échantillons sont effectués en parallèle : les échantillons **PL-C₁-E₁** et **PL-C₁-E₂** correspondent respectivement à une rupture partielle et totale du vide lors de la déconnexion de la buse après 35 minutes de cuisson (rampe de montée en température). L'échantillon de référence correspond à un cycle standard de cuisson lors duquel le vide est maintenu jusqu'à la fin du cycle (**FC**). Lors d'une autre seconde cuisson (C_2), un suivi est réalisé sur l'échantillon **PL-C₂-E₁** ayant subi une rupture complète du vide après 35 minutes de cuisson. Cela nous permet de simuler une petite fuite et une rupture de la bâche à vide entraînant une perte totale du vide. Ces deux cuissons permettront de vérifier la reproductibilité de ces tests (Cf. figure ci-dessous).

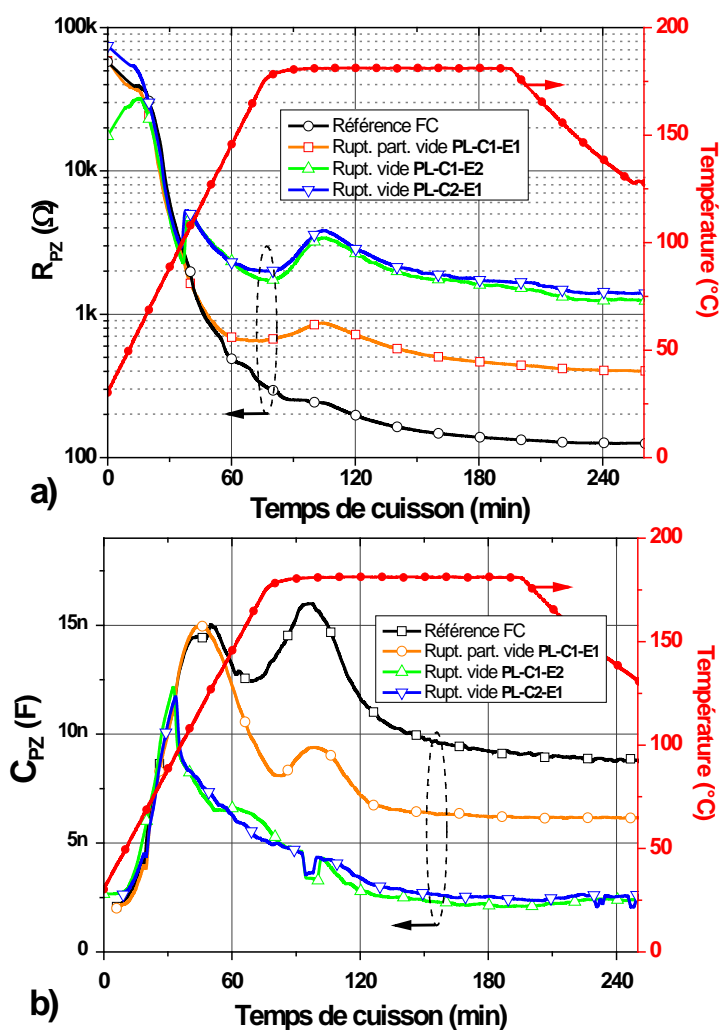


Figure 3.30 : Détection de rupture partielle et totale de vide dans la phase de liquéfaction, a) sur les résistances et b) les capacités, en conduction transversale inter-ply lors des cuissons en étuve

Ces résultats montrent que notre suivi est sensible à la rupture du vide, même partielle, en se traduisant par un accroissement de la résistance R_{PZ} et une chute de la capacité C_{PZ} en conduction transversale. On note aussi la moindre incidence de la remonté de vide (rupture partielle) comparée à la rupture totale de vide. Enfin, obtenir des caractéristiques très semblables lors de la cuisson 2 confirme la reproductibilité de cette détection de défaut de cuisson.

3.2.3 Détection de rupture de vide lors de la phase de gélification

Dans cette partie, nous avons également effectué deux cycles de cuisson distincts. La première cuisson C_1 intègre le suivi de trois échantillons en parallèle : Le premier échantillon sera notre référence avec le maintien du vide jusqu'à la fin du cycle (FC). Le second (PG-C1-E1) et le troisième (PG-C1-E2) correspondent respectivement à une remontée (rupture partielle) et à une rupture totale de vide lors de la déconnexion de la buse après 90 minutes de cuisson (environ 10 minutes après le temps isotherme). Lors de la seconde cuisson C_2 , les suivis sont réalisés sur des échantillons (PG-C2-E1 et PG-C2-E2) ayant subi une rupture complète du vide toujours après 90 minutes de cuisson. Ils nous permettront de conclure à propos de la répétabilité et la reproductibilité de ces tests de détection de défaut de vide (Cf. figure ci-dessous).

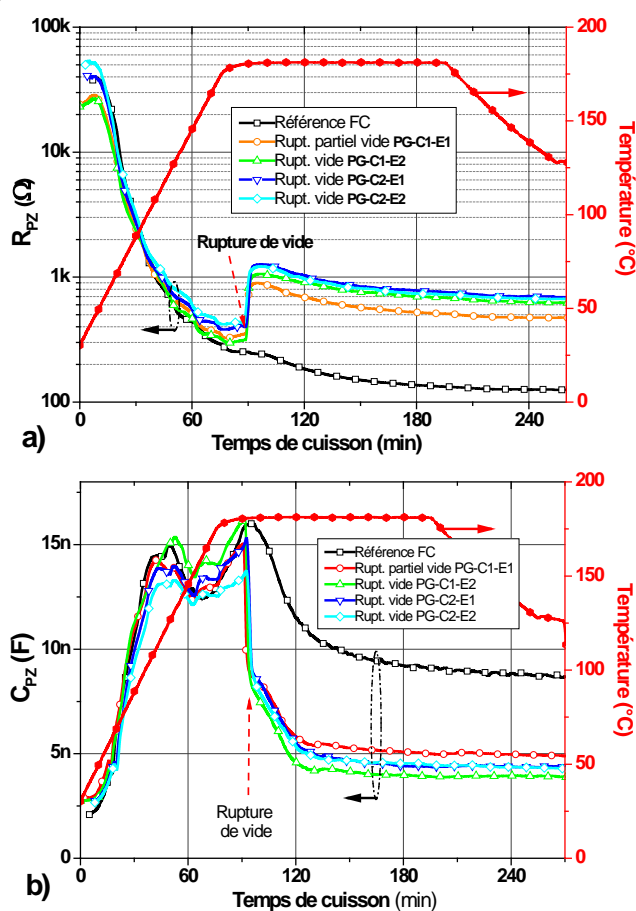


Figure 3.31 : Détection de rupture partielle et totale de vide dans la phase de gélification, a) sur les résistances et b) les capacités, en conduction transversale inter-pli lors des cuissons en étuve

La rupture du vide à la phase de gélification coïncide avec un accroissement de la valeur des résistances et une baisse de celle des capacités par rapport aux références (FC). Que ce soit au niveau des résistances ou des capacités, les tendances et les valeurs mesurées sont quasiment les mêmes pour les échantillons ayant subi la rupture du vide. Aussi, les répétabilités et reproductibilités des tests de détection de rupture de vide sont validées.

3.2.4 Détection de rupture de vide lors de la phase de vitrification

Là aussi deux cuissons sont réalisées. La première cuisson C_1 intègre le suivi de trois échantillons en parallèle : le premier échantillon sera notre référence avec le maintien du vide jusqu'à la fin du cycle (FC), le second (PV-C1-E1) et le troisième (PG-C1-E2) correspondent respectivement à une remontée et à une rupture de vide lors de la déconnexion de la buse après 130 minutes de cuisson (50 minutes après le temps à l'isotherme à 180°C). Lors de la seconde cuisson C_2 , les suivis sont réalisés sur des échantillons (PG-C2-E1 et PG-C2-E2) ayant subi une rupture complète du vide toujours après 130 minutes de cuisson. Ils nous permettront de conclure à la répétabilité et à la reproductibilité de ces tests de détection de défaut de vide (Cf. figure ci-dessous).

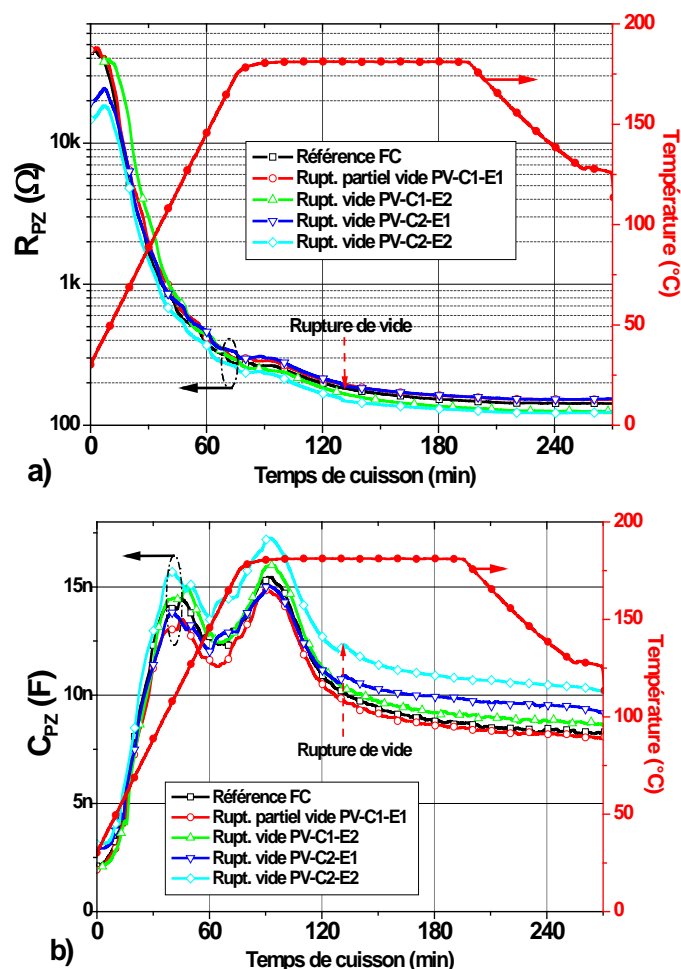


Figure 3.32 : Détection de rupture partielle et totale de vide dans la phase de vitrification, a) sur les résistances et b) les capacités, en conduction transversale inter-ply lors des cuissons en étuve

La rupture du vide au niveau de la phase de vitrification est quasiment imperceptible sur l'évolution des résistances et peu marquée sur celles des capacités. En effet, à cette phase de vitrification le matériau est figé et donc la perte du vide n'affecte pas les propriétés électriques. D'ailleurs les valeurs finales des R_{PZ} et C_{PZ} sont quasi confondues avec celles de l'échantillon de référence (à la dispersion matériau près).

Pour résumer ces trois tests de défaut de vide et leur impact sur les caractéristiques électriques du matériau, traçons les valeurs électriques en fonction des phases d'interruptions totales du vide (voir figure ci-dessous).

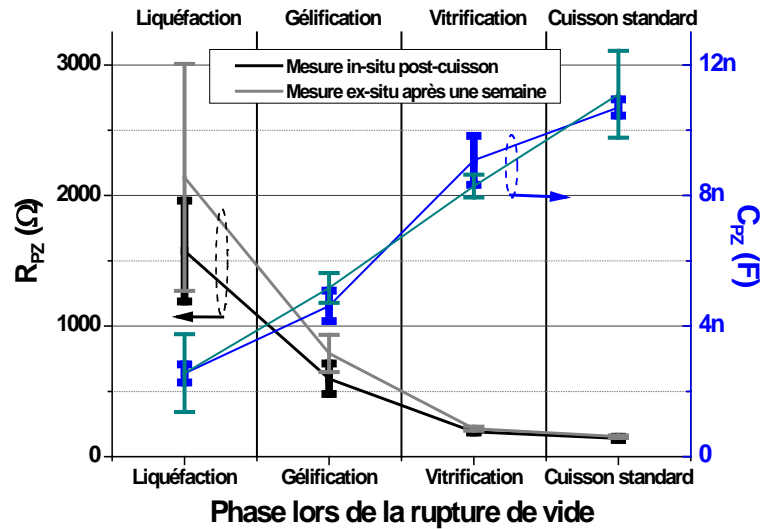


Figure 3.33 : Impacts de la rupture de vide sur les caractéristiques électriques en conduction transverse inter-ply d'un échantillon de 8 plis cuit en étuve

On constate sur l'évolution de la résistance R_{PZ} , que les structures ayant subi des ruptures de vide pendant les phases de liquéfaction et gélification, présentent des valeurs plus dispersées et que cette tendance est accrue une semaine après.

Nous confrontons ces résultats électriques avec les analyses, réalisées par nos collègues de l'institut Clément Ader, qui montrent l'évolution des propriétés structurales du matériau en fonction l'avancement du cycle de cuisson (figure suivante).

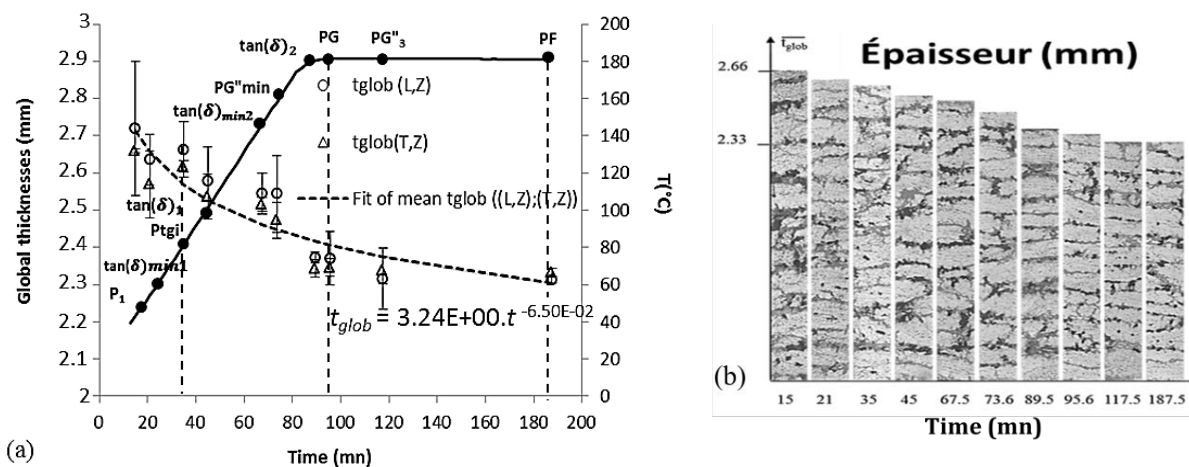


Figure 3.34 : Tracé (en a) et vue en coupe (en b) de l'évolution de l'épaisseur du matériau en fonction de l'avancement du cycle de cuisson d'un échantillon de 8 plis cuit en étuve

On retrouve sur la vue en coupe (figure 3.34.b) l'évolution du compactage du réseau de fibres, la réduction de la segmentation inter-pli et de l'accroissement du nombre de points de percolation. Pour bien montrer que la valeur de la capacité n'est pas corrélée à l'épaisseur du stratifié, nous avons tracé sur la figure 3.35 les évolutions conjointes de cette épaisseur et de la capacité C_{PZ} mesurée. L'évolution de la capacité C_{PZ} (Mes.) est à comparer avec celle calculée C_{PZ} (Simu.) n'intégrant seulement que la variation d'épaisseur.

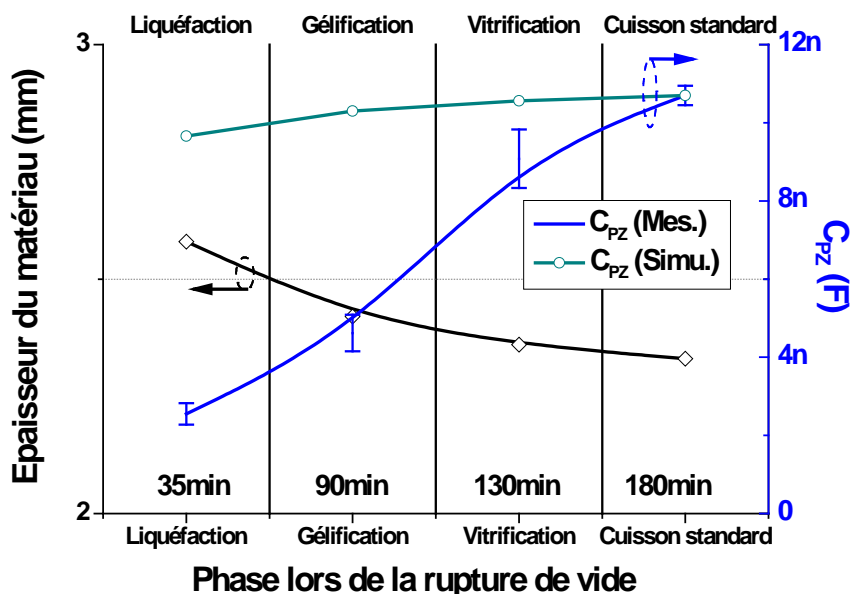


Figure 3.35 : Variations de l'épaisseur et de la capacité C_{PZ} en conduction transversale inter-pli en fonction du moment de la rupture de vide d'un échantillon de 8 plis cuit en étuve

On voit bien que la variation mesurée de la capacité C_{PZ} est nettement plus élevée que celle simulé ne tenant compte que d'une variation d'épaisseur. Nous pouvons donc conclure que l'évolution de la capacité est peu sensible à la réduction d'épaisseur du stratifié, et est fortement impactée par la densification du nombre de points de percolation et l'évolution de la permittivité diélectrique au cours de la réticulation.

3.3 Exemple de suivi de cuisson d'une pièce industrielle

Afin de tester notre instrumentation sur une réalisation industrielle, nous avons suivi la cuisson d'un déflecteur d'antenne de satellite. La pièce est un déflecteur d'antenne de satellite de huit plis en configuration QI. Elle est de grande dimension (60cm x 60cm), comparée à nos échantillons précédents de (10x10cm²), et est délicate à réaliser. Donc de nombreuses questions apparaissent :

- Est-ce que l'augmentation de taille se traduira par une chute de la résistance mesurée, la rendant difficilement mesurable ?
- Comment se comportera la conduction transversale dans le pli, car un même plan de pré-imprégné correspond à la juxtaposition de bande de pré-imprégné de 30cm de large ?
- Le moule, sur lequel les plis sont empilés, est en acier (conducteur) sur sa partie supérieure

et en béton sur sa partie inférieure. Avant de placer les plis, le moule est recouvert d'un traitement isolant « Freecoat » nécessaire au démoulage. Quel sera alors l'impact sur le suivi si cette couche isolante se désagrège tout au long de la cuisson ?

Les photos, de la figure 3.36, montrent les étapes de drapage sur le moule et la mise sous vide avant introduction dans l'autoclave. On peut apprécier la complexité de nos mesures intégrant des électrodes pour les mesures impédancemétriques et thermocouples. Contrairement à nos mesures précédentes, les électrodes sont disposées sur les faces supérieure et inférieure de la structure de huit plis en configuration quasi-isotrope. Elles ne sont donc pas insérées à cœur du matériau.

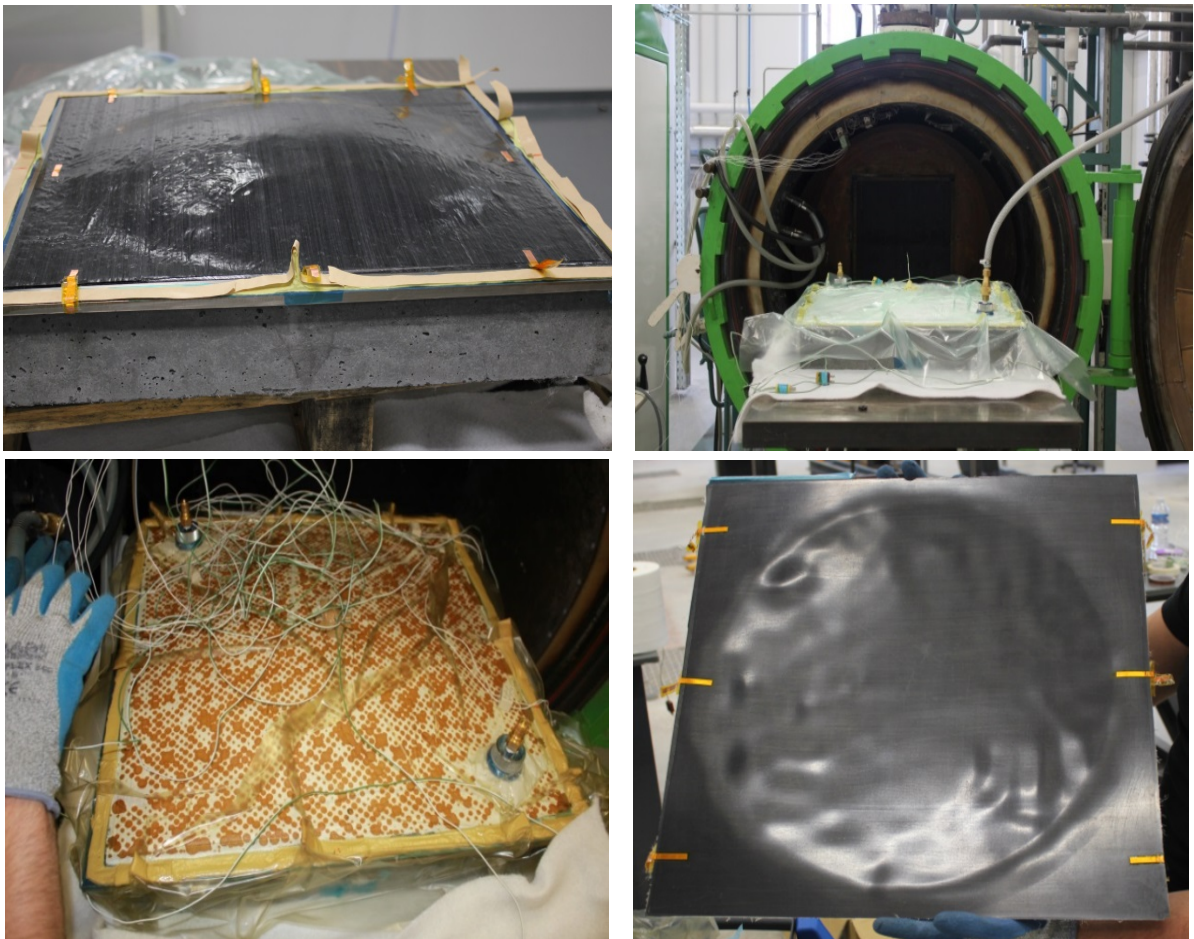


Figure 3.36 : Etapes de suivi de cuisson à l'autoclave d'une antenne parabolique

Lors du suivi de cette pièce, nous avons testé plusieurs types de conductions ; mais la conduction transversale inter-ply reste la plus pertinente pour appréhender l'ensemble du volume de la pièce cuite. Les mesures de ce suivi impédancemétrique transversal inter-ply sont reportées ci-dessous sur la figure 3.37.

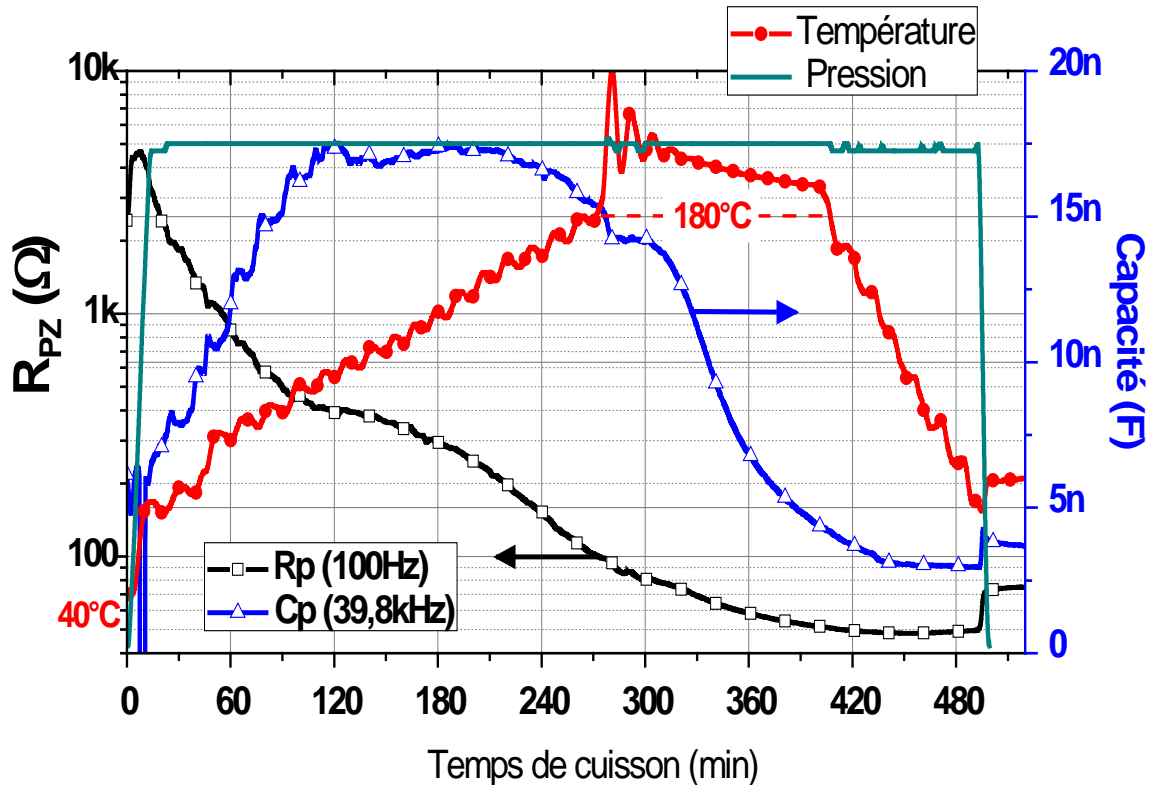


Figure 3.37 : Suivis des valeurs de la résistance R_{PZ} et de la capacité C_{PZ} en conduction transversale inter-ply mesurées sur une antenne parabolique lors d'une cuisson autoclave

Le thermocouple d'asservissement de température du matériau n'a pas permis d'obtenir le profil de température souhaité. En effet, pour réaliser cette pièce, nous avons drapé le matériau pré-imprégné sur un énorme moule en béton. Sa grande inertie thermique a fortement perturbé le cycle de cuisson et ce, malgré une rampe très lente de montée en température (presque cinq heures). Néanmoins, même sur une pièce de taille importante d'environ $60 \times 60 \text{ cm}^2$, nous avons pu mesurer les valeurs de la résistance et de la capacité en conduction transversale inter-ply. Cette évolution, sans être identique à celles mesurées jusque-là sur des petits échantillons de $10 \times 10 \text{ cm}^2$, est conforme à nos attentes. On retrouve, lors de la phase de liquéfaction, la forte chute de la résistance et la croissance de la capacité. Puis, lors de la gélification et de la vitrification, la résistance décroît lentement pour atteindre une valeur asymptotique, comme pour la capacité. Compte tenu de la complexité du drapage de cette pièce de grande dimension, nous n'avons effectué qu'un seul suivi, et avons manqué de temps pour mieux analyser ce premier résultat. Néanmoins, la cuisson semble incomplète car les résistances et capacités n'avaient, à la fin de la cuisson, pas encore atteint leur valeur asymptotique. On en conclut qu'une prolongation de quelques dizaines de minutes de ce cycle est nécessaire pour optimiser la cuisson de cette pièce.

Conclusion

Le matériau composite constitué d'une matrice polymère et de fibres de carbone a une structure anisotrope. La conduction électrique au sein de ce matériau dépend de l'orientation des fibres. En fonction du placement des électrodes de mesure, l'information obtenue peut être globale ou locale (sens longitudinal ou transversaux aux fibres). Les mesures de conduction électrique, réalisées lors des suivis de cuissons suivant les trois orientations (x, y et z), montrent des variations des paramètres électriques (R_P et C_P ou Z et θ), que l'on peut exploiter pour suivre la réticulation de la matrice. La répétabilité et la reproductibilité des mesures ont été validées. Nous avons montré, sur l'analyse de la conduction transversale inter-ply, la corrélation entre les propriétés électriques mesurées et la rhéologie de la matrice lors de la cuisson. Même s'ils sont semblables, les suivis de cuisson en étuve et autoclave présentent certaines spécificités. Après nos premiers travaux [123] exploitant les suivis conjoints de la résistance et de la capacité en conduction transversale inter-ply qui nécessitent un balayage en fréquence (10Hz à 100kHz), nous avons démontré que le seul suivi du module de l'impédance à une fréquence optimale ($F_{Optim.} \approx 10kHz$) suffit. En effet, l'analyse de l'évolution $|Z_z|(t_{Cuisson})$ lors de la cuisson, permet d'identifier 14 points rhéologiques caractéristiques de la résine. Dès lors, cette connaissance de l'évolution de la réticulation en temps réel permet d'envisager un asservissement de la cuisson, avec d'éventuelles corrections de certains paramètres si nécessaire. Il devrait également permettre d'optimiser plus rapidement les paramètres de cuisson, notamment sur des structures complexes.

Nous avons aussi montré que différents types de défauts (mauvais drapage et rupture de vide) lors de la fabrication peuvent être détectés en cours de cuisson. Il peut s'avérer important de connaître le type et le moment où ces défauts interviennent dans le processus de fabrication, car leur impact influe sur les performances des structures réalisées.

Enfin, un suivi de cuisson sur une pièce industrielle (déflecteur d'antenne parabolique) confirme les potentialités de notre méthode de mesure et son possible transfert vers des fabrications industrielles.

Au-delà de ce suivi de fabrication, nous souhaitons exploiter les électrodes déjà insérées au cœur du matériau pour le suivi de l'intégrité structurelle des pièces en composite en fonctionnement (SHM). Nous présenterons dans le quatrième et dernier chapitre les caractérisations, en post-cuisson, des éprouvettes instrumentées. Puis nous évaluerons leur sensibilité à la température et à la déformation mécanique, car l'objectif final sera de rendre notre matériau structurel « intelligent ».

Chapitre 4 Caractérisations post-cuisson des structures instrumentées

Introduction

Le fuselage des avions A350 XWB de Airbus et 787 de Boeing sont entièrement fabriqués en matériaux composites, la part des composites dans ces appareils atteint plus de 50%. Ces matériaux offrent des performances mécaniques très élevées, par rapport à leur densité (légèreté, rigidité...); mais cette transition suscite des craintes, et des défis, relatifs à la sécurité. En effet, la faible connaissance de cette technologie appliquée à l'aviation, et le manque de retour d'expérience, posent des questions sur le comportement du matériau en service. Quels sont les mécanismes de vieillissement et d'endommagement ? Quels sont les facteurs déclenchant ses mécanismes ? Il est donc capital de disposer de moyens de suivi de l'intégrité de ces structures composites aéronautiques. Face à cette situation et ces interrogations, les acteurs du domaine développent des techniques de caractérisations de Contrôle Non Destructif (CND) et de monitoring de ces structures.

Dans le cadre de notre travail, des pièces composites carbone (**T700/M21**), instrumentées pour le suivi de cuisson, vont être mises à profit pour étudier la sensibilité à différents stimulus (déformations, température) par analyse impédancemétrique électrique. L'objectif final est de disposer d'une instrumentation multi-physique à cœur du matériau multi-ply pour le suivi de l'évolution de ces paramètres électriques et leur exploitation pour monitorer la santé de la structure (Structural Health Monitoring). Parmi les grandeurs testées, nous étudierons l'influence, de la température, des sollicitations mécaniques (traction et flexion) et de l'humidité. Nos travaux visent à terme, la réalisation de structures intelligentes dotées d'une détection intégrée.

Ce quatrième chapitre débutera par une caractérisation des conceptions électriques longitudinale et transversales (intra et inter-ply) dans le matériau composite. Les données expérimentales alimenteront notre modélisation tridimensionnelle, pour disposer d'un outil de prévision des caractéristiques électriques, et ils nous aideront pour le positionnement des électrodes de sondage du matériau.

Puis une étude de l'intrusivité des électrodes insérées dans le matériau permettra d'identifier le type d'électrode le plus adaptée à notre instrumentation. Des suivis de tests mécaniques en traction et en flexion viendront confirmer nos craintes déduites des observations MEB de l'interface électrode flex ruban-fibres.

Enfin, quelques caractérisations en étuve et sous déformations mécaniques permettront de prédire les sensibilités thermiques et mécaniques suivant les différentes orientations de la conduction par rapport à celles des fibres.

4.1 Caractérisations post-cuisson de la conduction électrique du matériau

Après cuisson, nous caractérisons l'ensemble des échantillons instrumentés, dont certains ont servi pour le suivi de cuisson. Des analyses impédancemétriques sont donc réalisées suivant les trois directions (x, y et z) définies dans le chapitre 2. Le but est de déterminer les caractéristiques électriques du matériau en fonction de la direction des lignes de courant par rapport à celle des fibres de carbone. Ces mesures globales intègrent les éléments parasites et il est nécessaire de quantifier leur impact comparé aux caractéristiques électriques du matériau. En effet, même si la connectique utilisée pour relier le matériau à l'impédancemètre est délibérément courte ($\approx 1\text{m}$) et ne constitue plus un élément parasite prépondérant, les contacts électrodes-matériau demeurent non négligeables. Il conviendra là encore, d'employer une mesure quatre points pour la caractérisation de la conduction longitudinale. De même, concernant la caractérisation de la conduction transversale inter-ply d'échantillons cuits en autoclave, la valeur finale de quelques dizaines d'ohms rend cette mesure quatre points nécessaire. La méthode deux points sera satisfaisante pour les caractérisations transversales, pour lesquelles la valeur finale de la résistance reste supérieure à cent ohms.

Afin de déterminer les caractéristiques électriques du matériau (dans les trois directions considérées : x y et z), nous allons présenter les évolutions de la résistance et/ou de la capacité électrique en fonction des dimensions des pièces étudiées pour les deux cas de cuisson en étuve et autoclave. A partir de ces mesures de R_P et C_P , nous déduirons les grandeurs suivantes : la résistivité (ρ), la résistance par carré (R_{\square}) et/ou la capacité carrée (C_{\square}), qui sont des valeurs plus génériques et susceptibles de faciliter le dimensionnement des structures.

4.1.1 Caractéristiques impédancemétriques dans le sens longitudinal

Les mesures longitudinales sont réalisées sur des échantillons mono-ply présentés dans la partie préparation des échantillons du chapitre 2 sur la figure 2.14. Les sections de conduction sont définies par les parties des électrodes en contacts avec le matériau : une largeur de conduction de $W_X = 1\text{cm}$, une longueur L_X qui varie de 1 à 32 cm et enfin une épaisseur du pli de $E \approx 200\mu\text{m}$. D'après les analyses micros-structurales, le mono-ply utilisé comporte deux couches de fibres de carbone dans son épaisseur comme l'illustre la figure ci-dessous.



Figure 4.1 : vue en coupe au microscope d'un pli pré-imprégné

Donc, la conduction électrique longitudinale se fait dans le demi-pli en contact avec les électrodes d'injection. Plus précisément, seules certaines fibres de ce demi-pli participent à la conduction, notamment celles qui sont en contact avec les électrodes aux deux extrémités. La mesure longitudinale permettra d'établir quelle fraction de fibre impacte la résistance dans cette direction.

Notre modèle électrique de la conduction longitudinale présente un comportement purement résistif correspondant aux fibres de carbone. Pour les fibres T700, le fabricant Hexcel garantit une résistivité des fibres de $\rho_f = 1,6 \cdot 10^{-5} \Omega \cdot m$. Sachant que dans le sens longitudinal la conduction électrique s'effectue au sein de ces fibres, les résistances électriques du matériau pour cette conduction longitudinale présenteront des valeurs faibles.

Pour bien montrer le poids des résistances de contacts (R_C) sur la valeur globale de la résistance mesurée, nous présenterons des mesures 2, 3 et 4 points. En effet, cela permettra non seulement d'évaluer l'impact des résistances de contacts, mais aussi de montrer leur forte dispersion. Rappelons que la méthode deux points mesure les résistances de deux connectiques, de deux contacts électrodes/fibres, et celle du matériau ($R_{2Pts} = 2R_{accés} + 2R_C + R_X$). Et la méthode trois points ne mesure que les résistances d'une connectique, d'un contact, et celle du matériau ($R_{3Pts} = R_{accés} + R_C + R_X$). Enfin, la méthode quatre points ne mesure que la résistance du matériau ($R_{4Pts} = R_X$).

La figure 4.2, présente les évolutions des résistances longitudinales R_X en fonction de la distance inter-électrode, mesurées à l'aide des trois méthodes sur des échantillons cuits en étuve (Fig.4.2.a) et en autoclave (Fig.4.2.b).

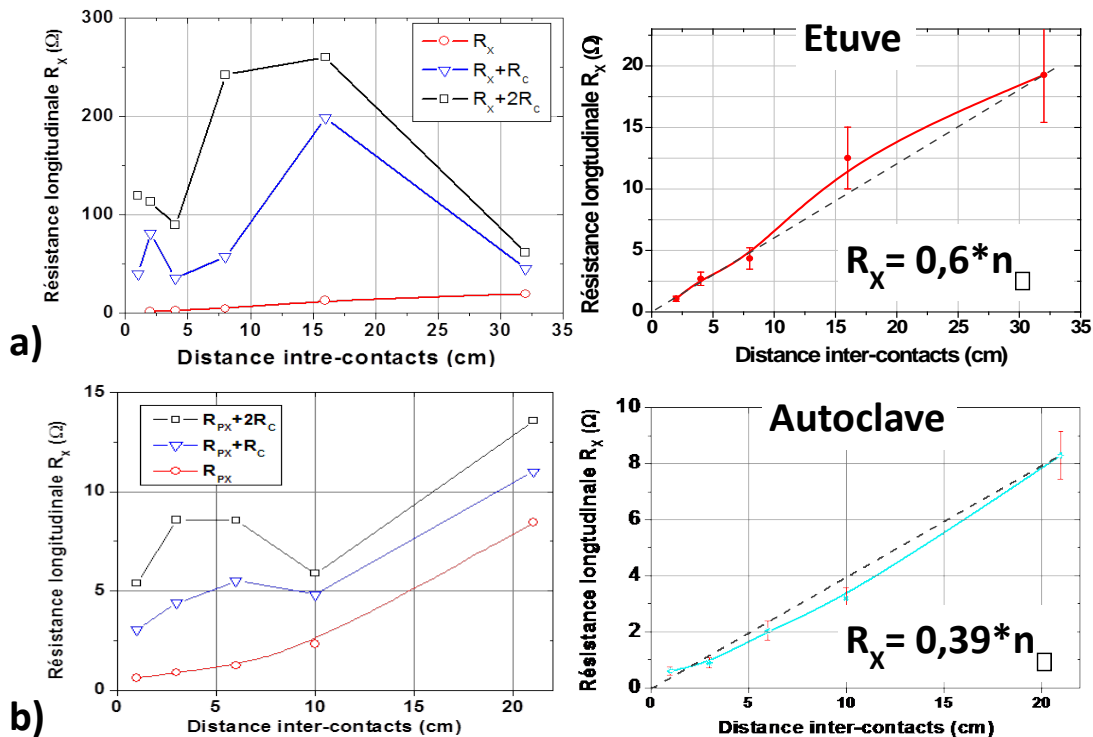


Figure 4.2 : Caractérisation de la résistance longitudinale R_X d'un mono-ply cuit a) en étuve et b) en autoclave

Nous constatons que ces variations, notamment les valeurs obtenues avec les mesures 3 et 4 points, ne sont pas linéaires. Cela est dû aux résistances de contact (R_C) et à leur forte dispersion. En effet, on note que les courbes en bleu et en noir, intégrant les éléments d'accès (obtenues à l'aide des mesures 2 et 3 points), s'écartent fortement de la courbe en rouge correspondant à la seule résistance longitudinale R_X (obtenue à l'aide de la mesure 4 points). Dans le cas de la cuisson en étuve, on voit que la résistance de contact varie de 12Ω jusqu'à 186Ω , alors que la résistance longitudinale varie de 1Ω à 19Ω . De même pour le matériau cuit en autoclave, la résistance de contact varie de $0,7 \Omega$ à 4Ω ; elle est nettement plus réduite que celle obtenue en étuve. Néanmoins, la résistance longitudinale varie de $0,6 \Omega$ à plus de 8Ω et reste comparable aux résistances d'accès. Pour s'en affranchir, seule la méthode quatre points reste fiable et précise pour mesurer cette résistance longitudinale.

On constate également un écart à la linéarité sur la mesure 4 points de la résistance longitudinale. Cela s'explique par l'étalement latéral des lignes de courant. En effet, sur nos plateformes de mesure électrique, seule la largeur du contact est limitée à 1 cm alors que le mono-pli n'est pas délimité latéralement et c'est pourquoi le courant a l'opportunité de s'étaler. Cela affecte principalement la valeur des résistances pour les faibles distances inter-contacts. C'est pourquoi, pour déterminer la résistance longitudinale et la résistivité correspondante, nous ne considérerons que la plus grande distance inter-électrode ($L_X = 32 \text{ cm}$). C'est à l'aide de l'équation Eq.4.1 que nous pouvons déterminer la résistivité équivalente ρ_X du demi-pli en contact avec les électrodes :

$$\rho_X = \frac{R_X * E_Z (\frac{1}{2} \text{Pli}) * W_Y}{L_X} \quad \text{Eq. 4.1}$$

La résistivité de la conduction longitudinale vaut ρ_X (étuve) = $5,9.10^{-5} \Omega.m$ pour la cuisson en étuve, contre ρ_X (autoclave) = $4.10^{-5} \Omega.m$ dans l'autoclave. Cette résistivité n'est pas très pertinente car on fait l'hypothèse simplificatrice que l'ensemble du demi-pli participe à la conduction.

Il est simple de déterminer ρ_{Pli} la résistivité du pli donné par l'équation Eq.4.2.

$$\rho_{Pli} = \frac{\rho_f}{V_f} \quad \text{Eq. 4.2}$$

Où ρ_f est la résistivité des fibres qui vaut $\rho_f = 1,6.10^{-5} \Omega.m$ et V_f le taux volumique de fibre qui vaut V_F (étuve) = 53% pour la cuisson en étuve contre V_F (autoclave) = 63% en autoclave. Cela donne une résistivité longitudinale du pli de ρ_{Pli} (étuve) = $3.10^{-5} \Omega.m$ du matériau cuit en étuve et ρ_{Pli} (autoclave) = $2,54.10^{-5} \Omega.m$ en autoclave.

Dès lors, on peut déduire l'épaisseur équivalente de fibres parcourues par le courant à l'aide de l'équation Eq.4.3 :

$$E_Z \text{ eq.} = \frac{\rho_{Pli} * L_X}{R_X * W_Y} \quad \text{Eq. 4.3}$$

On obtient ainsi une épaisseur équivalente de fibres conductrices de $E_{Z \text{ eq.}}$ (étuve) = $50,5 \mu m$ en étuve, contre $E_{Z \text{ eq.}}$ (autoclave) = $66,7 \mu m$ en autoclave.

Bien que nous n'utilisions pas la même instrumentation, Jellid [68] trouve une résistivité longitudinale de $\rho_x = 5,09 \cdot 10^{-5} \Omega \cdot m$ pour un taux de fibre égale à 50%, contre une résistivité longitudinale de $\rho_x = 3,7 \cdot 10^{-5} \Omega \cdot m$ mesuré par Abry [70] pour 49% de taux de fibre. Pour faire la mesure, Abry réalise des contacts par dépôt électrolytique de cuivre sur le matériau afin de prendre contact avec l'ensemble des fibres de carbone. Il réalise ainsi un contact électrode/fibre de bonne qualité, minimisant les éléments parasites liés à l'accès au matériau.

Pour améliorer notre analyse de la conduction longitudinale, il conviendrait de contacter l'ensemble des fibres d'un pli. Pour cela, après cuisson on doit attaquer chimiquement la matrice et mettre à nu toutes les fibres pour les métalliser (pulvérisation cathodique ou croissance électrolytique de cuivre). Cette approche, plus complexe à mettre en œuvre, s'effectue en post-cuisson, elle est donc non compatible avec le suivi de cuisson. Néanmoins, l'excellente qualité des contacts (très faible résistance de contact métal/fibres) ouvre des perspectives intéressantes pour de l'actionnement électrothermique par l'injection de forts courants, sans être limité par un auto-échauffement excessif des seules zones de contact.

4.1.2 Analyse impédancemétrique de la conduction transversale intra-pli

Pour analyser la conduction transversale dans le pli, la plateforme de test intègre un mono-pli cuit en étuve et en autoclave, sur une plaque de FR4 (figure 2.14 et figure 2.15). Les mesures 2, 3 et 4 points donnent l'évolution de la résistance transversale R_Y en fonction de la distance inter-contact (figure 4.3), et montrent que les résistances de contacts sont négligeables.

Cette fois, on constate que les courbes mesurées en deux, trois et quatre points sont quasi-confondues, et la valeur des résistances de contacts, comprises entre $R_C = 2$ et 10Ω , restent négligeables devant la résistance du matériau. Conformément à notre modèle électrique équivalent, la conduction dans le sens transversal est modélisée par une résistance et une capacité connectées en parallèle. La pente des courbes tracées en pointillés gris, donne la valeur de la résistance par carré et de la capacité carrée. On obtient ainsi une résistance par carré du mono-pli cuit en étuve de $\mathbf{R_{Y\Box}(étuve) = 11k\Omega/\Box}$, qui chute à $\mathbf{R_{Y\Box}(autoclave) = 6,4k\Omega/\Box}$ pour le matériau cuit dans l'autoclave. Une fois de plus, cette forte diminution de la résistance traduit que le matériau composite cuit en autoclave est plus dense en fibre, avec plus de points de contacts.

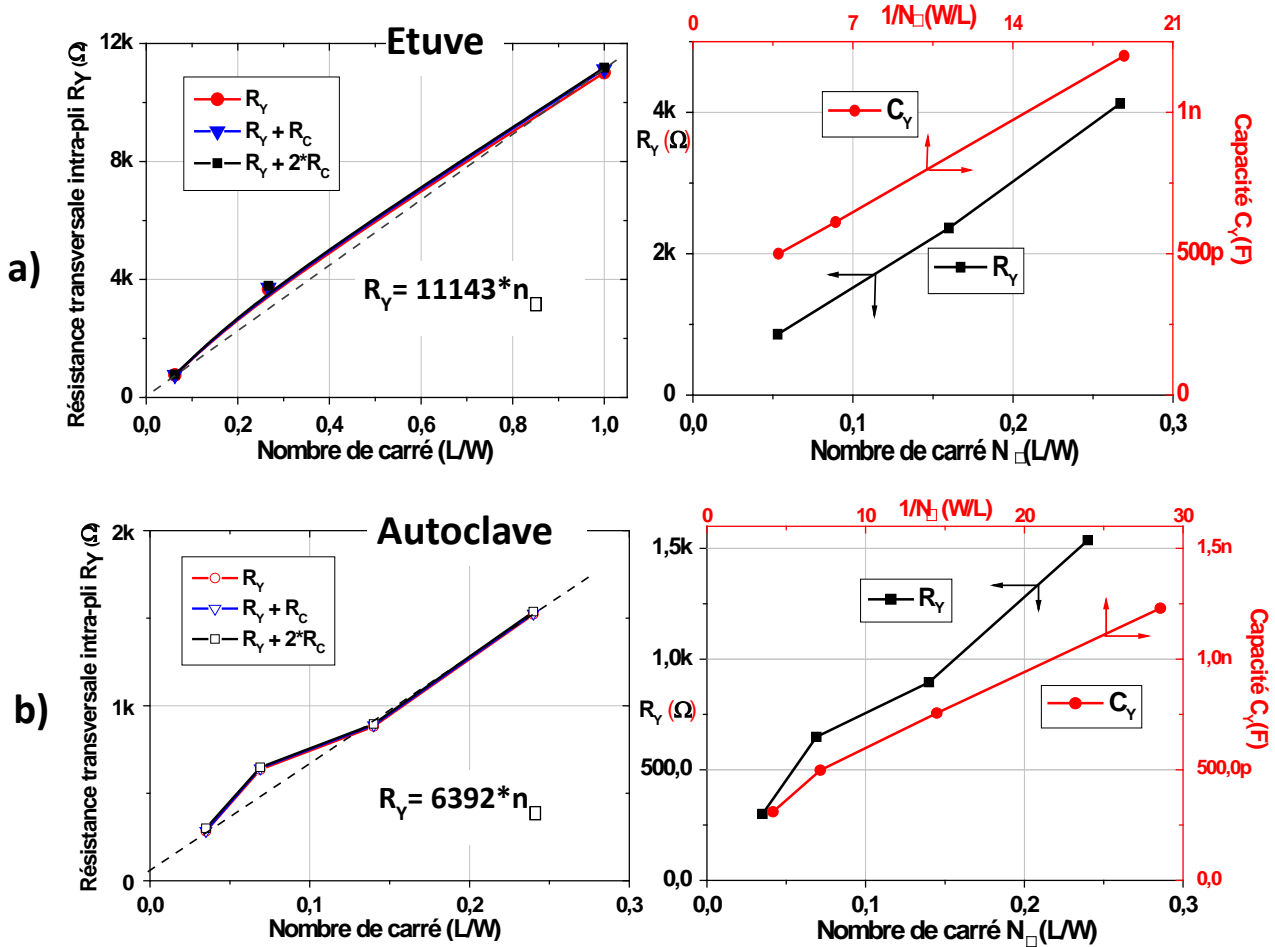


Figure 4.3 : Caractérisation de la résistance R_Y et de la capacité C_Y transversales intra-pli d'un mono-pli cuit a) en étuve et b) en autoclave

La résistivité correspondante, en conduction transversale intra-pli, est de $\rho_Y(\text{étuve}) = R_{Y\Box} \cdot E_{pli} = 2,2 \text{ } \Omega \cdot \text{m}$ pour un matériau cuit en étuve, contre seulement $\rho_Y(\text{autoclave}) = 1,3 \text{ } \Omega \cdot \text{m}$ en l'autoclave. On constate que cette résistivité transversale est environ cinq ordres de grandeur plus importante que celle dans le sens longitudinal.

Concernant la capacité, le tracé en fonction de l'inverse du nombre de carré, montre que l'on obtient l'évolution linéaire attendu. Pour le matériau cuit en étuve, la capacité carrée correspondante est de $C_{Y\Box}(\text{étuve}) = 78 \text{ pF} \cdot \Box$, proche de $C_{Y\Box}(\text{autoclave}) = 76,7 \text{ pF} \cdot \Box$ pour la cuisson en l'autoclave. Nous pensons que la capacité carrée obtenue sur le matériau cuit en autoclave serait plus élevée ; mais cela ne s'est pas avéré.

4.1.3 Analyse impédancemétrique de la conduction transversale inter-pli

Les échantillons utilisés pour réaliser l'analyse impédancemétrique dans l'épaisseur du matériau sont des multi-pis unidirectionnels (UD) ou quasi-isotropes (QI) constitués de 8 ou 32 plis présentés dans le chapitre 2 (figure 2.16 et figure 2.17). La configuration des électrodes placées orthogonalement aux fibres, permet de caractériser l'ensemble du volume inter-électrode. L'électrode fait 10cm de long et 6mm large, et cette surface de contact

importante garantit un bon contact électrode-fibres de carbone. Les résistances de contacts mesurées sur les échantillons cuits dans une étuve sont comprises entre $R_C = 5$ à 13Ω et chutent à $R_C = 1$ à 7Ω pour ceux qui sont cuits dans l'autoclave. Donc, la méthode deux points sera suffisante pour ces mesures.

Cette analyse impédancemétrique de la conduction transversale inter-pli porte sur six échantillons de huit plis (cuits deux à deux dans trois cuissons distinctes en étuve) et 4 autres échantillons obtenus lors de deux cuissons en autoclave. Comme nous l'avons évoqué dans la fin du chapitre 2, lors de ces tests en cuisson nous avons comparé l'impact de l'électrode en insérant soit un ruban ou une toile de cuivre. En plus, rappelons que la partie caractérisée du matériau est constituée de 6 plis car les électrodes sont insérées entre les deux premiers et deux derniers plis. Les valeurs de résistances et de capacités mesurées sont présentées dans le tableau 4.1 ci-dessous, où nous notons la forte dispersion sur les échantillons cuits en étuve, comparés à ceux cuits en autoclave. Il n'apparaît pas dans ce tableau, les résultats de la cuisson 2 qui correspond à une étude du défaut de drapage qui sera traitée dans la suite. Dans tous les cas, cette dispersion n'excède pas $\pm 15\%$, et cela sera nécessaire pour la qualification et le tri des structures après cuisson. Un écart supérieur à 20% pourra être considéré comme un défaut de la structure, lié à un problème rencontré lors de l'élaboration (drapage ou cuisson).

Cuisson	Échantillons de 6 plis de 10x10cm ²		R _z (Ω/pli)	C _z (nF/pli)
Etuve	Cuisson 1	Echantillon 1	23,7	59,9
		Echantillon 2	24	61,8
	Cuisson 3	Echantillon 5	27,3	53,8
		Echantillon 6	26,1	59,4
	Moyenne (Ecart)		25,3 (±7%)	58,7 (±6,8%)
Autoclave	Cuisson 1	Echan. 1 Ruban	5,47	81,6
		Echan. 2 Toile	4,38	88,8
	Cuisson 2	Echan. 3 Ruban	7,03	96,6
		Echan. 4 Toile	5,16	93,6
	Moyenne (Ecart)		<i>Ruban 6,25 (±12,5%) Toile 4,77 (±8%)</i>	<i>Ruban 89,1 (±8,4%) Toile 91,2 (±2,6%)</i>

Tableau 4.1 : Résistances et capacités transversales (suivant z) d'échantillons UD cuits en étuve et en autoclave

Lors de la caractérisation de cette conduction transversale inter-pli on peut légitimement considérer que la conduction s'effectue dans l'ensemble du pli, et de là en déduire la résistivité correspondante. Cette résistivité correspond à un empilement de couches à très fortes (dans le demi pli) et très faible densité de fibres (dans les inter-plis et au milieu des plis) et ce sera cette dernière qui imposera la valeur de la résistance globale mesurée. Cette résistivité en conduction transversale inter-pli est donnée par l'équation 4.4.

$$\rho_z = \frac{R_z * L_x * W_y}{E_z} \quad \text{Eq. 4.4}$$

Cela nous permet, après élimination des résistances d'accès, de déterminer une résistivité en conduction transversale inter-ply sur les échantillons UD de $\rho_Z(\text{étuve+ruban}) = 1280\Omega.m$ pour les matériaux instrumentés avec le flex ruban et cuits en étuve. Concernant la cuisson en autoclave, cette résistivité transversale mesurée avec une électrode flex ruban vaut $\rho_Z(\text{autoclave+ruban}) = 224\Omega.m$, et chute même à $\rho_Z(\text{autoclave+toile}) = 216\Omega.m$ lorsque la mesure est faite avec l'électrode flex toile. Cette résistivité transversale est environ sept ordres de grandeur plus importante que celle mesurée dans le sens longitudinal, et deux ordres de grandeur plus élevée que la conduction transversale intra-ply. De même, ces valeurs de résistivité sont environ deux ordres de grandeur plus élevées que celles proposées dans la thèse de Abry [70]. En analysant de plus près, on constate que ce n'est pas le même matériau pré imprégné que nous étudions. Les cycles de cuisson diffèrent, et la vue en coupe (figure 4.4) ne montre pas les segmentations aux inter-plis présents sur nos structures cuites en autoclave.

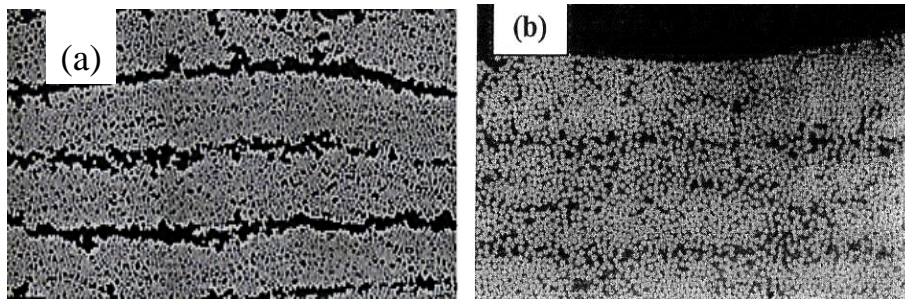


Figure 4.4 : Vue en coupe de multi-plis cuits en autoclave a) notre échantillon et b) et celui de Abry [70]

Nous pouvons aussi déterminer la résistance spécifique d'interface ρ_{IZ} qui, pour nos échantillons de six plis, considèrera cinq inter-plis (interfaces). A l'aide de l'équation 2.10, on obtient sur un multi-ply cuit en étuve, une résistance spécifique d'interface de $\rho_{IZ}(\text{étuve}) = 3200 \Omega.cm^2/\text{inter-ply}$, qui chute à $\rho_{IZ}(\text{autoclave}) = 540 \Omega.cm^2/\text{inter-ply}$ pour un multi-ply cuit en autoclave. De même, on détermine à l'aide de l'équation 2.11, la capacité spécifique d'interface d'un multi-ply cuit en étuve $C_{IZ}(\text{étuve}) = 465 pF/cm^2.\text{interface}$ qui devient $C_{IZ}(\text{autoclave}) = 750 pF/cm^2.\text{interface}$ pour un multi-ply cuit en autoclave.

A présent, comparons les pièces de 32 plis cuites simultanément avec les deux configurations unidirectionnelles et quasi-isotropes (UD et QI). Des électrodes placées entre les différents plis des échantillons (Cf. figure 2.17) permettent de montrer l'effet de l'empilement et de tracer l'évolution des valeurs de la résistance et de la capacité en fonction du nombre de plis du matériau (voir figure 4.5).

Les courbes tracées nous renseignent sur la linéarité de l'évolution de la résistance et de l'inverse de la capacité avec le nombre de plis. Ces courbes ne sont pas linéaires, et cela traduit le fait que le matériau n'est pas homogène suivant l'épaisseur. En effet, nous montrerons par la suite que la valeur de la résistance par pli est variable en fonction de la position dans l'empilement. Ainsi on constatera que les plis inférieurs, près du moule, présentent un taux de fibre plus faible et un taux de porosité plus élevé que les plis supérieurs correspondant à la zone d'évacuation du flux de résine.

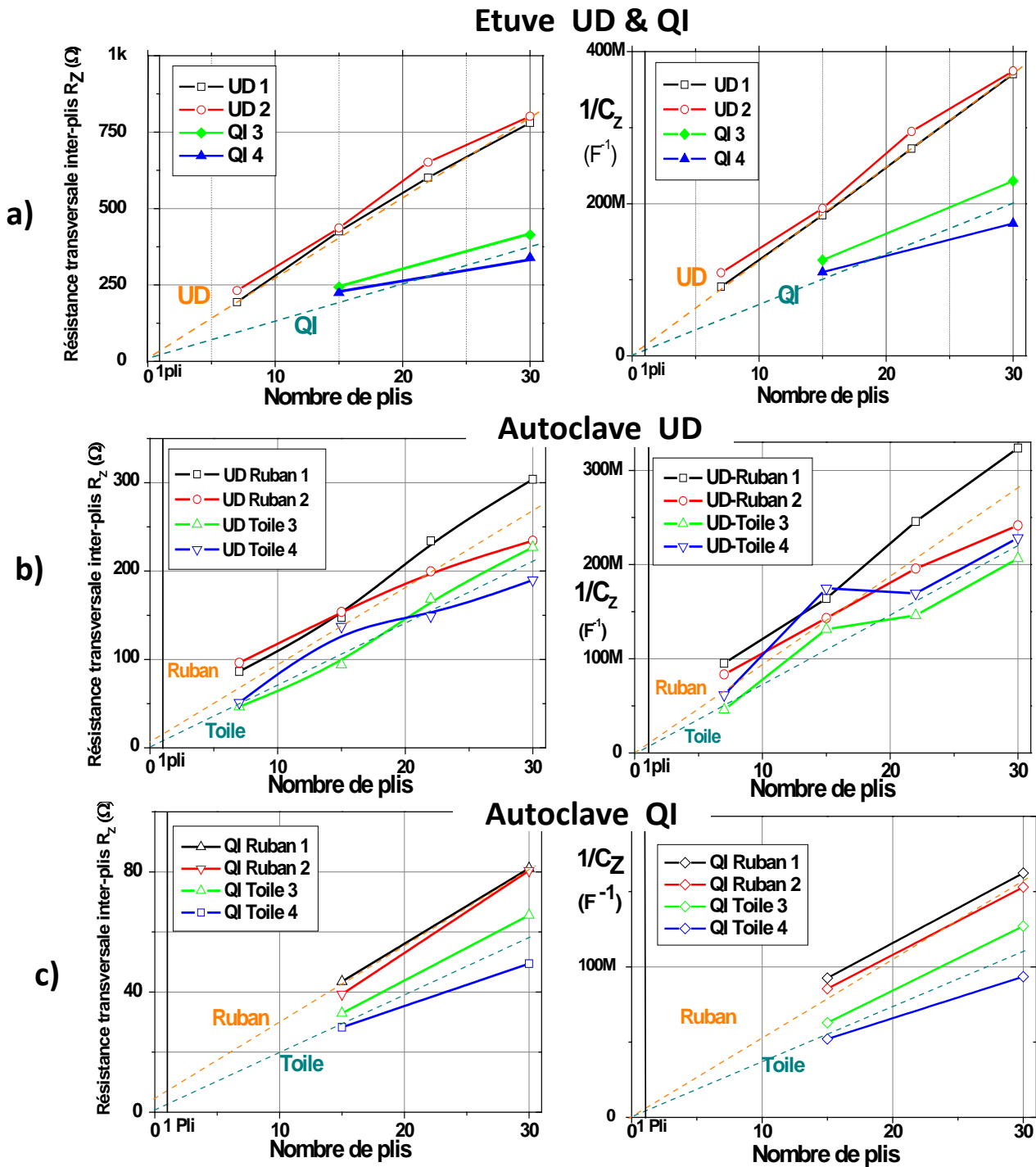


Figure 4.5 : Evolution des résistances et des capacités en fonction du nombre de pli, sur des échantillons de 32 plis a) UD et QI cuits en étuve, b) UD cuits en autoclave et c) QI cuits en autoclave

Sur ces courbes, des droites sont tracées en pointillé représentant l'évolution de la résistance transversale moyenne, en considérant une composition homogène du matériau suivant l'épaisseur. La résistance pour zéro pli, correspond à la résistance d'accès (électrodes ruban/fibres) mesurée. Pour les échantillons cuits en étuve, elle est proche de dix ohms et n'est quasiment pas sensible à l'orientation des plis (UD ou QI). En revanche, les échantillons cuits en autoclave présentent des résistances de contact deux fois plus réduites d'environ $R_C \approx 5,5\Omega$. Ces résistances d'accès chutent à moins d'un ohm ($R_C \approx 0,6\Omega$) grâce à l'emploi

d'électrodes en flex toile de cuivre. Pour synthétiser ces mesures sur des échantillons de 32 plis (dont 30 plis caractérisés) et apprécier leur répétabilité, nous avons résumé les valeurs de résistances d'accès et celles d'un pli (de surface de 10x10cm²) sur le tableau 4.2 ci-dessous.

Cuisson	Echantillon de 30 plis de 10x10cm ²		R _{accès} (Ω)	R _{Pli} (Ω/pli)	C _{Pli} (nF/pli)
Étuve	UD	<i>Cuisson 1 Echantillon 1</i>	9	25,7	80,1
		<i>Cuisson 2 Echantillon 2</i>	11	26,3	81
		Moyenne (Ecart)	10 (±10%)	26 (±0,8%)	80,6 (±0,6%)
	QI	<i>Cuisson 1 Echantillon 3</i>	8,8	13,5	130,5
		<i>Cuisson 2 Echantillon 4</i>	10,3	10,9	172,5
		Moyenne (Ecart)	9,6 (±8%)	12,2 (±11%)	151 (±13%)
Autoclave	UD Ruban	<i>Cuisson 1 Echan. 1</i>	5,5	9,91	92,4
		<i>Cuisson 2 Echan. 2</i>	6,3	7,62	124,5
	UD Toile	<i>Cuisson 1 Echan. 3</i>	0,8	7,51	131,4
		<i>Cuisson 2 Echan. 4</i>	0,6	6,31	145,5
	UD	Moyenne (Ecart)	<i>Rub. 5,9(±31%) Toile 0,7(±14%)</i>	<i>Ruban 8,8 (±13%) Toile 7,1 (±8,5%)</i>	<i>Ruban 108 (±14%) Toile 138 (±5%)</i>
	QI Ruban	<i>Cuisson 1 Echan. 5</i>	4,65	2,53	185
		<i>Cuisson 2 Echan. 6</i>	5,5	2,49	197
	QI Toile	<i>Cuisson 1 Echan. 7</i>	0,6	2,16	236
		<i>Cuisson 2 Echan. 8</i>	0,5	1,63	321
	QI	Moyenne (Ecart)	<i>Rub. 5,1 (±11%) Toile 0,55(±9%)</i>	<i>Ruban 2,51(±0,7%) Toile 1,92 (±14%)</i>	<i>Ruban 191(±3,1%) Toile 278 (±15%)</i>

Tableau 4.2 : Impédance transversale inter-pli des échantillons UD et QI de 32 plis, cuits en étuve et en autoclave, contactés par des électrodes flex ruban et toile

Plusieurs conclusions s'imposent :

- En **étuve**, la **résistance par pli** mesurée sur un matériau **QI** est environ **deux fois plus faible** que celle mesurée sur un multi-pli **UD**, et ce rapport passe à **3,5 en autoclave**
- **L'électrode en toile** réduit la **résistance d'accès** à **0,6Ω**, contre **5,5Ω** pour le **ruban**
- Une **bonne répétabilité** de ces mesures, avec une **dispersion réduite** (<±14%)

Cette bonne répétabilité avec une faible dispersion permet d'envisager un test impédancemétrique (simple et rapide) en post-cuisson de l'ensemble des pièces fabriquées afin de les trier. Un écart supérieur à ±20% induira une analyse plus poussée de la qualité de la pièce.

Comparons à présent les résultats obtenus sur les multi-plis UD 32 plis de 100cm² avec ceux des multi-plis UD 8 plis instrumentés par des électrodes flex ruban. Sur les échantillons de 8 plis UD cuits en étuve, la résistance par pli est de $R_{Pli} (8 \text{ plis UD-étuve}) = 25,5\Omega/\text{pli}$, très semblable à celle des échantillons de 32 plis $R_{Pli} (32 \text{ plis UD-étuve}) = 26\Omega/\text{pli}$. Concernant la capacité moyenne transversale inter-pli par pli, respectivement pour 8 plis et 32plis, elle passe d'une valeur de $C_{Pli} (8 \text{ plis UD-étuve}) = 58,7\text{nF}/\text{pli}$ à $C_{Pli} (32 \text{ plis UD-étuve}) = 80\text{nF}/\text{pli}$. Cette

augmentation de 30% de la capacité par pli semble traduire l'inhomogénéité du matériau suivant l'épaisseur, induite par un taux de fibre moyen plus bas. Mais, le matériau peut présenter dans certaine zone une densité volumique beaucoup plus élevée venant accroître la valeur moyenne de cette capacité par pli.

On constate aussi que pour cette cuisson en étuve, le rapport entre les résistances par pli (obtenues sur UD et QI) est proche de deux ($R_{Pli(UD)}/R_{Pli(QI)} = 2,1$) ; mais il est de moitié pour les capacités par pli ($C_{Pli(UD)}/C_{Pli(QI)} = 0,52$).

En revanche pour les multi-plis cuits en autoclave, la résistance moyenne par pli est de $R_{Pli(8\text{ plis UD-autoclave})} = 6,25\Omega/\text{pli}$ contre $R_{Pli(32\text{ plis UD-autoclave})} = 8,8\Omega/\text{pli}$ pour les échantillons de 32 plis. Cet accroissement de +34% souligne qu'un multi-pli épais (32 plis) présente une résistance moyenne par pli plus élevée qu'un multi-pli de moindre épaisseur (8plis), ou encore, traduit que le taux volumique de fibre moyen décroît quand l'épaisseur du multi-pli croît. Concernant la capacité moyenne transversale inter-pli par pli, respectivement pour 8 plis et 32plis, sa valeur croît de $C_{Pli(8\text{ plis UD-étuve})} = 89\text{nF}/\text{pli}$ à $C_{Pli(32\text{ plis UD-étuve})} = 108\text{nF}/\text{pli}$, soit une augmentation de +19%. On retrouve la tendance observée sur les multi-plis cuits en étuve, mais dans une moindre proportion.

On constate aussi que pour cette cuisson en autoclave, le rapport entre la résistance par pli obtenue sur UD et QI de 32 plis croît à 3,5 ($R_{Pli(UD)}/R_{Pli(QI)} = 8,8/2,5 = 3,5$), alors que pour la capacité par pli ce rapport reste proche de la moitié ($C_{Pli(UD)}/C_{Pli(QI)} = 0,56$).

Souhaitant mieux évaluer le gradient en matériau suivant l'épaisseur, les éprouvettes 32 plis instrumentées avec 5 électrodes insérées dans l'épaisseur (Cf. figure 2.17) permettent d'évaluer et comparer les quatre quarts d'épaisseur. Le tableau 4.3 ci-dessous résume les mesures effectuées sur les pièces de 10cm² de 32 plis UD et QI cuites en étuve et autoclave. Les électrodes sont identiques et correspondent à des flex ruban en cuivre de 6mm de large et 10cm de long.

				R_{Pli} (Ω)	C_{Pli} (nF)
Etuve	UD	Moyenne sur échantillons 1 & 2	7 plis inférieurs	27,3	77
			8plis suivant	26,1	77,6
			7plis suivant	25,4	68,6
			8 plis supérieurs	23	71
	QI	Moyenne sur échantillons 3 & 4	15 plis inférieurs	15,9	111
			15 plis supérieurs	12,6	111
Autoclave	UD	Moyenne sur échantillons 5 & 6	7 plis inférieurs	11,6	73
			8plis suivant	10,8	105
			7plis suivant	8,85	108
			8 plis supérieurs	8,7	145
	QI	Moyenne sur échantillons 7 & 8	15 plis inférieurs	2,6	180
			15 plis supérieurs	2,01	238

Tableau 4.3 : Evolutions des résistances et capacités par pli, mesurées entre deux électrodes ruban insérées dans l'épaisseur de deux échantillons 32 plis UD et QI cuits en étuve et en autoclave

Pour bien visualiser l'évolution des résistances moyennes par pli, nous avons tracé (sur la figure 4.6) leurs évolutions en fonction de la position dans l'empilement multi-pli, d'échantillons UD et QI, cuits en étuve et en autoclave.

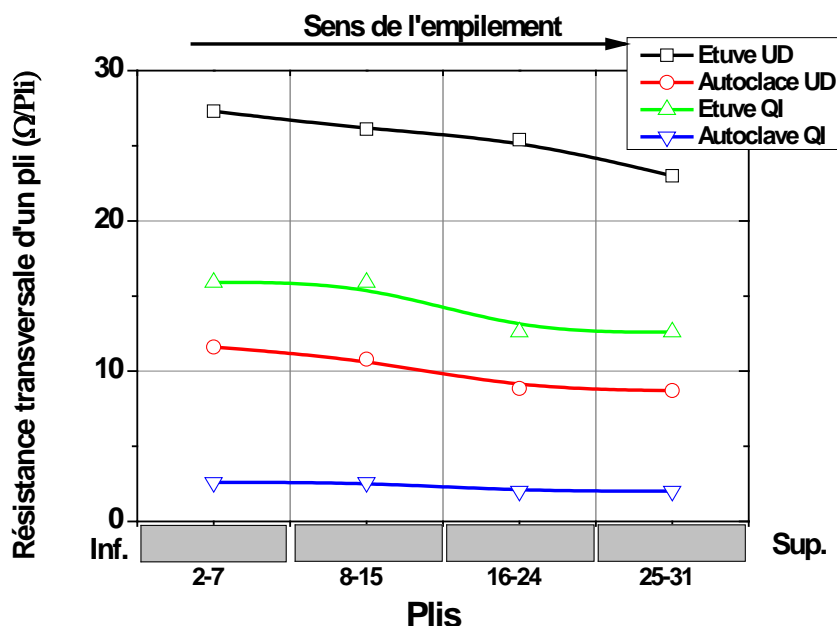


Figure 4.6: Evolution de la résistance par pli en fonction de la position dans un empilement UD et QI de 32 plis, cuits en étuve et en autoclave

Ces courbes montrent clairement la diminution de la valeur de la résistance moyenne par pli depuis le pli inférieur vers le pli supérieur correspondant à la zone d'extraction (ou d'évacuation) du polymère. Pour être plus quantitatif, la réalisation d'échantillons disposant de plus d'électrodes insérées dans l'épaisseur est envisageable. Mais il semble incontournable de mettre en œuvre des électrodes en flex toile plutôt qu'en flex ruban.

4.2 Sensibilité du matériau à la température

Lors de cette étude, seuls les échantillons cuits dans l'autoclave seront caractérisés. Pour mesurer la sensibilité de l'impédancemétrie du matériau à la température, des échantillons instrumentés sont placés dans une enceinte à température contrôlée allant de -50°C à 150°C . Compte tenu des difficultés à faire des mesures précises sur la conduction longitudinale, nous limiterons notre analyse aux conductions transversales intra-pli et inter-pli. De plus, l'analyse dans le sens longitudinal ne renseignerait que sur les propriétés électrothermiques des fibres de carbone et la sensibilité thermique S_T correspondante, liée à la variation de la résistivité avec la température qui reste très peu sensible ($S_{T \text{ Fibre}}=0,0032\%/^{\circ}\text{C}$) [50]. La figure 4.7 montre les variations de la résistance et de la capacité mesurées en conductions transversales intra-pli et inter-pli, en fonction de la variation de la température de -50°C à 150°C .

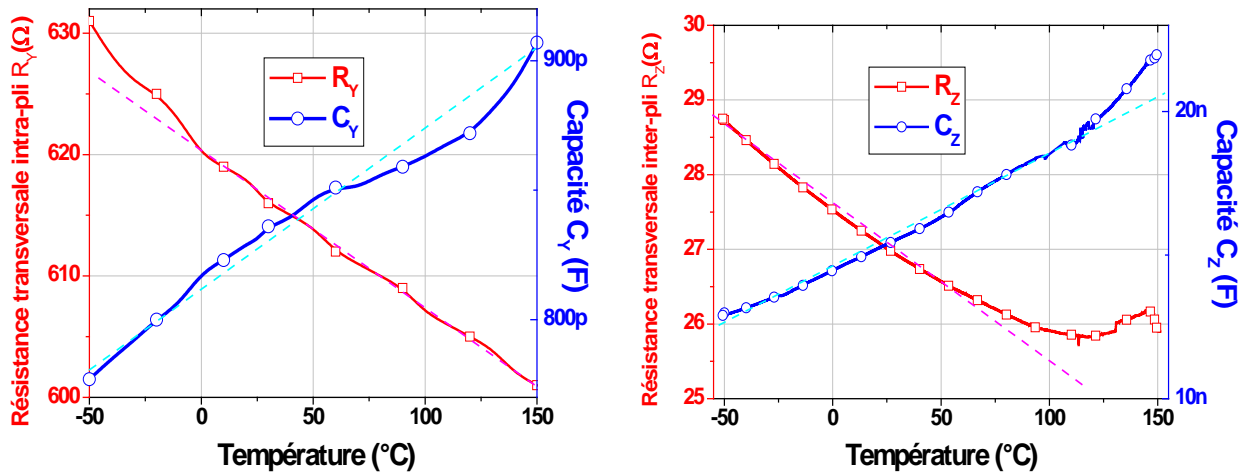


Figure 4.7 : Sensibilité thermique des résistances et capacités des échantillons mono-ply et multi-ply (6 plis) respectivement en conduction transversale intra-ply (y) et inter-ply (z)

On constate une décroissance quasi-linéaire de la résistance R_Y en conduction transversale intra-ply. En revanche, la linéarité dans le cas de la conduction transversale inter-ply est contrariée par l'augmentation des résistances de contact à haute température.

On en déduit pour la conduction transversale intra-ply une sensibilité de la résistance avec la température de $S_{R_Y T} = -0,021\%/^{\circ}\text{C}$, qui pour la conduction transversale inter-ply atteint $S_{R_Z T} = -0,076\%/^{\circ}\text{C}$. Concernant l'évolution de la capacité avec la température, on obtient une sensibilité plus élevée de $S_{C_Y T} = 0,09\%/^{\circ}\text{C}$ pour la conduction transversale intra-ply et même $S_{C_Z T} = 0,11\%/^{\circ}\text{C}$ pour la conduction transversale inter-ply.

Pour améliorer la linéarité de cette sensibilité en température, il convient de procéder à des mesures quatre points pour s'affranchir de la variation des résistances des contacts.

4.3 Sensibilité à l'hygrométrie

Un échantillon UD de 8 plis cuit dans un autoclave et instrumenté avec des électrodes flex toile (avec la même configuration de la figure 2.16) est utilisé pour réaliser ce test. Après cuisson, l'échantillon est placé dans une étuve climatique sous une température de 80°C et une humidité de 95% pendant un mois. La figure 4.8 ci-dessous montre que pour une variation de la masse inférieure à 1%, la résistance électrique mesurée dans l'épaisseur du matériau varie de plus de 60%. Par simple lecture de résistance on peut donc remonter à l'évolution de l'absorption d'eau dans la structure avec une forte sensibilité.

Néanmoins, un test de cyclage thermique aurait aussi été souhaitable pour évaluer la robustesse de notre insertion d'électrodes dans les stratifiés. Faute de temps, nous n'avons pas encore mené cette étude que nous ne manquerons pas de mener lors des prochains travaux sur ce sujet.

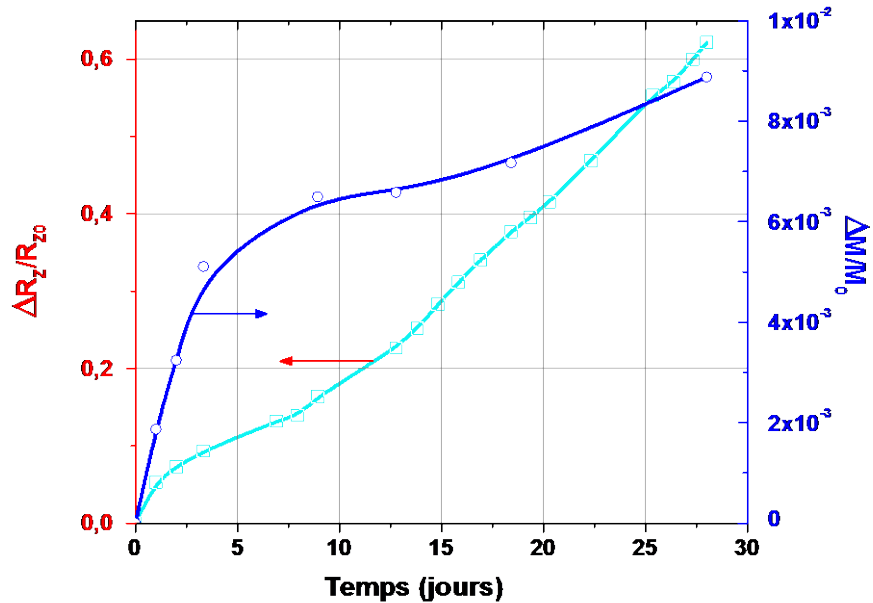
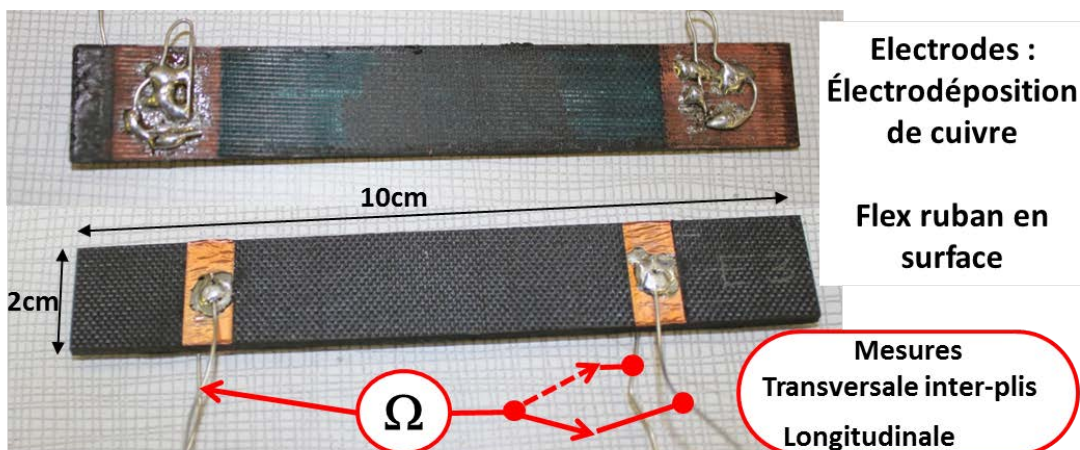


Figure 4.8 : Variation de la résistance en fonction de l'humidité

4.4 Tests mécaniques et sensibilité à la déformation

4.4.1 Essais de flexion 3 points

Dans le but de montrer la sensibilité du matériau au comportement mécanique, nous avons réalisé des essais de flexion 3 points sur des échantillons UD de 8 plis cuits en autoclave. Les éprouvettes de tests sont découpées en post-cuisson, puis nous avons réalisé des dépôts électrolytiques de cuivre sur les fibres de carbone après attaque chimique de la résine en surface pour créer des zones de contacts de bonnes qualités avec le matériau (figure 4.8). En effet, il n'a pas été possible de réaliser des éprouvettes instrumentées à cœur, car le découpage des échantillons aurait coupé les électrodes flex en bordure. En plus, la connexion à des flex placés en surface reste délicate pour garantir une mesure précise (prépondérance des résistances de contact).



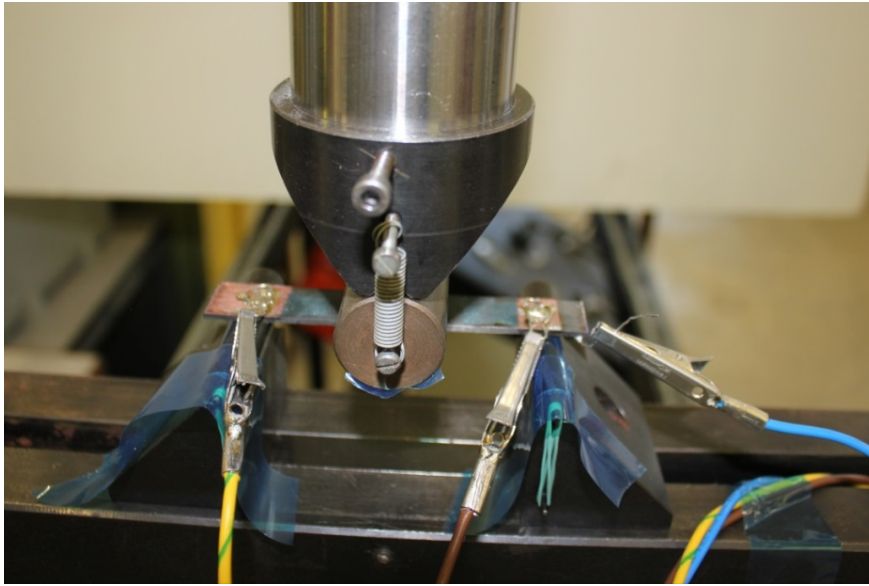
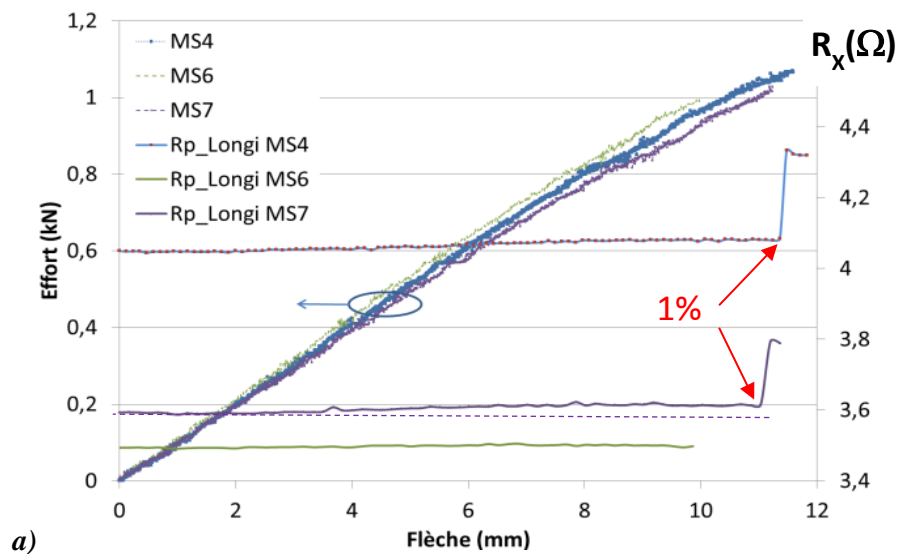


Figure 4.9 : Eprouvettes composites instrumentées et banc pour les tests de flexion trois points

Les propriétés électriques (R_Z et C_Z) du matériau, mesurées lors des tests montrent une variation de R_Z et très peu de variation de C_Z . Nous allons donc nous intéresser uniquement à la seule variation de la résistance longitudinale R_X et transversale inter-ply R_Z du matériau.

Notons que les résistances longitudinale R_X mesurées sont peu sensibles à la traction (moins de 1% avant rupture finale) (figure 4.9.a). En revanche, celles mesurées dans l'épaisseur R_Z du matériau varient jusqu'à 15% (figure 4.9.b).

La résistance longitudinale bien que peu sensible peut servir à la détection d'endommagement du matériau, car sa valeur croît de façon réversible pour de faibles extensions. Puis, elle augmente irréversiblement après dépassement du régime élastique des fibres (ruptures partielles des fibres). Et enfin, elle croît brusquement à la rupture ou à la destruction du matériau.



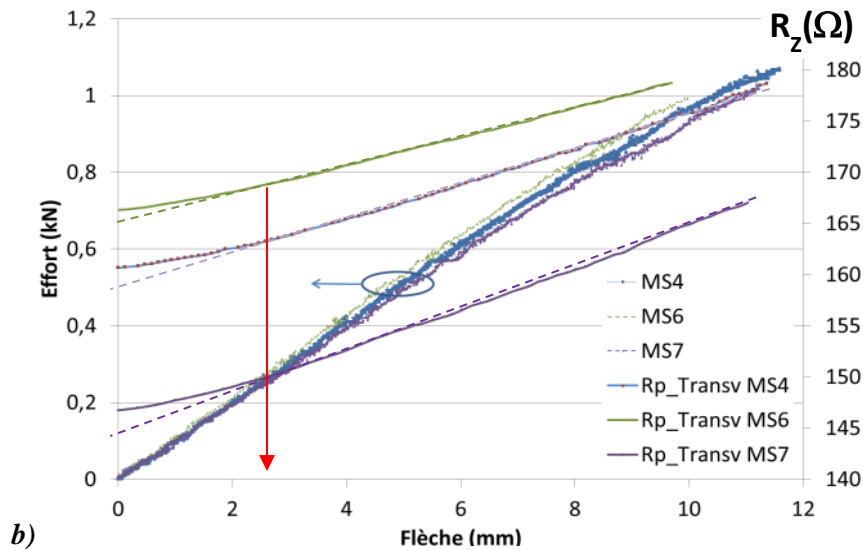


Figure 4.10 : Evolutions de la charge et des résistances a) R_x longitudinal et b) R_z transversale inter-pli en fonction de la flèche sur un échantillon UD de 8 plis lors d'un essai de flexion 3 points

Maintenant, si nous traçons l'évolution de la charge en fonction de la variation unitaire des résistances, en transversal par exemple (figure 4.10), nous voyons apparaître trois régimes différents :

- Comportement non linéaire jusqu'à 0,2 kN, qui pourrait correspondre à une mise en charge inhomogène du réseau de fibres jusqu'à cette valeur seuil où le comportement devient alors linéaire,
- Comportement linéaire de 0,2 kN jusqu'à environ 0,7 kN,
- Comportement non linéaire au-delà de 0,7 kN, seuil qui correspond à l'apparition des premiers endommagements du matériau lors de la flexion 3 points.

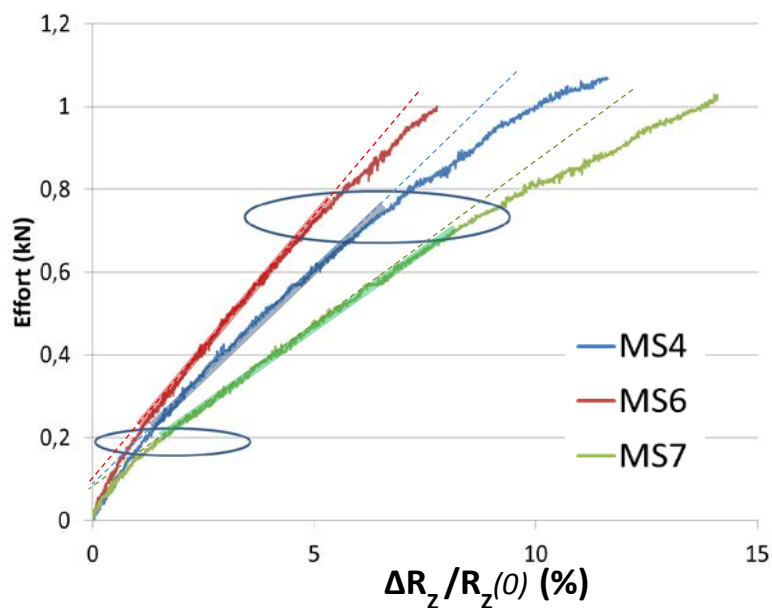


Figure 4.11 : Evolution de la charge en fonction de la sensibilité de la résistance transversale $\Delta R_z / R_z(0)$ d'échantillons UD 8 plis lors d'un essai de flexion 3 points.

Si la variation des valeurs de résistances semble homogène, les valeurs obtenues diffèrent cependant. Cette différence peut être imputée aux électrodes en surface, et non à cœur, qui peut entraîner des écarts non négligeables liées aux résistances de contact électrodes/matériau.

4.4.2 Etude d'intrusivité des électrodes flexibles (flex)

Comme montré dans le chapitre 2 (partie 2.3.1), les électrodes flex ruban ont un effet prouvant être significatif au niveau local entre les plis où elles sont insérées (accumulation de la résine et de porosité sous ces électrodes). Les flex toile quant à eux ont montré un potentiel d'intrusivité plus bas.

Afin de rendre compte plus explicitement de l'intrusivité potentielle de ces deux types de flex, il nous fallait faire des essais mécaniques avec des électrodes à cœur des échantillons de tests. Nous devions faire des essais de flexion, traction et cisaillement mais, par manque de temps, nous n'avons pu effectuer que les essais de tractions et de flexions.

Essais en traction

Les échantillons de test sont fabriqués à partir d'une plaque UD de 8 plis cuite en autoclave dans laquelle nous avons découpé 15 éprouvettes de traction (250 mm x 15 mm x 2 mm). Parmi ces éprouvettes nous avons :

- 3 éprouvettes non instrumentées,
- 6 éprouvettes instrumentées à l'aide de flex ruban et 6 autres à l'aide de flex toile avec pour chaque configuration :
 - 3 éprouvettes avec 2 flex placés au centre entre les plis 1-2 et 7-8, pour mettre en évidence l'effet des électrodes dans la zone de traction
 - 3 éprouvettes avec 2 flex placés au bord des 2 talons entre les plis 1-2 et 7-8, pour mettre en évidence l'effet des électrodes aux extrémités de la zone de traction.

Pour réaliser cette étude, il a été décidé de réaliser un suivi des déformations à l'aide de la technique de Corrélation d'Images Numériques (CIN) en utilisant 2 caméras afin de réaliser des clichés en stéréo-corrélation. Un extensomètre "optique" est placé de façon à appréhender la déformation moyenne de toute la région utile (noté E0 dans la figures 4.11.a) soit une longueur de 145 mm. Les valeurs des modules (GPa) et résistances à la traction (MPa), mesurées lors des tests, sont données dans le tableau ci-dessous.

Nous pouvons conclure que d'une façon globale, la présence de l'instrumentation à cœur, que ce soit pour les flex ruban ou toile, n'a pas ou a très peu d'effet sur les modules et les résistances mesurées. Il apparaît toutefois une légère diminution de la valeur moyenne du module lorsque les flex sont insérés aux bords des éprouvettes.

Eprouvette	Non instrumentées	Flex ruban au centre	Flex toile au centre	Flex ruban au bord	Flex toile au bord
E (GPa)	147.6±6.5	145.4±7.9	147.6±5.6	141.6±6.3	141.2±3.2
σ_{max} (MPa)	2267.1±154.6	2260.6±160.4	2348.6±81.7	2290.4±157.5	2211.6±3.1

Tableau 4.4 : Les valeurs des modules (GPa) et résistances à la traction (MPa), mesurées lors des tests de traction

Grâce à la méthode CIN, nous avons également cherché à mettre en évidence les effets locaux potentiels du présentiel des inserts (électrodes). Pour cela, trois jauges optiques locales ont été définies en plus de l'extensomètre optique. Dans le cas d'instrumentation à cœur et aux bords des éprouvettes, les jauges R0 et R2 sont placées au-dessus des électrodes, tandis que la jauge R1 est placée en zone courante au centre du spécimen (Cf. figure 4.11.a). Dans le cas d'instrumentation à cœur et au centre, deux jauges optiques permettent d'extraire les déformations moyennes locales : la jauge R0 est placée au-dessus des inserts, tandis que la jauge R1 est placée dans une zone courante du spécimen (Cf. figure 4.11.b).

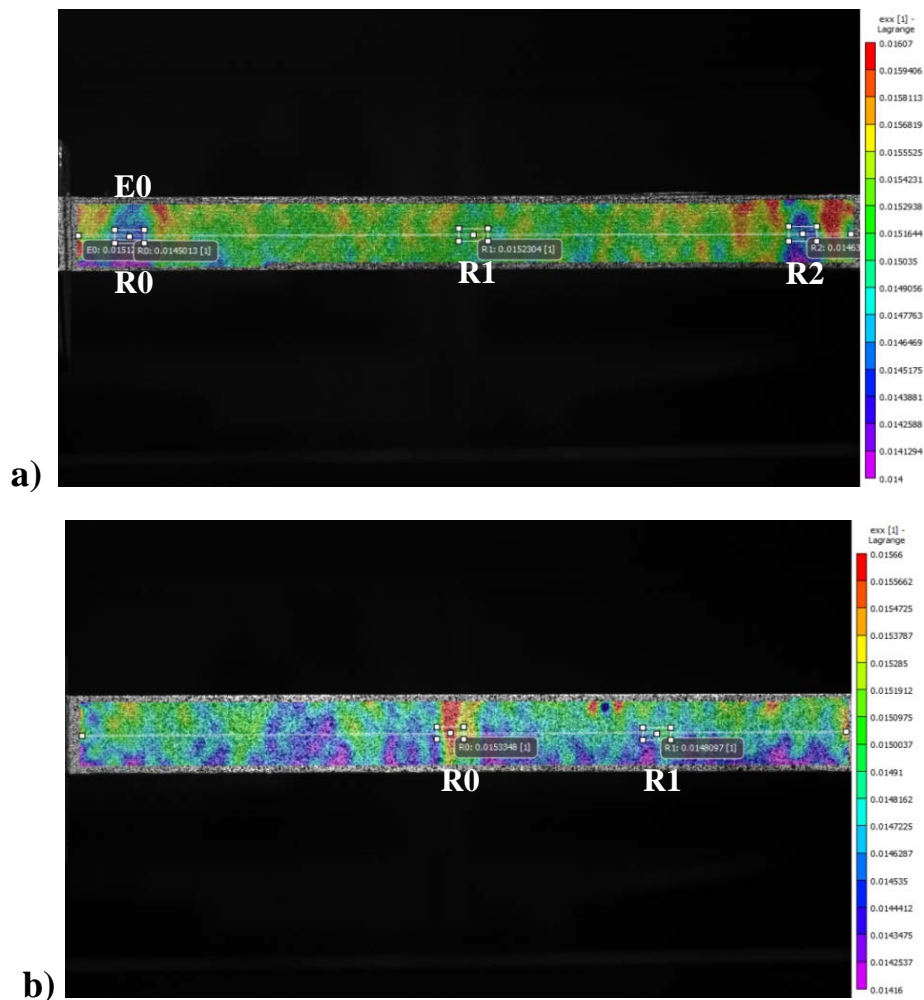


Figure 4.12 : Cartes de déformation longitudinale ϵ_{xx} obtenue par stéréo corrélation d'images numériques sur une éprouvette avec a) des électrodes placées aux bords et b) des électrodes placées au centre (dernières images saisies avant la rupture lors d'un essai de traction)

Pour tous les essais réalisés, les champs de déformations obtenus révèlent une remarquable homogénéité du champ de déformation, excepté dans la région où sont placées les électrodes, et ce jusqu'à la rupture (Cf. figures 4.11.a et 4.11.b). Les valeurs obtenues par E0 et R1 sont parfaitement confondues. Pour une déformation longitudinale moyenne de l'ordre de 1,6%, une différence de l'ordre de 0,2% est en général observée avant rupture au niveau des jauges optiques au-dessus des inserts. Ceci peut être expliqué par un effet localisant des inserts au niveau de la surface des spécimens (bombement sur la face moule souple ou cavitation sur la face moule rigide). L'effet local des inserts est donc non significatif à l'échelle de toute la zone utile en traction. Ce qui vient confirmer la non intrusivité des inserts en traction.

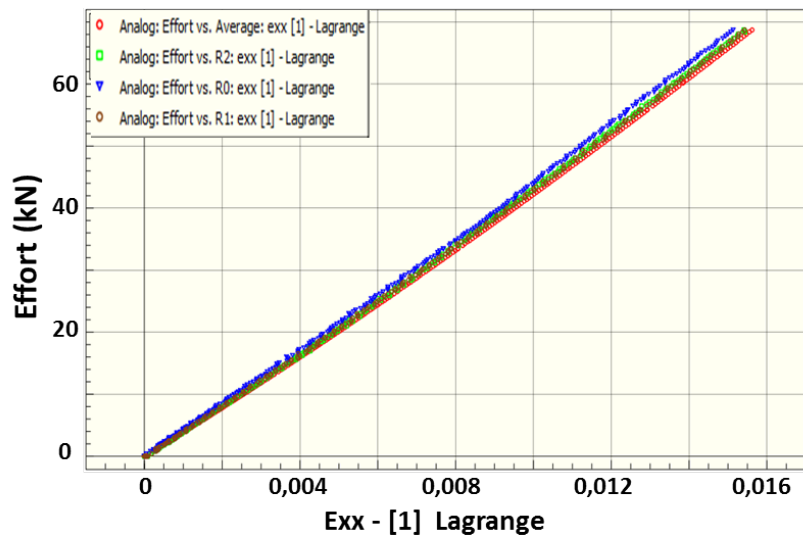


Figure 4.13 : Courbe chargement (kN) vs déformation axiale (dans le sens de la charge) globale et locale, exemple donné pour une éprouvette avec des électrodes flex ruban aux bords.

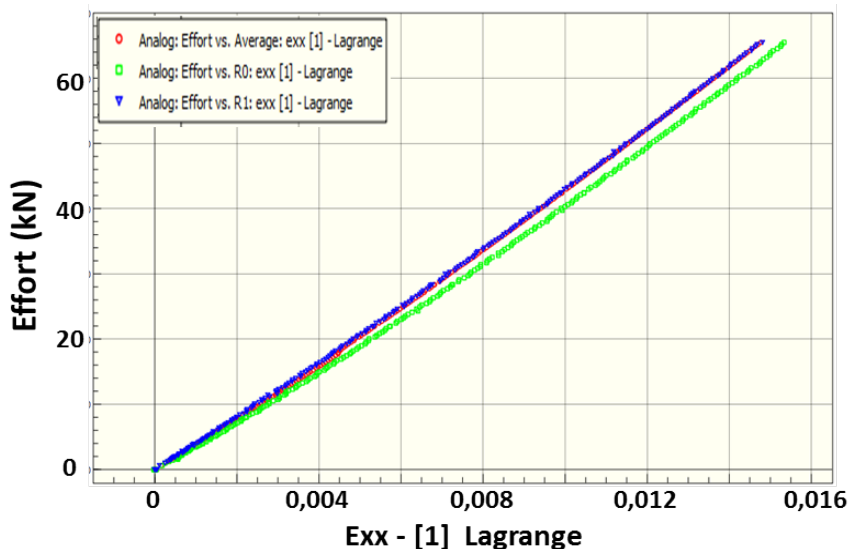


Figure 4.14 : Courbe chargement (kN) vs déformation axiale (dans le sens de la charge) globale et locale, exemple donné pour une éprouvette avec électrodes flex ruban au centre.

Essais en flexion 3 points

Dans une seconde partie de l'étude d'intrusivité, nous avons réalisé des essais en flexion 3 points sur des échantillons non instrumentés et instrumentés avec des électrodes flex ruban ou toile placées au centre ou aux bords avec la même répartition des éprouvettes qu'en traction. Les résultats sont donnés dans le tableau et les figures ci-dessous. Les mesures réalisées concernent les paramètres en flexion suivants :

- Contrainte de flexion maximale : $\sigma_{f\ max}$ (Mpa)
- Module de flexion : E_f (GPa)
- Flèche maximale : δ_{max} (mm)

	$\sigma_{f\ max}$ (MPa)	E_f (GPa)	δ_{max} (mm)
Flex toile aux bords	1522,09 ±5,7	110,3 ±1.6	7,9 ±0,4
Flex toile au centre	1447,9 ±40,9	105,9 ±3.0	7,6 ±0,4
Flex ruban aux bords	1559,5 ±45,4	109,2 ±1.9	8,0 ±0,3
Flex ruban au centre	1485,9 ±41,2	108,0 ±0.9	11,8 ±0,4
Sans instrumentation à cœur	1595,6 ±16,0	110,4 ±0.5	8,0 ±0,1

Tableau 4.5 : Les valeurs mesurées lors des tests de flexion 3 points

Globalement, il n'y a pas d'effet de l'instrumentation (flex ruban ou toile) lorsqu'elle est insérée aux bords ; mais il y a une légère diminution, en moyenne, de la contrainte et du module de Young lorsque l'électrode est insérée au centre des spécimens (Cf. Tableau 4.5 et figures 4.14 et 4.15). Cependant, dans le cas des flex ruban placés au centre, une rupture prématurée par délaminage de l'inter-ply 7-8 apparaît autour d'une contrainte d'approximativement 1100MPa (en moyenne). Ceci peut être expliqué par la forte accumulation de résine et de porosité sous le flex ruban entre les plis 7 et 8. Ainsi, les contraintes de compression dans les plis supérieurs sont plus importantes (concentration de contraintes) dans la zone avec flex que dans les zones vierges beaucoup plus homogènes et plus riches en fibres. Ceci induit un flambement local induisant un délaminage de surface. La rupture finale de ces spécimens se fait avec une flèche plus importante pour des valeurs de contraintes maximales de flexion proches de celles des autres spécimens.

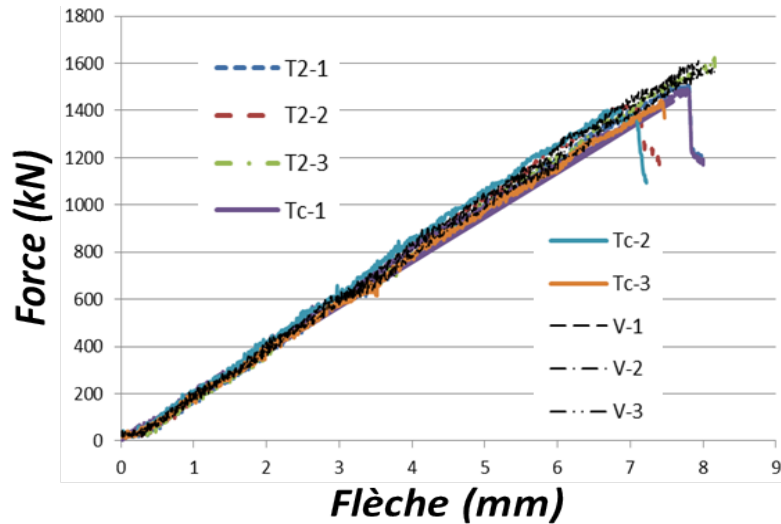


Figure 4.15 : Force (kN) Vs flèche (mm) pour des éprouvettes non instrumentées (V) et instrumentées avec des électrodes flex toile aux bords (T2) et au centre (Tc)

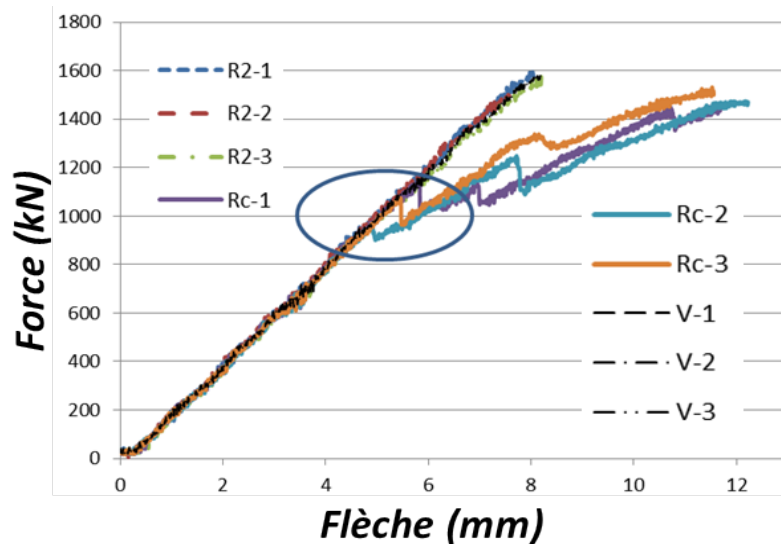


Figure 4.16 : Force (kN) Vs flèche (mm) pour des éprouvettes non instrumentées (V) et instrumentées avec des électrodes flex ruban aux bords (R2) et au centre (Rc)

En conclusion générale de cette étude d'intrusivité, il apparaît que dans le cas de la traction, il n'y a pas (ou très peu) d'effet d'intrusivité des électrodes qu'elles soient en flex ruban ou toile, placées au centre ou aux bords. Cependant, en flexion, la présence de flex ruban en zone utile de sollicitation (au centre) induit un effet significatif d'intrusivité par délaminage prématuré de la zone d'inter-ply 7-8, alors que pour le flex toile, il n'y a pas d'effet significatif.

Cependant, il reste nécessaire de finaliser la caractérisation de l'intrusivité mécanique (que nous n'avons pas pu finir faute de temps), en réalisant des essais mécaniques complémentaires comme par exemple des essais de cisaillement purs.

Conclusion

Les étapes de caractérisations impédancemétriques réalisées dans ce chapitre ont permis dans un premier temps de connaître les propriétés électriques R_P et C_P du type de matériau composite étudié en fonction du sens d'injection du courant par rapport à l'orientation des fibres de carbone. Les mesures de la conduction électrique longitudinale sont affectées par la prépondérance des résistances liées aux contacts électrodes-fibres de carbone. Néanmoins, nous obtenons une valeur de la résistivité longitudinale proche de celle de la littérature. Ce qui nous permet de déduire que dans le cas de notre instrumentation du matériau mono-ply avec des électrodes insérées entre le pli et le support, seule une fraction du demi-ply participe à la conduction.

Concernant les mesures des propriétés électriques transversales intra-ply et inter-ply, leurs valeurs plus élevées permettent de minimiser l'impact des résistances de contact. Ces mesures nous donnent accès aux résistivités transversales ρ_Y et ρ_Z et à la conduction capacitive. Une insertion multi-niveau d'électrodes dans des empilements de 32 plis nous ont permis de mettre en évidence et de quantifier la gradualité en matériau suivant l'épaisseur. Ainsi on observe une réduction de 25% de la résistance des plis supérieurs que l'on peut corréler à une augmentation du taux volumique de fibre.

Pour illustrer la détection intégrée dans le matériau, nous avons analysé en conduction transversale inter-ply les sensibilités de la résistance et capacité à la température. On montre que la sensibilité dans le sens longitudinale est faible, mais que dans le sens transversal inter-ply on atteint $S_{RzT} = -0,076\%/^{\circ}\text{C}$ sur la résistance et $S_{CzT} = 0,11\%/^{\circ}\text{C}$ sur la capacité. Concernant la sensibilité aux déformations mécaniques, la mesure sur la conduction longitudinale n'est pas très sensible, compte tenu de la taille réduite des éprouvettes qui renforce l'impact des résistances de contacts; mais cette conduction constitue un bon moyen de détection d'endommagement. En effet, de fortes sollicitations en traction, flexion, torsion ou cisaillement induisent la rupture de certaines fibres. Ce phénomène est cumulatif et se traduit par un accroissement lent, mais irréversible, de la résistance longitudinale. Tout ceci peut permettre de fonctionnaliser des structures composites en exploitant cette détection intégrée pour la surveillance de l'intégrité des structures (SHM et PHM).

Les essais d'intrusivité ont montré (en flexion et en traction) l'absence d'effet des électrodes flex de type toile, qu'elles soient placées en zone utile ou non, lors des essais mécaniques. Par contre, concernant les électrodes de type flex ruban, un effet significatif d'intrusivité a été mis en évidence lors des tests en flexion quand elles sont insérées en zone active (au centre) des échantillons. En revanche, elle n'a pas d'effet dans les autres configurations. Les électrodes flex toile semblent donc être le meilleur compromis en conclusion des chapitres 2 et 4 dans une perspective de conserver l'instrumentation à cœur pour réaliser non seulement le suivi de cuisson mais également, celui du comportement en service des matériaux composites étudiés. Cependant, il reste nécessaire de finaliser la caractérisation de l'intrusivité mécanique (que nous n'avons pas pu finir, faute de temps), en réalisant des essais mécaniques complémentaires comme par exemple des essais de cisaillement purs.

CONCLUSION GENERALE

Pour étudier le comportement du matériau composite à matrice polymère et à fibre de carbone (T700/M21), nous avons utilisé la technique d'impédancemétrie électrique qui nous semble bien adaptée et présente les avantages suivants : simplicité, robustesse, fiabilité, répétabilité, reproductibilité, et bas coût. De plus, cette instrumentation in situ permet un contrôle en post-cuisson des pièces après fabrication ou pendant le stockage. Elle permet aussi le suivi de la santé d'une structure lors de son utilisation.

En effet, la nature conductrice des fibres de carbone (T700) et isolante de la matrice (M21) rendent possible cette impédancemétrie par une analyse en régime continu où la résistance électrique traduit la conduction dans/entre fibres. L'analyse à plus haute fréquence devient sensible à la capacité liée à la conduction capacitive dans la résine isolante essentiellement au niveau des points de contact (points de percolation). L'impédancemétrie venant caractériser la conduction électrique d'une partie ou de la totalité du volume du matériau, fait de ce dernier un capteur moyennant l'insertion d'électrodes de mesure. On peut dès lors parler de matériau intelligent qui, outre les performances mécaniques, intègre une détection in situ.

Nous avons proposé un modèle 3D de la conduction électrique au sein du matériau qui rend compte de son caractère anisotrope lié à l'orientation des fibres. Puis nous avons développé deux types d'électrodes fines (épaisseur $< 100\mu\text{m}$) et flexibles (flex ruban et flex toile), intégrables à cœur du matériau analysé, servant à l'injection de courant et à la mesure de la tension pour l'analyse impédancemétrique. Ensuite, Nous avons développé un banc de mesure impédancemétrique de 8 voies pour analyser quasi simultanément plusieurs échantillons en temps réel lors des suivis de cuissons ou pendant les tests mécaniques.

Même si cette approche d'impédancemétrie a déjà été explorée dans la littérature, nous avons surmonté de nombreux points bloquants, valider sa pertinence pour un suivi rhéologique in situ lors de la cuisson. En effet, l'analyse du module de l'impédance transversale inter-ply permet de remonter à l'ensemble des points rhéologiques singuliers. Une corrélation entre les données électriques et les données rhéologiques ou mécaniques ont permis de remonter aux comportements micro-structuraux du matériau lors de sa cuisson ou pendant les tests mécaniques. La répétabilité et la reproductibilité des mesures in situ ont été validées. On constate un comportement très semblable des cuissons en étuve et autoclave, mais les valeurs diffèrent notablement, traduisent ainsi la différence de compactage du matériau.

La corrélation entre les données électriques avec les données rhéologiques lors des suivis de cuissons ont permis de définir 14 points caractéristiques du cycle. Pour y parvenir, un lissage sur 15 points est nécessaire avant la dérivation des signaux. Avec notre cadence réduite d'une acquisition/minute, nous avons conscience que notre post-traitement, en

intégrant sept minutes avant et après l'instant considéré, est limité. Pour y remédier, découpler cette cadence permettra de disposer d'un sur-échantillonnage pour améliorer le rapport signal à bruit et aussi et surtout d'un traitement en temps réel (et non en post-cuisson comme actuellement). Pour y parvenir, il nous faut agir sur plusieurs points :

Réduire le balayage en fréquence à une gamme allant de 5 kHz à 50kHz, car nous avons montré que l'analyse du seul module de l'impédance suffisait à une fréquence intermédiaire où conceptions résistive et capacitive sont significatives.

Il faut s'affranchir du sélecteur analogique électromécanique que nous avons mis en œuvre et privilégier une acquisition synchrone de n voies mesurées en parallèle. S'il est inconcevable de disposer d'autant d'impédancemètre que de voies à analyser, cela devient possible en utilisant le circuit intégré AD5933 (analyseur d'impédance numérique) simple de mise en œuvre, compatible avec nos impédances et un coût unitaire réduit ($\approx 30\text{€}$).

Des défauts de moulage ou de rupture de vide (lors du cycle) ont été également détectés à l'aide de cette mesure impédancemétrique. Puis, un suivi de cuisson sur une pièce industrielle de grande dimension (déflecteur d'antenne parabolique) a confirmé les potentialités de notre méthode de mesure et son possible transfert vers des fabrications industrielles.

La caractérisation impédancemétrique en post-cuisson s'effectue via les électrodes utilisées lors du suivi de cuisson, permettent d'accéder aux propriétés électriques du matériau composite étudié en fonction du sens d'injection du courant par rapport à l'orientation des fibres de carbone (matériau anisotrope). Les paramètres électriques facilitant le dimensionnement des pièces composites comme la résistivité, la résistance par carré ou la capacité carrée sont définis lors de cette étude.

Les sensibilités du matériau à la température et aux déformations (essais en flexion 3 points) ont été démontrées. Ces sensibilités fournissent des éléments exploitables pour fonctionnaliser le matériau (SHM et même PHM).

Des études d'intrusivité mécanique, (tests de traction et de flexion) réalisées sur des pièces instrumentées avec des électrodes flex ruban et toile, montrent que l'électrode flex toile semble non intrusive et bien adaptée pour l'instrumentation à cœur pour le suivi de cuisson mais également pour le suivi du comportement en service de structures composites. Cependant, il reste nécessaire de finaliser la caractérisation de l'intrusivité mécanique (que nous n'avons pu finir faute de temps), en réalisant des essais mécaniques complémentaires comme par exemple des essais de cisaillement purs.

Productions scientifiques

M.MOUNKAILA, T.CAMPS, S.SASSI, P.MARGUERES, P.OLIVIER, J.Y.FOURNIOLS, C.ESCRIBA
Cure monitoring of composite carbon/epoxy through electrical impedance analysis
Manifestation avec acte, European Conference of the Prognostics and Health Management Society (PHM), 2014, Nantes

M.MOUNKAILA, T.CAMPS, S.SASSI, P.MARGUERES, P.OLIVIER, C.ESCRIBA, J.Y.FOURNIOLS
Cure Monitoring and SHM of Carbon Fiber Reinforced Polymer
Part I : Impedance Analysis and Multiphysic Sensitivity
Manifestation avec acte, European Workshop on Structural Health Monitoring (EWSHM),
Juillet 2014, Nantes

M.MOUNKAILA, T.CAMPS, S.SASSI, P.MARGUERES
Spectroscopie d'impédance électrique des composites à fibre de carbone pour la réalisation
des structures intelligentes,
Affiche/Poster, Journées Nationales du Réseau Doctoral en Microélectronique (JNRDM),
28 Mai 2014, Lille

Sonia Sassi, Philippe Marguerès, **M. Mounkaila**, T. Camps, Philippe Olivier
GEOMETRICAL INVESTIGATION FOR THE ELECTRICAL CHARACTERIZATION OF T700/M21 CFRP
COMPOSITE DURING CURING
Manifestation avec acte, ECCM17 - 17th European Conference on Composite Materials,
Munich, Germany, 26-30th June 2016

S.SASSI, P.MARGUERES, T.CAMPS, **M.MOUNKAILA**, P.OLIVIER
Cure Monitoring and SHM of Carbon Fiber Reinforced Polymer
Part II : Multi-Physical Correlations
Manifestation avec acte, European Workshop on Structural Health Monitoring (EWSHM),
Juillet 2014, Nantes

Sonia Sassi, Philippe Marguerès, Rébecca Le Begue, **Mahamadou Mounkaila**, Philippe
Olivier Thierry Camps
Détermination des paramètres géométriques pour la caractérisation électrique d'un composite
T700/M21 en cours de cuisson,
Matériaux et techniques

P.MARGUERES, T.CAMPS, P.OLIVIER, S.SASSI, **M.MOUNKAILA**
Cure monitoring of CFRP : electrical impedance analysis
Manifestation avec acte, International Conference on Composite Materials (ICCM), Montréal
(Canada), Juillet 2013, 10p.

Références bibliographiques

- [1] B. Louis, de M. Bertrand, et N. Stanislas, « l'industrie française des matériaux composites – des enjeux prioritaires pour un développement durable », Nodal Consultants, mai 2002.
- [2] J. D. Menczel et R. B. Prime, *Thermal Analysis of Polymers: Fundamentals and Applications*. Hoboken, N.J: Wiley-Blackwell, 2009.
- [3] J. K. Gillham, « Formation and properties of thermosetting and high tg polymeric materials », *Makromol. Chem. Macromol. Symp.*, vol. 7, n° 1, p. 67-74, janv. 1987.
- [4] C. Paris, « Étude et modélisation de la polymérisation dynamique de composites à matrice thermodurcissable », Thèse, Albi, France, 2011.
- [5] C. Barrere et F. Dal Maso, « Résines époxy réticulées par des polyamines : structure et propriétés », *Oil Gas Sci. Technol.*, vol. 52, n° 3, p. 317-335, mai 1997.
- [6] H. T. Lee et D. W. Levi, « Effect of curing temperature on the thermal degradation of an epoxide resin », *J. Appl. Polym. Sci.*, vol. 13, n° 8, p. 1703-1705, août 1969.
- [7] I. El Sawi, P. A. Olivier, P. Demont, et H. Bougherara, « Processing and electrical characterization of a unidirectional CFRP composite filled with double walled carbon nanotubes », *Compos. Sci. Technol.*, vol. 73, p. 19-26, nov. 2012.
- [8] Hexcel, « Prepreg-Data-Sheets/M21_global ». Hexcel Corporation, mars-2010.
- [9] Y. Lin, « Comportement thermoélectrique de matériaux composites pour applications aéronautiques », Thèse, Chasseneuil-du-Poitou, Ecole nationale supérieure de mécanique et d'aérotechnique, Poitiers, 2013.
- [10] C. Paris, G. Bernhart, P. A. Olivier, et O. De Almeida, « Influence de cycles de cuisson rapides sur le pré-imprégné aéronautique M21/T700 : suivi de polymérisation et propriétés mécaniques », in *17èmes Journées Nationales sur les Composites (JNC17)*, Poitiers-Futuroscope, France, 2011, p. 123.
- [11] Glossaire réalisé par le Centre d'Animation Régional en Matériaux Avancés (CARMA), « Glossaire des matériaux composites ». Provence-Alpes-Côte d'Azur, décembre 2004.
- [12] Data Sheet de la fibre de carbone fourni par la société TORAY, « T700S Data Sheet ».
- [13] « Les facteurs de choix d'un procédé ». Disponible sur : <http://www.compositec.com/compositec-promotion/les-procedes>. [en date du : 12-juill-2014].
- [14] M J,Lodeiro et D R, Mulligan, « Cure monitoring techniques for polymer composites, adhesives and coatings », National Physical Laboratory, Teddington, Measurement Good Practice Guide 75, 2005.
- [15] J.-S. Kim et D. G. Lee, « On-line cure monitoring and viscosity measurement of carbon fiber epoxy composite materials », *J. Mater. Process. Technol.*, vol. 37, n° 1-4, p. 405-416, févr. 1993.
- [16] G. FRAMEZELLE, F. LEPILLER, J. HATSCH, et S. REMOND, « Contrôle non destructif de structures composites pour l'aéronotique », présenté à Cofrend, Dunkerque, France, 2011.
- [17] J. Cai, L. Qiu, S. Yuan, L. Shi, P. Liu, et D. Liang, « Structural Health Monitoring for Composite Materials », in *Composites and Their Applications*, InTech, 2012.
- [18] P. J. Schubel, R. J. Crossley, E. K. G. Boateng, et J. R. Hutchinson, « Review of structural health and cure monitoring techniques for large wind turbine blades », *Renew. Energy*, vol. 51, p. 113-123, mars 2013.

- [19] C. Boller et W. J. Staszewski, « Aircraft Structural Health and Usage Monitoring », in *Health Monitoring of Aerospace Structures*, John Wiley & Sons, Ltd, 2003, p. 29-73.
- [20] B. Mitra et D. J. Booth, « Remote cure monitoring of epoxy materials using optical techniques », *Ultrasonics*, vol. 35, n° 8, p. 569-572, janv. 1998.
- [21] M. A. Afromowitz, « Fiber optic polymer cure sensor », *J. Light. Technol.*, vol. 6, n° 10, p. 1591-1594, oct. 1988.
- [22] G. F. Fernando, « Fibre optic sensor systems for monitoring composite structures », *Reinf. Plast.*, vol. 49, n° 11, p. 41-49, déc. 2005.
- [23] A. Malki, R. Gafsi, L. Michel, M. Labarrère, et P. Lecoy, « Impact and vibration detection in composite materials by using intermodal interference in multimode optical fibers », *Appl. Opt.*, vol. 35, n° 25, p. 5198-5201, sept. 1996.
- [24] V. M. Murukeshan, P. Y. Chan, L. S. Ong, et L. K. Seah, « Cure monitoring of smart composites using Fiber Bragg Grating based embedded sensors », *Sens. Actuators Phys.*, vol. 79, n° 2, p. 153-161, févr. 2000.
- [25] P. Wang, D. Li, Q. Shang, Z. Chen, et H. Wang, « Cure monitoring of epoxy resin via use of FBG », in *2013 8th International Forum on Strategic Technology (IFOST)*, 2013, vol. 2, p. 60-63.
- [26] C. Sonnenfeld et al., « Cure Cycle Monitoring of Laminated Carbon Fiber-Reinforced Plastic with Fiber Bragg Gratings in Microstructured Optical Fiber », présenté à ICCM19, Montréal, 2013.
- [27] B. Torres, I. Payá-Zaforteza, P. A. Calderón, et J. M. Adam, « Analysis of the strain transfer in a new FBG sensor for Structural Health Monitoring », *Eng. Struct.*, vol. 33, n° 2, p. 539-548, févr. 2011.
- [28] Y. Qiu, Q. Wang, H. Zhao, J. Chen, et Y. Wang, « Applications of FBG Sensors for Airship Structural Health Monitoring », in *2012 Symposium on Photonics and Optoelectronics (SOPO)*, 2012, p. 1-3.
- [29] H.-K. Kang, D.-H. Kang, H.-J. Bang, C.-S. Hong, et C.-G. Kim, « Cure monitoring of composite laminates using fiber optic sensors », *Smart Mater. Struct.*, vol. 11, n° 2, p. 279, 2002.
- [30] L. Robert et G. Dusserre, « Assessment of thermoset cure-induced strains by fiber bragg grating sensor », *Polym. Eng. Sci.*, vol. 54, n° 7, p. 1585-1594, juill. 2014.
- [31] Collombet, F, Mulle, M, Hernández-M, H, Douchin, B, Zitoune, R, Olivier, P, et Grunevald, Y.-H, « On the use of optical fibres with Bragg gratings for the identification of process-properties relations of composite structures », présenté à 16th international conference on composite materials, Kyoto (Japan), 2007.
- [32] M. Mulle, F. Collombet, P. Olivier, et Y.-H. Grunevald, « Assessment of cure residual strains through the thickness of carbon–epoxy laminates using FBGs, Part I: Elementary specimen », *Compos. Part Appl. Sci. Manuf.*, vol. 40, n° 1, p. 94-104, janv. 2009.
- [33] M. Mulle, F. Collombet, P. Olivier, R. Zitoune, C. Huchette, F. Laurin, et Y.-H. Grunevald, « Assessment of cure-residual strains through the thickness of carbon–epoxy laminates using FBGs Part II: Technological specimen », *Compos. Part Appl. Sci. Manuf.*, vol. 40, n° 10, p. 1534-1544, oct. 2009.
- [34] F. Lionetto, A. Tarzia, et A. Maffezzoli, « Air-Coupled Ultrasound: A Novel Technique for Monitoring the Curing of Thermosetting Matrices », *IEEE Trans. Ultrason. Ferroelectr. Freq. Control*, vol. 54, n° 7, p. 1437-1444, juill. 2007.
- [35] N. Toyama et J. Takatsubo, « An investigation of non-linear elastic behavior of CFRP laminates and strain measurement using Lamb waves », *Compos. Sci. Technol.*, vol. 64, n° 16, p. 2509-2516, déc. 2004.

- [36] M. Surgeon et M. Wevers, « Modal analysis of acoustic emission signals from CFRP laminates », *NDT E Int.*, vol. 32, n° 6, p. 311-322, sept. 1999.
- [37] Y. J. Yan et L. H. Yam, « Online detection of crack damage in composite plates using embedded piezoelectric actuators/sensors and wavelet analysis », *Compos. Struct.*, vol. 58, n° 1, p. 29-38, oct. 2002.
- [38] P. Kudela, W. Ostachowicz, et A. Żak, « Damage detection in composite plates with embedded PZT transducers », *Mech. Syst. Signal Process.*, vol. 22, n° 6, p. 1327-1335, août 2008.
- [39] T. E. Michaels et J. E. Michaels, « Integrating monitoring and inspection with attached ultrasonic transducers », 2006, p. 61770E-61770E-12.
- [40] S. Zedek, C. Codreanu, A. Belisario-Briceño, J.-Y. Fourniols, C. Escriba, T. Camps, et R. Francois, « Adaptable Synchronous Detection for the SHM of Composite Component: Autonomous FPAA Architecture on Polyimide Film », présenté à EWSHM - 7th European Workshop on Structural Health Monitoring, 2014.
- [41] A. Belisario-Briceño, S. Zedek, T. Camps, R. François, C. Escriba, et J.-Y. Fourniols, « SHM Based on Modal Analysis: Accelerometer and Piezoelectric Transducers Instrumentation for Civil Engineering in Heterogeneous Structures », présenté à EWSHM - 7th European Workshop on Structural Health Monitoring, 2014.
- [42] S. Fettouma ZEDEK, « Intégration d'architectures mixtes reconfigurables (Analogiques, Numériques et Hybrides) : Application à la détection de défauts dans des structures hétérogènes ». Thèse, Université Toulouse 3, INSA, 2015.
- [43] H. Boukabache, M. Matmat, C. Escriba, et J.-Y. Fourniols, « Sensors/actuators network development for aeronautics structure health monitoring », in *2011 IEEE Sensors*, 2011, p. 1157-1160.
- [44] H. Boukabache, « Etude et développement d'un noeud piézoélectrique intégré dans un micro-système reconfigurable : applications à la surveillance "de santé" de structures aéronautiques », Thèse, Toulouse, INSA, 2013.
- [45] S. Zedek, C. Escriba, et J.-Y. Fourniols, « Dedicated system for structural health monitoring of aircraft Hardware system based on V-cycle model », in *The first IEEE International Symposium on Systems Engineering (ISSE 2015)*, Rome, Italy, 2015, p. 5p.
- [46] H. S. Park, H. Y. Lee, S. W. Choi, et Y. Kim, « A Practical Monitoring System for the Structural Safety of Mega-Trusses Using Wireless Vibrating Wire Strain Gauges », *Sensors*, vol. 13, n° 12, p. 17346-17361, déc. 2013.
- [47] Capteurs développés par la société HBM, « HBM strain gauges ». Disponible sur : <http://www.hbm.com/en/0364/strain-gauges-for-stress-analysis/> [en date du : 12-juill-2014]
- [48] N. Dinh-Trong, J. Steitz, L. Bu, et O. Kanoun, « Influence of the composition of MWCNTs layers on the properties of strain gauges », in *9th IEEE Conference on Nanotechnology, 2009. IEEE-NANO 2009*, 2009, p. 477-480.
- [49] S. Bhalla, Y. W. Yang, J. Zhao, et C. K. Soh, « Structural health monitoring of underground facilities – Technological issues and challenges », *Tunn. Undergr. Space Technol.*, vol. 20, n° 5, p. 487-500, sept. 2005.
- [50] A. Gillet, P. Olivier, A. Al Maghribi, et I. El Sawi, « Prédiction des propriétés électrique d'un composite aéronautique », in *JNC16*, Toulouse, France, 2009, p. 10 p.
- [51] Z. Xia et W. Curtin, « Modeling of mechanical damage detection in CFRPs via electrical resistance », *Compos. Sci. Technol.*, vol. 67, n° 7-8, p. 1518-1529, juin 2007.
- [52] J. B. Park, T. Okabe, N. Takeda, et W. A. Curtin, « Electromechanical modeling of unidirectional CFRP composites under tensile loading condition », *Compos. Part Appl. Sci. Manuf.*, vol. 33, n° 2, p. 267-275, févr. 2002.

- [53] Z. Xia, T. Okabe, J. B. Park, W. A. Curtin, et N. Takeda, « Quantitative damage detection in CFRP composites: coupled mechanical and electrical models », *Compos. Sci. Technol.*, vol. 63, n° 10, p. 1411-1422, août 2003.
- [54] D. Lalonde, « Caractérisation électrique et thermique de matériaux en composite de carbone utilisés en aéronautique dans le cadre d'études de solutions de retour de courant », Thèse, École Polytechnique de Montréal, 2011.
- [55] F. Roussel, « Élaboration et étude des propriétés électriques d'un matériau composite nanotubes de carbone alignés - époxy », Thèse, École Polytechnique X, 2012.
- [56] A. Todoroki et M. Ueda, « Low-cost delamination monitoring of CFRP beams using electrical resistance changes with neural networks », *Smart Mater. Struct.*, vol. 15, n° 4, p. N75, 2006.
- [57] A. Todoroki, M. Tanaka, et Y. Shimamura, « Measurement of orthotropic electric conductance of CFRP laminates and analysis of the effect on delamination monitoring with an electric resistance change method », *Compos. Sci. Technol.*, vol. 62, n° 5, p. 619-628, avr. 2002.
- [58] A. Todoroki et Y. Tanaka, « Delamination identification of cross-ply graphite/epoxy composite beams using electric resistance change method », *Compos. Sci. Technol.*, vol. 62, n° 5, p. 629-639, avr. 2002.
- [59] A. Todoroki, Y. Tanaka, et Y. Shimamura, « Delamination monitoring of graphite/epoxy laminated composite plate of electric resistance change method », *Compos. Sci. Technol.*, vol. 62, n° 9, p. 1151-1160, juill. 2002.
- [60] A. Todoroki, M. Tanaka, et Y. Shimamura, « Electrical resistance change method for monitoring delaminations of CFRP laminates: effect of spacing between electrodes », *Compos. Sci. Technol.*, vol. 65, n° 1, p. 37-46, janv. 2005.
- [61] A. Todoroki, M. Tanaka, et Y. Shimamura, « High performance estimations of delamination of graphite/epoxy laminates with electric resistance change method », *Compos. Sci. Technol.*, vol. 63, n° 13, p. 1911-1920, oct. 2003.
- [62] A. Todoroki, K. Omagari, Y. Shimamura, et H. Kobayashi, « Matrix crack detection of CFRP using electrical resistance change with integrated surface probes », *Compos. Sci. Technol.*, vol. 66, n° 11-12, p. 1539-1545, sept. 2006.
- [63] A. Todoroki, Y. Samejima, Y. Hirano, et R. Matsuzaki, « Piezoresistivity of unidirectional carbon/epoxy composites for multiaxial loading », *Compos. Sci. Technol.*, vol. 69, n° 11-12, p. 1841-1846, sept. 2009.
- [64] A. Todoroki, « The effect of number of electrodes and diagnostic tool for monitoring the delamination of CFRP laminates by changes in electrical resistance », *Compos. Sci. Technol.*, vol. 61, n° 13, p. 1871-1880, oct. 2001.
- [65] A. Todoroki, « Electric Resistance Change Method for Cure/Strain/Damage Monitoring of CFRP Laminates », *Key Eng. Mater.*, vol. 270-273, p. 1812-1820, 2004.
- [66] R. Schueler, S. P. Joshi, et K. Schulte, « Damage detection in CFRP by electrical conductivity mapping », *Compos. Sci. Technol.*, vol. 61, n° 6, p. 921-930, mai 2001.
- [67] S. Wang et D. D. L. Chung, « Apparent negative electrical resistance in carbon fiber composites », *Compos. Part B Eng.*, vol. 30, n° 6, p. 579-590, sept. 1999.
- [68] J. Jellid, « Suivi du cycle de vie d'un composite CFRP hybride par mesure de résistance électrique », Thèse, Ecole centrale de Lyon, Ecully, Rhône, France, 2010.
- [69] J. C. Abry, S. Bochart, A. Chateauminois, M. Salvia, et G. Giraud, « In situ detection of damage in CFRP laminates by electrical resistance measurements », *Compos. Sci. Technol.*, vol. 59, n° 6, p. 925-935, mai 1999.

- [70] J.-C. Abry, « Suivi in situ d'endommagement dans les matériaux composites carbone/époxy par mesure des variations de propriétés électriques », Thèse, Aix-Marseille 1, Aix-Marseille 1, 1998.
- [71] M. Kupke, K. Schulte, et R. Schüler, « Non-destructive testing of FRP by d.c. and a.c. electrical methods », *Compos. Sci. Technol.*, vol. 61, n° 6, p. 837-847, mai 2001.
- [72] N. Angelidis, « Damage sensing in CFRP composites using electrical potential techniques », Thesis, Cranfield University, Cranfield (Royaume-Uni), 2004.
- [73] X. Wang et D. D. L. Chung, « Self-monitoring of fatigue damage and dynamic strain in carbon fiber polymer-matrix composite », *Compos. Part B Eng.*, vol. 29, n° 1, p. 63-73, 1998.
- [74] M. Louis, S. P. Joshi, et W. Brockmann, « An experimental investigation of through-thickness electrical resistivity of CFRP laminates », *Compos. Sci. Technol.*, vol. 61, n° 6, p. 911-919, mai 2001.
- [75] T. J. Swait, F. R. Jones, et S. A. Hayes, « A practical structural health monitoring system for carbon fibre reinforced composite based on electrical resistance », *Compos. Sci. Technol.*, vol. 72, n° 13, p. 1515-1523, août 2012.
- [76] J. Wen, Z. Xia, et F. Choy, « Damage detection of carbon fiber reinforced polymer composites via electrical resistance measurement », *Compos. Part B Eng.*, vol. 42, n° 1, p. 77-86, janv. 2011.
- [77] Z. H. Xia et W. A. Curtin, « Damage detection via electrical resistance in CFRP composites under cyclic loading », *Compos. Sci. Technol.*, vol. 68, n° 12, p. 2526-2534, sept. 2008.
- [78] I. De Baere, W. Van Paepegem, et J. Degrieck, « Electrical resistance measurement for in situ monitoring of fatigue of carbon fabric composites », *Int. J. Fatigue*, vol. 32, n° 1, p. 197-207, janv. 2010.
- [79] P. E. Irving et C. Thiagarajan, « Fatigue damage characterization in carbon fibre composite materials using an electrical potential technique », *Smart Mater. Struct.*, vol. 7, n° 4, p. 456, 1998.
- [80] K. Schulte et C. Baron, « Load and failure analyses of CFRP laminates by means of electrical resistivity measurements », *Compos. Sci. Technol.*, vol. 36, n° 1, p. 63-76, janv. 1989.
- [81] D. D. L. Chung, « Structural health monitoring by electrical resistance measurement », *Smart Mater. Struct.*, vol. 10, n° 4, p. 624-636, août 2001.
- [82] D. D. L. Chung, « Thermal analysis of carbon fiber polymer-matrix composites by electrical resistance measurement », *Thermochim. Acta*, vol. 364, n° 1-2, p. 121-132, déc. 2000.
- [83] D.-Y. Song, N. Takeda, et A. Kitano, « Correlation between mechanical damage behavior and electrical resistance change in CFRP composites as a health monitoring sensor », *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 456, n° 1-2, p. 286-291, mai 2007.
- [84] M. Ueda, A. Todoroki, Y. Shimamura, et H. Kobayashi, « Delamination Monitoring of CFRP Laminates Using Electrical Potential Method », in *Composite Technologies for 2020*, L. Ye, Y.-W. Mai, et Z. Su, Éd. Woodhead Publishing, 2004, p. 1018-1024.
- [85] N. Angelidis et P. E. Irving, « Detection of impact damage in CFRP laminates by means of electrical potential techniques », *Compos. Sci. Technol.*, vol. 67, n° 3-4, p. 594-604, mars 2007.
- [86] N. Angelidis, C. Y. Wei, et P. E. Irving, « The electrical resistance response of continuous carbon fibre composite laminates to mechanical strain », *Compos. Part Appl. Sci. Manuf.*, vol. 35, n° 10, p. 1135-1147, oct. 2004.

- [87] K. Almuhammadi, L. Selvakumaran, M. Alfano, Y. Yang, T. K. Bera, et G. Lubineau, « Laser-based surface preparation of composite laminates leads to improved electrodes for electrical measurements », *Appl. Surf. Sci.*, vol. 359, p. 388-397, déc. 2015.
- [88] M. Ueda et A. Todoroki, « Delamination monitoring of CFRP laminate using the two-stage electric potential change method with equivalent electric conductivity », *Eng. Fract. Mech.*, vol. 75, n° 9, p. 2737-2750, juin 2008.
- [89] R. Mills, C. Payne, et K. Younsi, « Insulation cure monitoring on global VPI large AC motors », in *Conference Record of the 2002 IEEE International Symposium on Electrical Insulation, 2002*, 2002, p. 492-496.
- [90] S. Kobayashi, R. Matsuzaki, et A. Todoroki, « Multipoint cure monitoring of CFRP laminates using a flexible matrix sensor », *Compos. Sci. Technol.*, vol. 69, n° 3-4, p. 378-384, mars 2009.
- [91] T. Inada et A. Todoroki, « Smart Cure Monitoring Method of Carbon/Epoxy Laminates Using Electric Capacitance Change with Applied Alternating Current Frequency », *Key Eng. Mater.*, vol. 297-300, p. 2903-2908, 2005.
- [92] Huan L. Lee, « The Handbook of Dielectric Analysis and CureMonitoring ». Lambert technologies, 2014.
- [93] D. Boll, K. Schubert, C. Brauner, et W. Lang, « Miniaturized Flexible Interdigital Sensor for In Situ Dielectric Cure Monitoring of Composite Materials », *IEEE Sens. J.*, vol. 14, n° 7, p. 2193-2197, juill. 2014.
- [94] M. J. O'Dwyer, G. M. Maistros, S. W. James, R. P. Tatam, et I. K. Partridge, « Relating the state of cure to the real-time internal strain development in a curing composite using in-fibre Bragg gratings and dielectric sensors », *Meas. Sci. Technol.*, vol. 9, n° 8, p. 1153, 1998.
- [95] G. M. Maistros et I. K. Partridge, « Monitoring autoclave cure in commercial carbon fibre/epoxy composites », *Compos. Part B Eng.*, vol. 29, n° 3, p. 245-250, 1998.
- [96] J. S. Kim et D. G. Lee, « Analysis of dielectric sensors for the cure monitoring of resin matrix composite materials », *Sens. Actuators B Chem.*, vol. 30, n° 2, p. 159-164, janv. 1996.
- [97] G. M. Maistros et I. K. Partridge, « Dielectric monitoring of cure in a commercial carbon-fibre composite », *Compos. Sci. Technol.*, vol. 53, n° 4, p. 355-359, 1995.
- [98] M. Ungarish, R. Joseph, J. Vittoser, et S. Kenig, « Cure cycle optimization of composites by dielectric measurements », *Composites*, vol. 21, n° 6, p. 481-486, nov. 1990.
- [99] J. H. Choi, I. Y. Kim, et D. G. Lee, « Development of the simple dielectric sensor for the cure monitoring of the high temperature composites », *J. Mater. Process. Technol.*, vol. 132, n° 1-3, p. 168-176, janv. 2003.
- [100] J. S. Kim et D. G. Lee, « Measurement of the Degree of Cure of Carbon Fiber Epoxy Composite Materials », *J. Compos. Mater.*, vol. 30, n° 13, p. 1436-1457, sept. 1996.
- [101] J. Mijović, J. Kenny, A. Maffezzoli, A. Trivisano, F. Bellucci, et L. Nicolais, « The principles of dielectric measurements for in situ monitoring of composite processing », *Compos. Sci. Technol.*, vol. 49, n° 3, p. 277-290, 1993.
- [102] S. S. Kim, H. Murayama, K. Kageyama, K. Uzawa, et M. Kanai, « Study on the curing process for carbon/epoxy composites to reduce thermal residual stress », *Compos. Part Appl. Sci. Manuf.*, vol. 43, n° 8, p. 1197-1202, août 2012.
- [103] A. A. Skordos et I. K. Partridge, « Impedance cure and flow monitoring in the processing of advanced composites. », in *ICMAC 2001*, Belfast, UK, 2001.

- [104] C. Y. Shigue, R. G. S. dos Santos, C. A. Baldan, et E. Ruppert-Filho, « Monitoring the epoxy curing by the dielectric thermal analysis method », *IEEE Trans. Appl. Supercond.*, vol. 14, n° 2, p. 1173-1176, juin 2004.
- [105] J. C. Abry, Y. K. Choi, A. Chateauminois, B. Dalloz, G. Giraud, et M. Salvia, « In-situ monitoring of damage in CFRP laminates by means of AC and DC measurements », *Compos. Sci. Technol.*, vol. 61, n° 6, p. 855-864, mai 2001.
- [106] O. Ceysson, M. Salvia, et L. Vincent, « Damage mechanisms characterisation of carbon fibre/epoxy composite laminates by both electrical resistance measurements and acoustic emission analysis », *Scr. Mater.*, vol. 34, n° 8, p. 1273-1280, avr. 1996.
- [107] D. Pathania et D. Singh, « A review on electrical properties of fiber reinforced polymer composites », *Int J Theor Appl Sci*, vol. 1, n° 2, p. 34-37, 2009.
- [108] C. Hill, « Investigation of electrical and impact properties of carbon fiber reinforced polymer matrix composites with carbon nanotube buckypaper layers », thesis, University of Iowa, 2012.
- [109] L. Shen, J. Li, B. M. Liaw, F. Delale, et J. H. Chung, « Modeling and analysis of the electrical resistance measurement of carbon fiber polymer-matrix composites », *Compos. Sci. Technol.*, vol. 67, n° 11-12, p. 2513-2520, sept. 2007.
- [110] E. Sevkat, J. Li, B. Liaw, et F. Delale, « A statistical model of electrical resistance of carbon fiber reinforced composites under tensile loading », *Compos. Sci. Technol.*, vol. 68, n° 10-11, p. 2214-2219, août 2008.
- [111] A. S. Kaddour, F. A. R. Al-Salehi, S. T. S. Al-Hassani, et M. J. Hinton, « Electrical resistance measurement technique for detecting failure in CFRP materials at high strain rates », *Compos. Sci. Technol.*, vol. 51, n° 3, p. 377-385, janv. 1994.
- [112] D.-C. Seo et J.-J. Lee, « Damage detection of CFRP laminates using electrical resistance measurement and neural network », *Compos. Struct.*, vol. 47, n° 1-4, p. 525-530, déc. 1999.
- [113] A. E. Zantout et O. I. Zhupanska, « On the electrical resistance of carbon fiber polymer matrix composites », *Compos. Part Appl. Sci. Manuf.*, vol. 41, n° 11, p. 1719-1727, nov. 2010.
- [114] D. Abraham et R. McIlhagger, « Glass fibre epoxy composite cure monitoring using parallel plate dielectric analysis in comparison with thermal and mechanical testing techniques », *Compos. Part Appl. Sci. Manuf.*, vol. 29, n° 7, p. 811-819, juill. 1998.
- [115] X. Luo et D. D. L. Chung, « Carbon-fiber/polymer-matrix composites as capacitors », *Compos. Sci. Technol.*, vol. 61, n° 6, p. 885-888, 2001.
- [116] T. Carlson, D. Ordús, M. Wysocki, et L. E. Asp, « Structural capacitor materials made from carbon fibre epoxy composites », *Compos. Sci. Technol.*, vol. 70, n° 7, p. 1135-1140, juill. 2010.
- [117] H. KOBAYASHI, « Electrical impedance change method for moisture absorption monitoring of CFRP », 2004.
- [118] Y. Shimamura, T. Urabe, A. Todoroki, et H. Kobayashi, « Electrical impedance change method for moisture absorption monitoring of CFRP », *Adv. Compos. Mater.*, vol. 13, n° 3-4, p. 297-310, 2004.
- [119] C. Y. Shigue, R. G. S. dos Santos, M. M. S. P. de Abreu, C. A. Baldan, A. L. M. Robin, et E. Ruppert-Filho, « Dielectric Thermal Analysis as a Tool for Quantitative Evaluation of the Viscosity and the Kinetics of Epoxy Resin Cure », *IEEE Trans. Appl. Supercond.*, vol. 16, n° 2, p. 1786-1789, juin 2006.
- [120] T. Joy et W. Strieder, « Percolation in a Thin Ply Of Unidirectional Composite », *J. Compos. Mater.*, vol. 13, n° 1, p. 72-78, janv. 1979.

- [121] T. Joy, P. Ajmera, et W. Strieder, « Effect of Thickness on Single Ply Percolation and Conductivity », *J. Compos. Mater.*, vol. 14, n° 2, p. 130-141, janv. 1980.
- [122] Y. H. Lee et H. C. Kim, « Three-dimensional electrical percolation behaviour in conductive short-fibre composites », *J. Mater. Sci.*, vol. 30, n° 12, p. 3033-3036, juin 1995.
- [123] P. Marguerès, T. Camps, M. Viargues, et P. Olivier, « Preliminary experimental study on the electrical impedance analysis for *in-situ* monitoring of the curing of carbon/epoxy composite material for aeronautical and aerospace structures », *Meas. Sci. Technol.*, vol. 24, n° 9, p. 095005, sept. 2013.