

THÈSE

présentée à

L'U.F.R. DES SCIENCES ET TECHNIQUES
DE L'UNIVERSITÉ DE FRANCHE-COMTÉ

pour obtenir le

**GRADE DE DOCTEUR DE L'UNIVERSITÉ
DE FRANCHE-COMTÉ**
Spécialité : Sciences pour l'Ingénieur

CONTRIBUTION À L'ANALYSE, MODÉLISATION ET SIMULATION DE LA MISE EN FORME DE MICROCOMPOSANTS POLYMÈRES BIOTOLÉRÉS PAR MICROMOULAGE PAR INJECTION ET ESTAMPAGE À CHAUD

par

Mohamed Lakhdar SAHLI

Soutenue le 18 décembre 2007 devant la commission d'Examen :

Directeur de thèse	C. ROQUES-CARMES	Professeur à l'ENSMM de Besançon
Codirecteurs de thèse	J.-C. GELIN C. KHAN MALEK	Professeur à l'ENSMM de Besançon Docteur d'état, CR (CNRS) à FEMTO-ST, Besançon
Rapporteurs	J.-M. HAUDIN G. SCHLATTER	Professeur à l'Ecole des Mines de Paris Professeur à l'ECPM / LIPHT de Strasbourg
Examineurs	M.- T. FREIRE VIEIRA D. LOCHEGNIES M. HECKELE	Professeur à l'Université de Coimbra Professeur à l'Université de Valenciennes Docteur à l'IMT de Karlsruhe
Invité	T. BARRIÈRE	Maître de Conférences, HDR à l'ENSMM de Besançon

Résumé

Cette thèse est une contribution active au développement et à l'étude de l'estampage à chaud et à celle du micro moulage par injection des polymères thermoplastiques. Le but étant de mieux cerner les phénomènes physiques impliqués et de permettre ainsi un meilleur contrôle du procédé et en conséquence d'assurer une optimisation de la qualité des microcomposants élaborés. Ce travail est architecturé sur une étude expérimentale associant des essais de réplifications de forme en relief (positif) ou en creux (négatif), à une étude rhéologique et viscoélastique, conduite sur une large gamme de températures. Il est réalisé de manière à disposer d'une base de données physiques et rhéologiques importantes pour envisager de façon pertinente l'élaboration des composants de forme complexe de volume inférieur à 1cm³ par ces deux procédés de mise en forme.

Des modélisations du procédé de hot embossing ont été ensuite développées. Des approches favorisant la simulation de la mise en forme et la vérification du fait que les conditions opératoires sélectionnées pour un polymère donné ont été mis en place dans le but de favoriser ou non l'obtention d'un remplissage des cavités superficielles ou des dénivelées de surface. Ces modèles validés expérimentalement font intervenir la rhéologie des écoulements, la mécanique de contact ou bien la méthode des éléments finis dans le but à montrer le rôle de chaque paramètre procédé/matériau dans la mise en forme.

Une attention particulière a été portée à une étude comparative entre les deux procédés de mise en forme. Ceci permet de qualifier l'influence des paramètres expérimentaux associés à la forme des empreintes, aux procédés et ce via les caractéristiques physiques et mécaniques des matériaux testés et la qualité finale des composants moulés grâce aux potentialités de la microscopie mécanique à balayage (MMB) et aux dépouillement inhérents à cette métrologie.

Abstract

The work presented in this thesis constitutes a contribution to the development and study of hot embossing and micro injection moulding of thermoplastic polymers. Understanding of physical phenomena involved and thus enables better control of the process and according to ensure the quality optimization of micro components developed. The work presented in this thesis is structured around the experimental study involving the testing of replications of form in relief (positive) or hollow (negative), a rheological and linear viscoelastic studies, realised on an extremely wide range of temperatures

It is implemented in order to have a more database of rheological and physical properties to adequately consider in the development of the components with complex form have a volume of less than 1cm³ by the two forming processes.

Some models of hot embossing process were then developed. These approaches increasing simulation of the preparation and verification of the selected operating conditions for a given polymer have been established with the aim of fostering or not obtain a filling the superficial cavities or drops on a vertical of surface. The results of the model are validated using experimental measurements involve the flow rheology, the contact mechanics or the finite element method in order to show the role of each parameter process/material in moulding.

Much attention has been brought to a comparative study between the two forming processes. This allows to characterizing the influence of experimental parameters associated with shape of cavities, to processes and with the physical and mechanical properties of materials tested and the quality of moulded components with high potential of the scanning mechanical microscopy (SMM).

Remerciements

Ce travail a été réalisé au Laboratoire de Microanalyse de Surface (LMS) et au Laboratoire de Mécanique appliqués (LMARC) et financé par la région de Franche-Comté.

Que Messieurs G. Monteil, directeur du LMS et P. Picard directeur du LMARC, trouvent ici l'expression de ma profonde reconnaissance pour m'avoir accueilli dans leurs laboratoires.

Je voudrais en tout premier lieu remercier chaleureusement mes directeurs de thèse, M. Claude Roques-Carmes, M. Jean-Claude Gelin et Mme Chantal Khan Malek, qui ont suivis et encadrés ce travail avec intérêt et disponibilité. Je les remercie aussi de m'avoir initié avec autant de talents au travail de la recherche. Leurs compétences ont fait de ces années les plus riches en enseignement de mon cursus. Enfin, je les remercie d'avoir montré aux bons moments les qualités humaines qui font les personnes que l'on n'oublie pas. Merci aussi à Bernard Monasse pour avoir permis de faire avancer cette étude.

Je remercie chaleureusement Messieurs Jean-marc Haudin, Professeur à l'Ecole des Mines de Paris, Centre de Mise en Forme des matériaux (CEMEF) - Sophia-Antipolis, Guy Schlatter, Professeur à l'ECPM / LIPHT de Strasbourg, d'avoir accepté la tâche souvent longue et difficile de rapporteur de ce mémoire de thèse. Je remercie également Madame Maria Teresa Freire Vieira, Professeur à l'Universidade de Coimbra, Monsieur Mathias Heckeles, Docteur à l'IMT de Karlsruhe, (Allemagne), Monsieur Dominique Lochegnies, Professeur à l'Université de Valenciennes, LAMIH, Monsieur Thierry Barriere, Maître de Conférences, HDR à l'ENSMM de Besançon, pour leur participation au jury de thèse. Je les prie de croire à ma respectueuse reconnaissance.

A tous ceux qui ont consacré du temps pour une relecture attentive de cette thèse et m'ont apporté leurs remarques et leurs judicieux conseils. A chacun, je vous exprime ma gratitude.

C'est avec plaisir que je remercie Christian L'excellent qui m'a donné le goût de la recherche en mécanique, lors de mon DEA à l'Université de Franche-Comté.

Je remercie toutes les personnes qui à un moment ou à un autre ont fait avancer mon travail :

Sébastien Thibaud, Maître de conférences à l'Université de Franche-Comté pour toutes ses précieuses contributions pour ce travail pendant presque trois années. Qu'il sache que je serais toujours reconnaissant pour la qualité remarquable de ses commentaires dont il m'a fait bénéficier mais aussi pour sa patience, sa disponibilité et sa bonne humeur.

Christine Millot, Merci pour tout, ta bonne humeur, tes compétences scientifiques et humaines, tes conseils techniques et ta contribution au bon déroulement des expériences, mais surtout pour ta gentillesse, ta patience, tes conseils pertinents et ta disponibilité qui a contribué par des conseils et suggestions cruciaux à certaines étapes de mon travail. J'ai beaucoup appris à tes côtés, et je t'en suis infiniment reconnaissant.

Cécile Benoit, ta grande disponibilité et ton aide concernant tous les problèmes de caractérisations rhéologiques de polymères et en Calorimétrie Différentielle à Balayage (DSC). Tu as su non seulement enrichir mes connaissances scientifiques, mais aussi apporter ton soutien et tes encouragements lors des derniers mois de cette thèse.

Aurélien Maurel pour toutes les discussions que nous avons pu avoir, je crois nous avons progressé ensemble et si c'était à refaire, je souhaite sincèrement que ce soit avec toi !

Ce travail n'aurait pas pu voir le jour également sans l'appui important de Gérard Michel, Ingénieur de Recherche ENS2M, je lui en suis vraiment très reconnaissant.

Cette année a aussi été pour moi l'occasion d'enseigner à l'ENS2M dans le cadre d'un ATER. Merci aux personnes qui ont rendu cette expérience si intéressante et agréable, notamment par la confiance qu'ils m'ont accordée : Christophe Dielemans, Pascal Ludwig, Alain Royer, Michael Fontaine, Pierrick Malecot, Ludovic Farines et Nicolas Bodin.

Je salue ici toutes les personnes qui, d'une façon ou d'une autre, ont contribué à ce travail ou participé à la bonne ambiance dans laquelle il s'est déroulé, notamment le bureau 42H (Virginie, Germain, Cyrille, Benoît, Bendali, Olivier et Zoltàn) qui se reconnaîtront.

N'oublions pas mes collègues doctorants qui ont contribué grandement à l'ambiance active et détendue de notre groupe de recherche, en particulier : Delphine Mengus, Stéphanie Livet, Fany Chedeveryne, Mylène Villars, Petr David, Thierry Verdot, Laurent Lesellier, Quang Hŭng Tran, Raphaël Boulbes, Steeve Dejardin, Cédric Quinard, Raphaël Valasco, Frédéric Thiébaud, Laurentiu Racila, Abdelhamid Touache, Jinpeng Song, Hichem Nounira, Z Q Cheng, Abdelkader Hocine, Franck Gasquez, Emmanuel Pillet, Nivas Babu Selvaraj, Elie Gibeau, Didier Mammosser et Mouloud Aïssani .

Je voudrais remercier tous les membres du laboratoire LMARC, grâce auxquels règne une ambiance des plus conviviales. Je remercie tout particulièrement Betty Baudinot, Martine Besson, Camille Garcin, Pascal Robinet, Jean Marc Cote, Alain Burtheret et Jean Louis Masson, que j'ai souvent sollicités et qui ont largement contribué à l'avancée de ce travail.

Un grand merci à toute l'équipe du laboratoire LMS et en particulier à Gratiela, Stephanie, Annie, Christelle, Christophe, Robert, Jamal, Setha, Olivier, Hamid, Nicolas, Luc, Xavier, Pascal, Veyis, Aurélien, Frederic et Joseph...!, pour votre soutien et vos encouragements.

Je tiens aussi à remercier le Directeur Michel Froelicher et le personnel du Centre de transfert en micro et nanotechnologies (CTMN), qui m'ont tous réservé le meilleur accueil et offert d'excellentes conditions de travail. Je remercie en particulier Roland Duffait, Pascal Blind et Denis Baud.

J'exprime toute ma reconnaissance envers Brahim Necib, Professeur à l'Université Mentouri de Constantine (Algérie), pour ses conseils, ses encouragements, sa bonne humeur et ses qualités humaines.

Un grand merci au personnel du Complexe Moteurs-Tracteurs de Constantine en Algérie et plus particulièrement à : Larbi Albane, Ahmed Dernani, Morad Boumoukh, Rachid Zerguine, Abdelatif Brimes et Manceri Abdelhak qui m'ont soutenu dans les derniers moments de la rédaction de cette thèse. Merci pour leur bonne humeur, leur gentillesse permanente et leur soutien.

Mes mots vont aussi vers mes amis en Algérie, Abdelazizze, Driss, Abderezak, Salim, Samir, Abdelhafid, Abdelhak, Abdelatif, Omar, Rachid, Hassan et Tabar dont leur sourire restera éternellement gravé dans ma mémoire en souvenir des instants magiques et intenses que nous avons vécus ensemble.

Les dernières lignes sont réservées à mes parents, à mes frères et à mes soeurs, vous m'avez apporté amour, réconfort et paix depuis toutes ces années. Je ne sais comment vous dire toute la gratitude que je peux avoir et toujours l'éternel même mot, "Merci !". Ma mère & mon père, vous êtes les meilleures parents qu'un être humain peut avoir dans sa vie.

Enfin merci à tous ceux dont je n'ai pas cité le nom mais que je n'oublie pas pour autant.

INTRODUCTION GENERALE	9
CHAPITRE I : MISE EN FORME PAR REPLICATION : MICRO-MOULAGE PAR INJECTION ET ESTAMPAGE A CHAUD	15
I.1. INTRODUCTION	15
I.2. MISE EN FORME DES MATERIAUX THERMOPLASTIQUES	17
I.2.1. <i>Plage de mise en conformité</i>	17
I.2.2. <i>Propriétés mécaniques</i>	18
I.2.3. <i>Comportement rhéologique</i>	19
I.3. LES PROCEDES DE MICRO-REPLICATION	20
I.3.1. <i>Le procédé de micro-moulage par injection</i>	20
I.3.1.1. <i>Cycles du micro-moulage par injection</i>	21
I.3.1.2. <i>Les paramètres influents en micro-moulage par injection</i>	25
I.3.1.3. <i>Les avantages et inconvénients du procédé de micro-moulage par injection</i>	26
I.3.2. <i>Estampage à chaud</i>	26
I.3.2.1. <i>Description du procédé</i>	28
I.3.2.2. <i>Les paramètres influents en estampage à chaud</i>	32
I.3.2.3. <i>Les avantages et inconvénients</i>	33
I.4. CONCLUSION	33
CHAPITRE II : PROPRIETES VISCOELASTIQUES DES POLYMERES AMORPHES UTILISES EN ESTAMPAGE A CHAUD	35
II.1. INTRODUCTION	35
II.2. RAPPELS SUCCINCTS CONCERNANT LE COMPORTEMENT MECANIQUE DES POLYMERES AMORPHES	35
II.2.1. <i>Traction uni-axiale</i>	35
II.2.2. <i>Viscoélasticité</i>	36
II.3. MATERIAUX DE L'ETUDE	37
II.3.1. <i>Cycooléfine copolymère (COC)</i>	37
II.3.2. <i>Cycooléfine polymère (COP)</i>	38
II.4. CARACTERISATION DU COMPORTEMENT VISCOELASTIQUE DES POLYMERES	39
II.4.1. <i>Comportement en traction uni-axiale</i>	39
II.4.1.1. <i>Protocole des essais</i>	39
II.4.1.2. <i>Résultats</i>	40
II.4.2. <i>Tests en spectrométrie mécanique</i>	44
II.4.2.1. <i>Protocole des essais</i>	44
II.4.2.2. <i>Résultats</i>	44
II.5. CONCLUSION	48
CHAPITRE III : COMPORTEMENT RHEOLOGIQUE DES POLYMERES AMORPHES	50
III.1. INTRODUCTION	50

III.2. RAPPELS DE BASE	50
III.3. EXPERIMENTATION PAR CALORIMETRIE DIFFERENTIELLE A BALAYAGE (DSC)	52
III.3.1. <i>Protocole expérimental</i>	53
III.3.2. <i>Résultats</i>	54
III.4. INDICE DE FLUIDITE	54
III.4.1. <i>Protocole expérimental</i>	54
III.4.2. <i>Résultats</i>	56
III.5. VISCOSITE DE CISAILLEMENT	58
III.5.1. <i>Protocole expérimental</i>	58
III.5.2. <i>Résultats</i>	58
III.6. VISCOSITE DE CISAILLEMENT ET VISCOSITE ELONGATIONNELLE	62
III.6.1. <i>Protocole expérimental</i>	62
III.6.2. <i>Résultats</i>	63
III.7. CONCLUSION	54
CHAPITRE IV : MODELISATION ANALYTIQUE DE L'ESTAMPAGE DES POLYMERES THERMOPLASTIQUES	67
IV.1. INTRODUCTION	67
IV.2. APPROCHE RHEOLOGIQUE	69
IV.2.1. <i>Ecrasement à chaud entre plateaux parallèles</i>	70
IV.2.1.1. <i>Hypothèses cinématiques</i>	70
IV.2.1.2. <i>Mise en équation</i>	71
IV.2.1.3. <i>Evolution de l'épaisseur d'un disque polymère en compression</i>	79
IV.2.2. <i>Estampage avec cavités</i>	82
IV.2.2.1. <i>Mise en équation</i>	83
IV.2.2.2. <i>Données issues de la modélisation</i>	84
IV.2.2.3. <i>Temps de remplissage</i>	87
IV.3. INFLUENCE DE LA GEOMETRIE DES CAVITES	89
IV.3.1. <i>Cavité de forme conique</i>	90
IV.3.2. <i>Cavité de forme pyramidale</i>	91
IV.3.3. <i>Cavité de forme héli-sphérique</i>	92
IV.3.4. <i>Cavité de forme parallélépipédique</i>	93
IV.4. ANALYSE DU REMPLISSAGE	94
IV.4.1. <i>Profondeur de micro-cavités de forme identique</i>	94
IV.4.2. <i>Volume et surface identiques de micro-cavités</i>	97
IV.4.3. <i>Taille des micro-cavités décroissantes</i>	99
IV.4.4. <i>Profondeur des micro-cavités croissantes</i>	101
IV.5. ESSAI D'ESTAMPAGE A CHAUD	103
IV.5.1. <i>Procédure associée à l'essai instrumenté</i>	103
IV.5.2. <i>Mise en température de l'éprouvette</i>	104
IV.5.3. <i>Matériel et méthodes</i>	106
IV.5.3.1. <i>Données expérimentales</i>	106
IV.5.3.2. <i>Validation expérimentale</i>	109
IV.6. CONCLUSION	111

CHAPITRE V : MODELISATION ANALYTIQUE DU FORMAGE POSITIF PAR ESTAMPAGE A CHAUD	115
V.1. INTRODUCTION	115
V.2. MODELISATION DU FORMAGE POSITIF	116
V.3. DONNEES ISSUES DE LA MODELISATION	121
V.3.1. <i>Effet du module d'Young</i>	122
V.3.2. <i>Effet de la pression de mise en forme</i>	123
V.4. DONNEES ISSUES DE L'EXPERIMENTATION	123
V.4.1. <i>Procédure expérimentale</i>	124
V.4.2. <i>Données issues de l'expérimentation</i>	126
V.4.2.1. <i>Effet du module d'Young</i>	126
V.4.2.2. <i>Effet de la température de mise en forme</i>	127
V.4.3. <i>Corrélation modèle - données expérimentales</i>	127
V.5. CONCLUSION	130
CHAPITRE VI : SIMULATION NUMERIQUE DE L'ESTAMPAGE A CHAUD DES POLYMERES .	132
VI.1. INTRODUCTION	132
VI.2. LOIS DE COMPORTEMENT UTILISEES	134
VI.3. SIMULATION DE L'ESSAI DE TRACTION	137
VI.3.1. <i>Hypothèses de simulation</i>	137
VI.3.2. <i>Résultats de la simulation</i>	137
VI.4. MODELISATION DU PROCEDE D'ESTAMPAGE A CHAUD	143
VI.4.1. <i>Ecrasement d'un disque polymère entre deux plateaux rigides</i>	143
VI.4.1.1. <i>Hypothèses de simulation</i>	144
VI.4.1.2. <i>Résultats de simulation</i>	145
VI.4.1.3. <i>Validation expérimentale</i>	148
VI.4.2. <i>Ecrasement d'un disque polymère entre plateaux plans avec cavité</i>	149
VI.4.2.1. <i>Estampage à chaud à volume constant</i>	150
VI.4.2.2. <i>Indentation d'un disque polymère par poinçon</i>	150
VI.5. CONCLUSION	163
CHAPITRE VII : ANALYSE COMPARATIVE QUANTITATIVE DES PROCEDES DE REPLICATION PAR ESTAMPAGE ET MICRO-MOULAGE PAR INJECTION	166
VII.1. INTRODUCTION	166
VII.2. REPLICATION DE MICRO-EMPREINTES PYRAMIDALES PAR ESTAMPAGE A CHAUD	168
VII.2.1. <i>Description des empreintes</i>	168
VII.2.2. <i>Procédé expérimental</i>	171
VII.2.3. <i>Résultats et discussions</i>	172
VII.3. REPLICATION D'UN RESEAU DE RAINURES CIRCULAIRES PAR ESTAMPAGE	177
VII.3.1. <i>Description du moule</i>	177
VII.3.2. <i>Procédé expérimental</i>	178
VII.3.3. <i>Résultats et discussions</i>	178

VII.4. LE MICRO MOULAGE PAR INJECTION	184
VII.4.1. <i>Présentation du moule d'injection</i>	184
VII.4.1.1. <i>Etapes de conception, réalisation et instrumentation</i>	184
VII.4.1.2. <i>Matériau polymère et conditions d'injection</i>	187
VII.4.2. <i>Procédure expérimentale</i>	189
VII.4.3. <i>Résultats et discussions</i>	189
VII.5. ELABORATION DES REPLIQUES EN POLYMERE PAR ESTAMPAGE & MICRO-MOULAGE PAR INJECTION ...	
VII.5.1. <i>Procédure de l'essai</i>	191
VII.5.2. <i>Résultats et discussions</i>	194
VII.5.2.1. <i>Cavité de forme pyramidale</i>	194
VII.5.2.1a. <i>Influence de la température de mise en forme</i>	194
VII.5.2.1b. <i>Influence des procédés de mise en forme</i>	197
VII.5.2.2. <i>Rainures circulaires coaxiales</i>	200
VII.5.2.2a. <i>Influence de la température de mise en forme</i>	200
VII.5.2.2b. <i>Influence des procédés de mise en forme</i>	201
VII.6. CONCLUSION	205
CONCLUSION GENERALE ET PERSPECTIVES	209
REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES	218
ANNEXE :	233

INTRODUCTION GENERALE

La mise en forme des polymères par différents procédés tel que l'injection, l'extrusion, le thermoformage est largement répandue dans l'industrie, dans le but de réaliser des composants de forme complexe et de nature très variée via des applications dans de nombreux secteurs : produits grand public, connectique, automobile, biomédical Sur ces bases on peut retenir que les besoins de réalisation de composants de très petites tailles sont apparus avec le développement des microtechnologies et des microsystèmes.

La recherche de composants de dimensions de plus en plus réduites a donc conduit au développement de nouvelles techniques de micro fabrications [1], telles que le hot embossing [2,3], le moulage par injection [4-6] et le thermoformage [7] et le casting [8].

Une grande variété de polymères est classiquement sélectionnée pour ces processus de micro fabrication, tel que le poly(méthylméthacrylate) (PMMA) et le polycarbonate (PC). Récemment, les cyclo-oléfine polymères et copolymères ont suscité l'attention en raison de leur propriétés mécaniques, leur biocompatibilité, leur stabilité chimique élevée et leur transparence optique, qui en font des matériaux intéressants à étudier et c'est pourquoi ces matériaux ont été sélectionnés spécifiquement dans nos travaux.

La demande croissante de réalisation de micro composants de plus en plus complexes à moindre investissement impose l'utilisation de la simulation numérique afin de pouvoir mettre au point les procédés de micro fabrication et d'estimer leur coût. Cette modélisation permet de plus de simuler correctement la mise en forme des polymères et de fait l'optimisation du procédé.

Les modélisations et simulations numériques sont maintenant connues et éprouvées, permettant ainsi la détermination la plus appropriée des conditions opératoires, ainsi que le choix optimal des plans de joints, canaux et seuils d'alimentation des moules et autres variables des procédés.

Ces modèles de simulation permettent d'évaluer en premier lieu la conception d'un moule et de vérifier si les conditions de mise en forme choisies, favorisent ou non

l'obtention d'un remplissage optimisé des cavités superficielles ou des dénivelées de surface. Dans cette démarche, le travail présenté est descriptif de l'écoulement d'un disque de polymère comprimé à chaud en géométrie axisymétrique par hot embossing, via des simulations analytiques et numériques reproduisant la topographie superficielle du moule. Ceci constitue la principale thématique des travaux de ce mémoire.

On retiendra que la plupart des travaux concernant le hot embossing sont préférentiellement focalisés sur une analyse expérimentale du procédé à l'exception de quelques études numériques récentes.

Le micro moulage par injection peut en complément du hot embossing permettre d'obtenir des microcomposants 3D de forme complexes. Le micro moulage par injection de polymères thermoplastiques chargés en poudres métalliques ou céramiques peut en complément être utilisé pour réaliser des micro composants fonctionnels, dotés de propriétés mécaniques élevées ou fonctionnalisées, dépendant de la nature des charges.

Sur ces bases, le travail présenté est architecturé autour de sept chapitres :

Le premier chapitre est consacré à la présentation de l'ensemble des procédés de micro répliques retenus dans notre approche. Il s'agit de donner une description générale des procédés de micro moulage par injection et de hot embossing en soulignant les principaux polymères utilisés dans ces procédés.

Le deuxième et le troisième chapitre présentent une partie des essais expérimentaux réalisés lors de ce travail de manière à disposer de données suffisantes pour la modélisation thermomécanique du procédé de hot embossing. L'objectif est de présenter le comportement rhéologique des matériaux utilisés entre la température ambiante et une température légèrement supérieure à la température de transition vitreuse des polymères. Deux types d'essais ont été mis en œuvre :

- des essais quasi-statiques de traction uni-axiale à basse température ($T < T_g$), pour mettre en évidence les phénomènes viscoélastiques caractéristiques des matériaux testés,

- des essais dynamiques sous sollicitations sinusoïdales afin de déterminer le module complexe à différentes températures comprises entre la température ambiante et une température supérieure à la température de transition vitreuse des polymères considérés.

En complément, les propriétés rhéologiques de ces différents matériaux ont été étudiées pour des températures très au delà de la T_g . Cette approche va permettre l'introduction de trois techniques de caractérisation. La première technique dite de "calorimétrie différentielle à balayage" (DSC) permet d'estimer la valeur de la température de transition vitreuse (T_g) et celle de leur transition liquide/liquide T_{ll} . La seconde concerne la métrologie de l'indice de fluidité. Celui-ci peut être considéré comme une grandeur rhéologique caractérisant la fluidité des polymères à l'état fondu. Enfin la dernière méthode a pour but de déterminer le comportement visqueux sous forme d'évolution de la viscosité des polymères en fonction du taux de cisaillement et ce à l'aide de deux rhéomètres, un en géométrie cône/plan et l'autre en géométrie capillaire.

De fait, les tests et essais de caractérisation développés dans les chapitres 2 et 3 constituent une base de données physiques et rhéologiques importantes pour envisager de façon pertinente et appropriée, l'estampage à chaud, ainsi que le micro moulage par injection.

Le quatrième et le cinquième chapitre sont consacrés à la modélisation analytique de la mise en forme par hot embossing. Deux approches qui reposent sur des modèles simples font intervenir la rhéologie des écoulements ou bien la mécanique de contact. Pour cela deux approches simples visant à montrer le rôle de chaque paramètre procédé/matériau dans la mise en forme par estampage à chaud ont été développées :

- une approche rhéologique du procédé qui repose sur des modèles simplifiés de l'estampage négatif afin d'aboutir à des constatations théoriques. Il a pu être décrit l'écoulement de compression à chaud entre disques parallèles et coaxiaux sans cavité, avant de prendre en compte la présence de cavités de forme

cylindrique sur cet écoulement. Ce modèle décrit les mécanismes qui prédominent dans le procédé de compression à chaud ainsi que dans le remplissage des cavités. Le but de ce modèle est de présenter les résultats en terme d'évolution de dimensions du disque polymère et d'apporter une approche prédictive au temps de remplissage afin de pouvoir montrer l'influence de différents paramètres sur le remplissage de cavités de forme cylindrique. Il a été également pu être abordé l'extension du modèle rhéologique à d'autre forme géométrique de cavités.

- une approche mécanique fondée sur la mécanique de contact à plusieurs variables internes favorisant la qualification de l'évolution des déformées de surface en fonction des paramètres descriptifs du procédé ou des matériaux utilisés. L'établissement d'un modèle analytique décrivant l'estampage positif de forme simple a été élaboré. L'indenteur retenu est un cylindre base plane pour illustrer les déformées associées à la mise en forme.

L'objectif, est à l'aide de modèles physiques et mécaniques relativement simples, de représenter les évolutions géométriques d'échantillons comprimés entre plateaux rigides parallèles, ou encore d'analyser le remplissage de cavités de géométries simples. La théorie de l'écoulement est utilisée, avec des relations de comportements viscoélastiques ou viscoplastiques, permettant ainsi de déterminer les cinétiques d'évolution des formes, la capacité de remplissage des cavités, et d'avoir accès à la géométrie des motifs qu'il est possible de réaliser par hot embossing. Une comparaison entre l'approche « écoulement » et l'approche « contraintes-mécanique de contact » est proposée, avec pour objectif de révéler l'influence de la contrainte normale ainsi que celle du module élastique des matériaux considérés.

Le sixième chapitre a pour but de présenter la modélisation numérique du procédé de mise en forme par estampage. Dans une première partie, il est présenté des modélisations d'essais de traction afin d'identifier le comportement le plus adapté sans tenir compte de l'approche thermique. Une validation expérimentale de la simulation numérique est proposée. En complément, l'analyse thermique a été introduite dans le comportement du matériau pour étudier l'influence de la

température sur les résultats obtenus. Dans un second temps, une modélisation du problème d'estampage sans cavité avec des conditions initiales et aux limites a été illustrée. Ensuite, des exemples divers tenant compte de la présence de cavités de formes différentes développées au chapitre IV et V ont été étudiés. L'influence de la mobilité des plateaux de consistance rigide sur le remplissage des cavités a représenté une variable complémentaire. Il a été constaté qu'il n'y a pas d'influence liée à la mobilité sur le temps de remplissage mais une influence en terme de contraintes imposées pour déformer une plaque de polymère dans le procédé de mise en forme retenu.

Le chapitre 6 est une ouverture dans le domaine de la simulation numérique par la méthode des éléments finis, pour décrire les procédés d'estampage à chaud des polymères. Un logiciel commercial est utilisé, pour rendre compte de façon précise tant des grandes déformations résultant des procédés envisagés, que des contraintes et efforts générés par la compression à chaud, ou encore des capacités de remplissage d'empreintes.

Le septième chapitre est consacré à la présentation d'une approche fondée sur une comparaison entre deux procédés de mise en forme (hot embossing et micro moulage par injection) pour la fabrication de microcomposants dans le but d'obtenir des produits présentant une bonne résolution spatiale et verticale. Dans un premier temps, des essais de réplique de motifs de taille et forme géométrique finie ont été réalisés. Ces essais permettant de qualifier l'influence du facteur d'échelle sur la qualité des résultats. Différents paramètres expérimentaux associés à la forme des empreintes, aux paramètres procédés vont permettre via les caractéristiques physiques et mécaniques des matériaux testés de mieux appréhender le remplissage de microcavités parfaitement calibrées grâce aux potentialités de la microscopie mécanique à balayage (MMB) et aux données surfaciques et volumiques extraites des données expérimentales de cette technologie spécifique.

Les conclusions ainsi que les perspectives de ce travail seront présentées en fin de ce mémoire.

CHAPITRE 1 : MISE EN FORME PAR REPLICATION : MICROMOULAGE PAR INJECTION ET ESTAMPAGE A CHAUD

I.1 INTRODUCTION

Ces dernières années, parmi les nombreux procédés de mise en forme des polymères thermoplastiques, le moulage de polymère par injection s'est imposé comme un procédé intéressant pour la fabrication de composants de taille réduite. Les applications potentielles incluent entre autre les systèmes optiques, la microfluidique, les bio-puces, les composants micro-mécaniques. Lors du moulage par injection, la topographie de surface du moule est reproduite sur le support en polymère lors du remplissage de l'empreinte. Ce procédé s'est avéré une technique privilégiée pour la fabrication des pièces de très petites dimensions en matériau polymère moulé dont les dimensions sont de l'ordre de la fraction de millimètre.

La demande croissante associée au procédé de moulage par injection a permis le développement de nouvelles presses d'injection favorisant le moulage des microcomposants avec des volumes à injecter nettement inférieurs à 1cm^3 . Cette nouvelle technique connue sous le nom de micro-moulage par injection permet d'obtenir avec une grande précision des composants de très faible masse.

Le micro moulage par injection est de plus une technique de fabrication en grandes séries pour les pièces en matières plastiques [9,10]. Elle est utilisée dans le milieu industriel pour l'obtention de pièces ayant des géométries complexes [11]. Cette technique nécessite de travailler à des températures où le matériau est à l'état fondu voire pâteux avec une faible viscosité.

Le moulage par injection des polymères thermoplastiques, et plus spécialement le micro moulage par injection, ont été étudiés à partir des années 90. A titre d'exemple, R.H. Chen a employé avec succès la technologie de micro moulage par injection pour réaliser des microstructures en matériaux céramiques [12]. Des études publiées dans la littérature [13-17], ont démontré l'intérêt des matériaux polymères dans les microsystèmes électromécaniques (MEMS), en mettant en avant les points

suivants :

- en premier lieu, les matériaux polymères permettent une gamme de fabrication flexible,
- en second lieu, certains polymères sont non toxiques et de plus compatibles avec les tissus biologiques, et peuvent donc être sélectionnés pour des composants dédiés à des applications biomédicales ciblées.

Les micro-composants polymères peuvent aussi être réalisés par d'autres techniques comme celles de l'estampage à chaud ou hot embossing [11]. Ce procédé de mise en forme [18-20] est un procédé par réplication, couramment employé pour fabriquer des micro-composants en polymère [21,22] généralement de structure amorphe [23, 24] telles que des circuits fluidiques [20,25]. Les premières applications industrielles du procédé sont récentes et se développent rapidement dans de nombreux secteurs industriels tels que le secteur biomédical et ceux associés à la micro-fluidique. La mise en forme par estampage est essentiellement fondée sur la compression à chaud d'une plaque de polymère à l'état élastique caoutchoutique sur une empreinte, en sélectionnant la température imposée au polymère juste au-dessus de sa température de transition vitreuse. Le moule employé pour reproduire le modèle dans le polymère peut être élaboré par divers moyens dont la lithographie galvanoplastie (LIGA), l'usinage mécanique (UGV...) et le micro usinage de silicium.

Un certain nombre de recherches ont été réalisées pour étudier le procédé de l'estampage [26-28]. H. Becker et al. [29] ont démontré que ce procédé, devait permettre la réplication des micro-structures avec un rapport élevé section/hauteur sur une large surface, pour des polymères thermoplastiques tels que le polycarbonate (PC) ou encore le Polyméthylméthacrylate (PMMA). N. Bogdanski et al. [30] ont aussi pu réaliser avec succès par estampage des répliques dans des couches minces de Polyméthylméthacrylate (PMMA) et Polydiméthylsiloxane (PDMS) sur un moule contenant des empreintes de cannelures en forme de V réparties d'une manière concentrique sur une grande surface.

H. Schiff et al. [31] ont réalisé une étude montrant la possibilité d'employer l'estampage et le moulage par injection pour la fabrication des nano-structures de largeur égale à 25 nanomètres.

L'estampage peut donc se retrouver en concurrence avec le procédé de micro-moulage par injection ou bien en complémentarité. La différence majeure entre ces

deux procédés tiennent à la gamme de températures de mise en forme et donc à l'état physique de la matière lors de cette mise en forme. Dans le procédé de l'estampage, la plage de mise en forme est plus large que dans celle du micro moulage par injection. L'estampage présente l'avantage de pouvoir travailler à une température (T_0) voisine de la transition vitreuse ($T_g + \Delta T_g$) jusqu'à $T + \Delta T$. On retiendra que pour un polymère amorphe $T = T_{II}$; température liquide-liquide et que pour un polymère semi cristallin $T = T_f$; température de fusion. Avec ces mêmes notations, pour le micro moulage par injection, la température d'injection est égale ou supérieure à $T + \Delta T$.

Par ailleurs, le moulage par injection utilise directement la matière première (granulés), qui est transformée à l'état fondu, alors que l'estampage nécessite généralement de sélectionner un semi-produit (plaque de polymère) bien qu'il puisse être aussi conduit sur des polymères sous forme de granulés ou de poudres à l'état caoutchoutique.

L'injection demande des outillages beaucoup plus coûteux en raison des pressions auxquelles le moule doit résister. L'estampage permet quant à lui de travailler dans des conditions de températures et de pressions nettement inférieures à celles de l'injection, et ainsi de diminuer les coûts d'outillages et de fonctionnement. Cependant, en estampage, les cadences de production sont faibles.

Ce chapitre est donc consacré à la présentation de l'ensemble des procédés de micro-répliques (micro-moulage par injection ou estampage) utilisés durant ces travaux de thèse. Il s'agit de donner une description générale des deux procédés en soulignant les principaux polymères généralement utilisés dans ces procédés. Les différentes étapes associées à chacun des procédés seront détaillées, ainsi que les avantages et inconvénients liés aux différents paramètres influençant les procédés de mise en forme.

I.2. MISE EN FORME DES MATERIAUX THERMOPLASTIQUES

I.2.1. PLAGE DE MISE EN CONFORMITE

Le tableau I-1 regroupe les données de base associées à la mise en forme des principaux matériaux couramment utilisés en estampage, tout en précisant leur plage de mise en conformité et leurs températures caractéristiques (température de transition vitreuse T_g , ou leur température de fusion T_f).

Polymère	Abréviation	Type	T _g [°C]	T _f [°C]	Plage de mise en conformité
Poly (méthylméthacrylate)	PMMA	Amorphe	100	-	150-190
Polypropylène	PP	Semi cristallin	5	165	150-165
Polycarbonate	PC	Amorphe	150	-	170-200
Polyoxyméthylène	POM	Semi cristallin	-65	190	
Poly(acryl butadiène styrène)	ABS	Amorphe	90-120	-	130-180
Cyclooléfine copolymère	COC	Amorphe	110-150	-	230-280

TABLEAU I.1 : Grandeurs associées aux polymères couramment sélectionnés en estampage.

I.2.2. PROPRIETES MECANQUES

Plusieurs types d'analyses permettent de déterminer les températures caractéristiques (T_g, T_f, T_{li}), les températures de décomposition thermique, mais aussi les propriétés viscoélastiques. L'évolution des propriétés physiques et mécaniques des polymères thermoplastiques avec la température se traduit, d'une part par une diminution du module d'Young (module élastique qui traduit leur capacité à la déformation réversible) et d'autre par à une décroissance de leur viscosité (qui règle leur déformation irréversible), comme il est relaté dans la littérature [32]. La figure I.1 représente l'évolution du module d'élasticité d'un polymère tel que le PMMA en fonction de la température à laquelle est portée ce matériau.

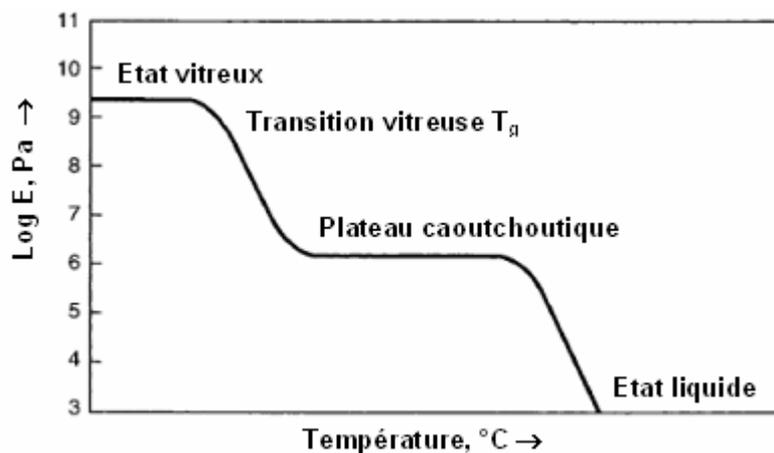


FIGURE I.1: Variation du module d'Young d'un polymère en fonction de la température [32].

Trois états typiques peuvent être classiquement observés :

- à basse température, le polymère a un comportement élastique, rigide, et parfois fragile, avec un module d'Young de l'ordre de 1000 MPa ;
- au dessus de la température de transition vitreuse T_g , le matériau devient viscoélastique puis caoutchoutique avec un module de l'ordre de quelques dizaines de MPa, le matériau pouvant subir des allongements hyperélastiques considérables ;
- à des températures encore plus élevées, l'agitation thermique est telle que la diffusion des chaînes devient très aisée. Le comportement est alors celui d'un fluide viscoplastique ou viscoélastique.

La température de transition vitreuse T_g est la température qui caractérise la transition entre l'état élastique ($T < T_g$) et un état caoutchoutique où le polymère possède une plasticité suffisante pour être déformé de manière irréversible ($T > T_g$). La détermination d'une température de transition vitreuse pour un matériau polymère est importante puisqu'elle permet de définir le domaine des températures d'utilisation et de mise en forme. La connaissance de T_g est donc essentielle avant de planifier tout essai d'estampage. Une déformation à T_g présente l'inconvénient d'exiger des contraintes assez élevées (valeur de E encore assez forte) et donc de figer par refroidissement un matériau non relaxé.

I.2.3. COMPORTEMENT RHEOLOGIQUE

Les polymères fondus sont des fluides non-newtoniens, qui ont un comportement pseudoplastique ou rhéofluidifiant [33] décrit sur la figure I.2. A partir d'un certain seuil de taux de cisaillement $\dot{\gamma}$, dit critique $\dot{\gamma}_c$, la contrainte de cisaillement τ augmente moins vite que le taux de cisaillement, et la viscosité diminue lorsque $\dot{\gamma}$ est croissant. En dessous de la valeur de vitesse critique, les polymères fondus présentent un « plateau newtonien » à bas taux de cisaillement, c'est-à-dire que la

viscosité reste constante $\eta = \tau / \dot{\gamma}$. Ainsi plusieurs lois ont été proposées pour représenter la variation de viscosité η (Pa.s) en fonction du taux de cisaillement $\dot{\gamma}$ (s^{-1}). Bien qu'il existe un grand nombre de lois proposées dans la littérature [34,35], nous avons choisi d'utiliser la loi de puissance établie en 1923 par Ostwald et De Waele [36] :

$$\eta = k \left| \dot{\gamma} \right|^{n-1} \quad (1.1)$$

où k ($Pa.s^n$) est la consistance et n l'indice de pseudo plasticité (0 pour un matériau rigide plastique et 1 pour un fluide newtonien, $0 \leq n \leq 1$).

Les paramètres rhéologiques des polymères en phase fondue sont le plus souvent mesurés à l'aide d'un rhéomètre capillaire.

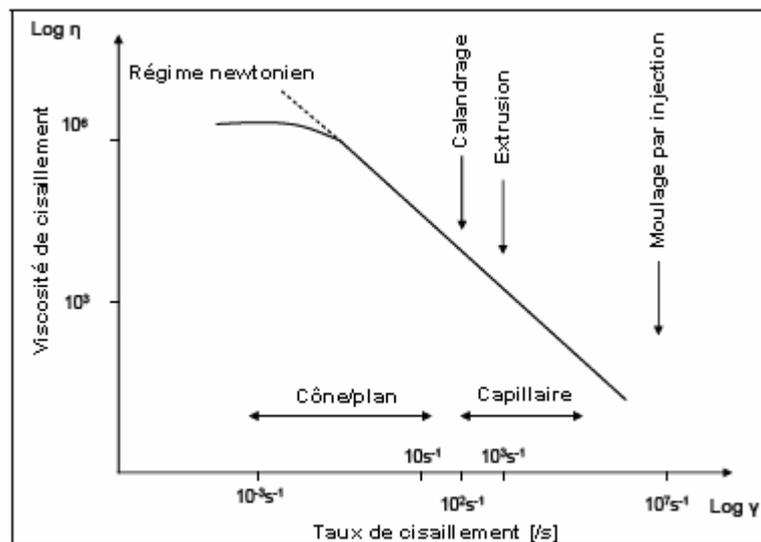


FIGURE I.2 : Variation de la viscosité de cisaillement en fonction du taux de cisaillement des polymères rhéofluidifiants [78].

I.3. LES PROCÉDES DE MICRO-REPLICATION

I.3.1. LE PROCÉDE DE MICRO-MOULAGE PAR INJECTION

Le micro-moulage par injection présente des exigences beaucoup plus élevées vis-à-vis de la précision dans des empreintes de moule que celles associées au moulage

par injection traditionnel. Typiquement, un polymère thermoplastique est fondu et injecté sous pression dans une cavité de moule. Le moule est rapidement refroidi au-dessous de la T_g du polymère, ouvert et le dispositif ainsi élaboré est éjecté.

Une presse à injecter comprend une unité de fermeture et une unité de plastification (cf.fig.1.3), sur laquelle est fixée une partie du moule. Dans le cas des polymères thermoplastiques, le moule est réglé en température afin de figer le plus rapidement possible la matière injectée. Le cycle d'injection est un processus discontinu.

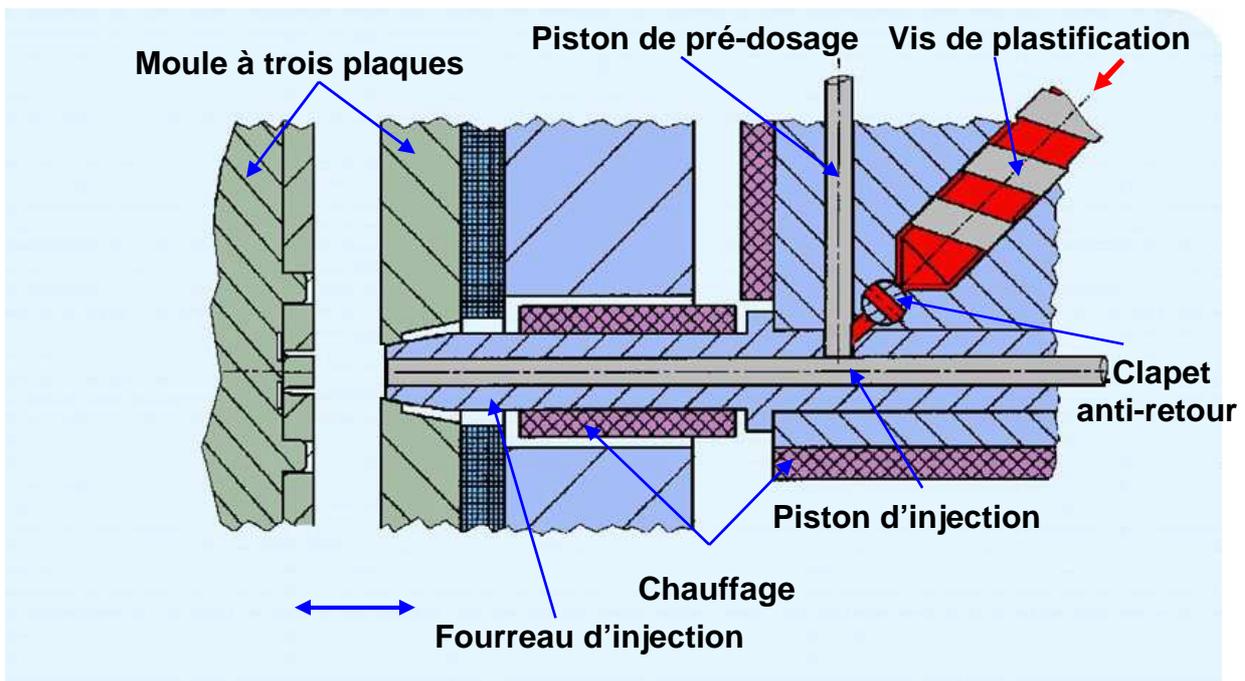


FIGURE 1.3 : Schéma descriptif de l'unité d'injection de la presse Battenfeld Microsystem 50[®] [37].

L'étape d'injection permet de réaliser la forme désirée par réplique de l'empreinte du moule. Un cycle de moulage se décompose en plusieurs étapes dont la description est donnée dans de nombreuses références [38-40] et rappelées dans le paragraphe suivant, pour le cas du micro-moulage.

1.3.1.1. Cycles du micro-moulage par injection

Le cycle de micro-moulage par injection d'un polymère se décompose en six étapes : chauffage, dosage, injection, maintien, refroidissement et démoulage.

1. la matière plastique est tout d'abord introduite dans une trémie qui alimente une vis sans fin logée dans un fourreau chauffé. Elle y est comprimée, malaxée et chauffée pour obtenir une pâte fondante et homogène sans bulle lors de la rotation de la vis. Contrairement au procédé classique du moulage par injection, l'alimentation peut se faire à moule fermé ou à moule ouvert.
2. la matière fondue est ensuite expulsée dans un réservoir cylindrique sous pression grâce à la rotation de la vis d'injection. La pression générée par la matière sur la vis est opposée à une contre-pression exercée par le moteur, ceci évite ainsi de stocker des gaz ou des espaces vides en plus de la matière. Il s'agit de la phase de dosage (cf.fig.I.4).

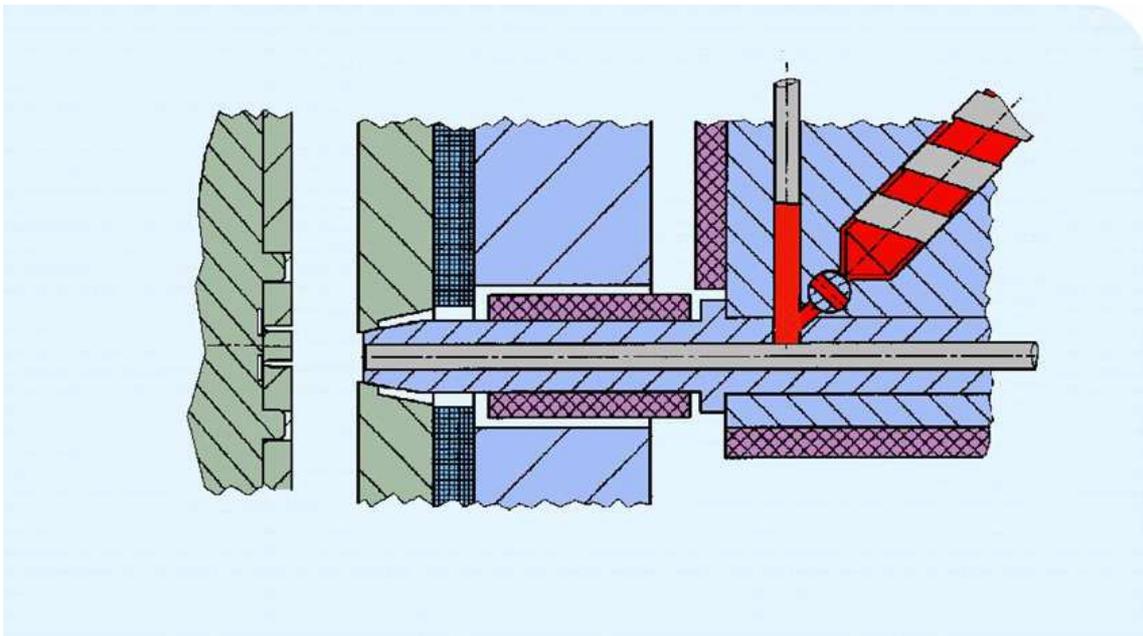


FIGURE I.4 : Schéma descriptif de la phase dosage sur la presse Battenfeld Microsystem 50[®].

3. lorsque le dosage est effectué, le piston recule jusqu'à l'ouverture d'un orifice (cf.fig.I.5) permettant l'expulsion de la matière fondue sous pression, qui se retrouve dans l'axe d'injection. La matière fondue peut donc être injectée dans l'empreinte du moule grâce à un mouvement de translation du piston de l'arrière vers l'avant (cf.fig.I.6).

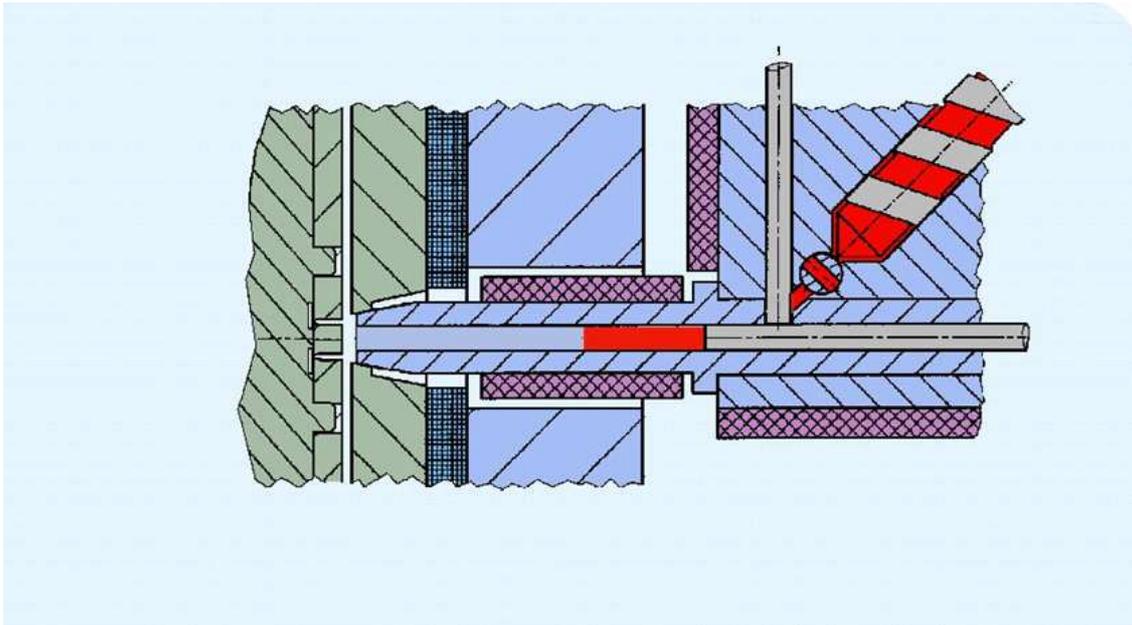


FIGURE I.5 : Schéma descriptif de la phase d'injection du polymère sur la presse Battenfeld Microsystem 50[®].

4. une pression de maintien est exercée pendant un bref instant afin d'assurer le compactage de la pièce (cf.fig.I.6). Cette étape assure une bonne reproductibilité dans la fabrication des pièces injectées. Elle présuppose également la nécessité de doser un volume de matière fondue légèrement supérieur au volume de l'empreinte du moule.

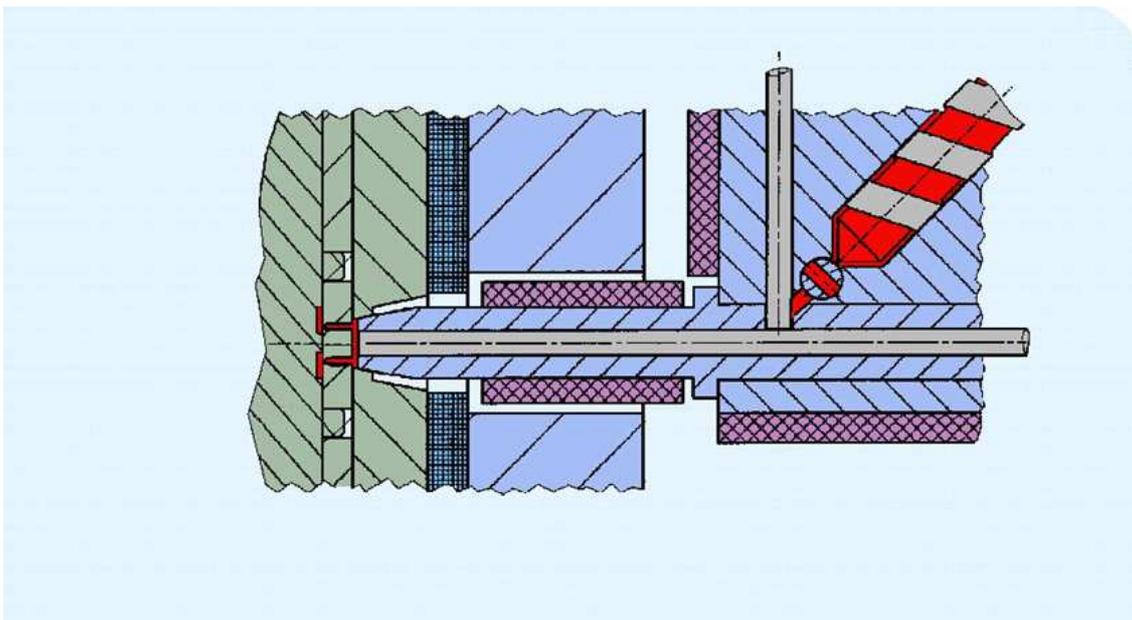


FIGURE I.6 : Schéma descriptif de la fin de la phase d'injection du polymère sur la presse Battenfeld Microsystem 50[®].

- la pièce se solidifie dans le moule avant d'être démoulée et éjectée (cf.fig.I.7). Dans le même temps les deux premières phases du cycle sont achevées.

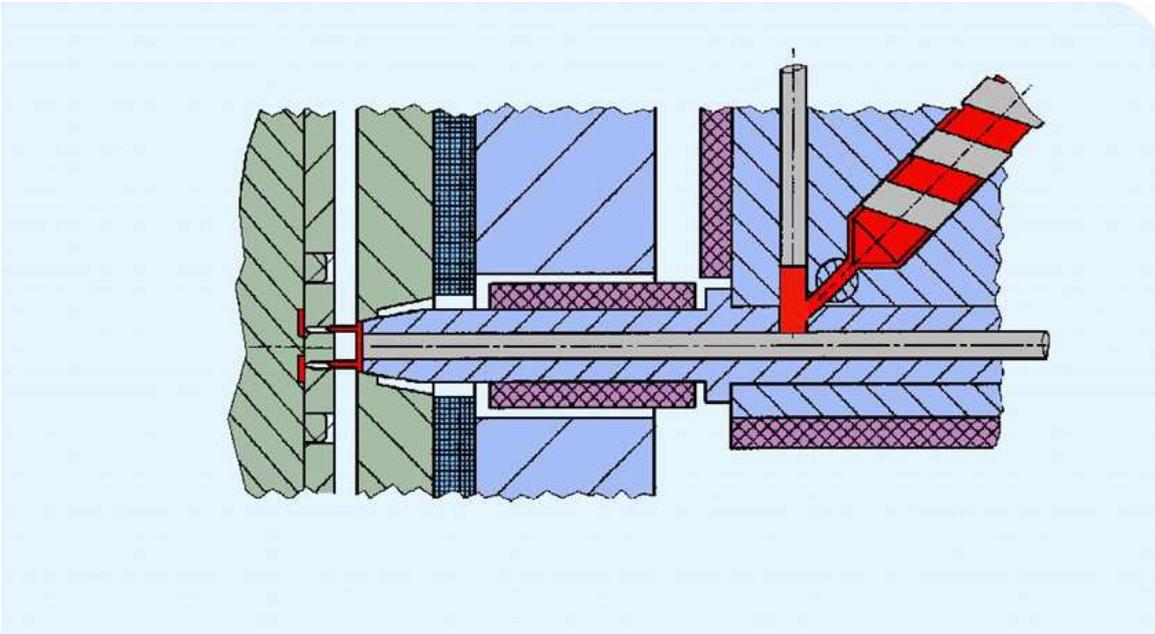


FIGURE I.7 : Schéma descriptif de début de la phase de démoulage sur la presse Battenfeld Microsystem 50[®].

- une fois le composant figé dans sa forme, et après que l'unité d'injection soit repositionnée, le moule s'ouvre et les éjecteurs poussent le composant hors du moule (cf.fig.I.8).

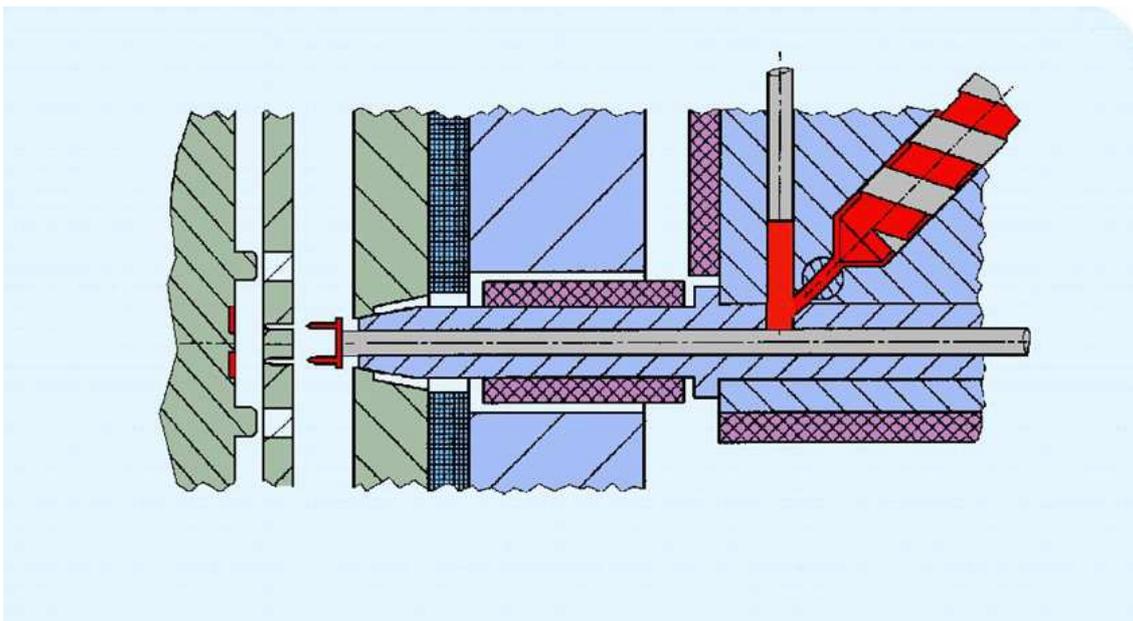


FIGURE I.8 : Schéma descriptif de la phase de démoulage du micro-composant sur la presse Battenfeld Microsystem 50[®].

Après nettoyage du moule si nécessaire, un cycle peut de nouveau démarrer. Pour gagner du temps, le dosage peut s'effectuer lors du recul de l'unité d'injection ou pendant l'ouverture du moule et l'éjection.

1.3.1.2. Les paramètres influents en micro-moulage par injection

De nombreux paramètres peuvent influencer la qualité finale des micro-composants obtenus par micro-moulage par injection. A ce titre on peut citer ceux associés :

- aux matériaux : viscosité, températures de transformation, ;
- aux moules : nature, géométrie, propriétés physiques et thermomécaniques, états de surface et température;
- aux paramètres d'injection : vitesse et pression d'injection, dosage, temps de maintien, température du moule... .

Récemment, B. Sha et al. [41] ont étudié les effets de quatre facteurs dans le procédé de micro-moulage par injection (la température du moule, la vitesse d'injection, la pression, le vide ...) et sur la qualité finale des micro-composants dans différents polymères. Ils ont montrés que la température d'injection du polymère et la vitesse d'injection sont les facteurs principaux qui affectent la qualité des micro-dispositifs en polypropylène (PP) et Poly(acrylonitrile-butadiène-styrène) (ABS). Dans le cas de Polyoxyméthylène (POM), la température du moule, la température d'injection du polymère et la vitesse d'injection sont les facteurs les plus importants pour améliorer les possibilités de réaliser par réplication des micro-composants par micro-moulage par injection. Ils ont observé aussi que l'utilisation d'un vide primaire peut améliorer la qualité de la réplique obtenue et qu'à contrario une augmentation de la pression pouvait améliorer le remplissage.

Une autre étude réalisée par la société Battenfeld® [42] montre la forte influence du dosage et/ou du temps de maintien sur les caractéristiques physiques de la pièce en terme de remplissage et de qualité finale des micro-composants de type micro-engrenage.

1.3.1.3. Les avantages et inconvénients du procédé de micro-moulage par injection

L'ensemble des spécificités techniques du procédé de micro-moulage par injection lui confère des avantages liés au fait que :

- des formes 3D de pièces complexes et spécifiques peuvent être réalisées,
- les épaisseurs de ces pièces peuvent être faibles ou très élevées,
- le procédé est largement automatisable avec une cadence de fabrication relativement élevée, mais dépendant des cycles thermiques,
- la capacité de traiter une vaste gamme de matériaux est indéniable,
- les pertes minimales attribuables aux déchets représentent un facteur important.

Ces avantages sont contrebalancés par les considérations suivantes :

- il existe des risques de plis, de bulles d'air, de manque de matière dans les pièces élaborées,
- le fort investissement initial (certains moules valent des millions d'euros) et les coûts d'utilisation élevés (les moules et outillages nécessitent une maintenance importante).

I.3.2. ESTAMPAGE A CHAUD

On distingue généralement deux modes principaux d'écoulement pendant la mise en forme par estampage à chaud (cf.fig.I.9) suivant que le procédé se découle à volume constant (a) ou à pression constante (b).

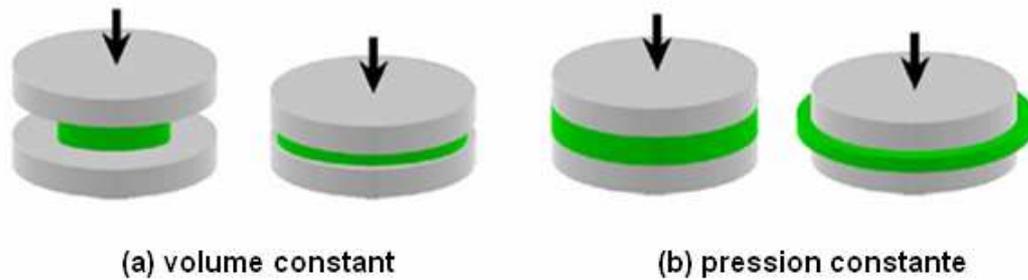


FIGURE I.9 : Représentation schématique de la compression à chaud : (a) à volume constant (b) à pression constante

En pratique, le procédé de l'estampage à chaud peut donc être réalisé de deux manières différentes, dont il résulte des complexités différentes selon l'application. Il peut s'agir du simple remplissage de cavités de forme différente (cavités de forme cylindrique par exemple) dit formage négatif ou bien reproduction par enfonçage d'une forme présente sur la surface d'un moule en relief, dite formage positif (un plot cylindrique par exemple). Nous nous intéressons dans nos travaux à l'étude de ces deux types de mise en forme par réplcation en hot embossing. La figure I.10 illustre une représentation schématique des deux configurations possibles :

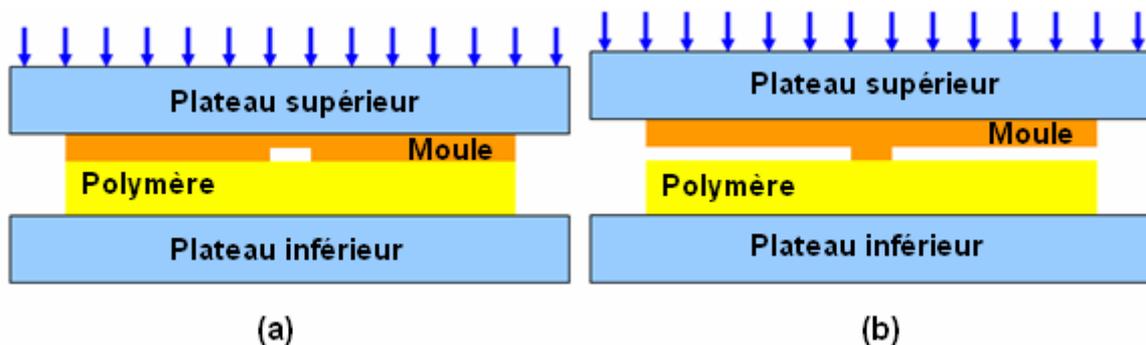


FIGURE I.10 : Représentation schématique de deux configurations de mise en forme possible par estampage à chaud : formage négatif (a), formage positif (b).

Dans le procédé de l'estampage, la fabrication du moule et des empreintes est l'étape la plus cruciale, car la qualité des répliques dépend directement de la qualité du moule et des empreintes associées. Tous les états topographiques extérieurs seront en effet reproduits dans le substrat [43]. Pendant la mise en forme, la répartition de la matière thermoplastique dans le moule peut se faire suivant trois modes possibles (voir figure I.11) :

- le moulage incomplet : le polymère ne remplit pas complètement les empreintes du moule,
- le moulage optimal : le polymère remplit parfaitement les cavités du moule sans rejeter de surplus par les cotés,
- le moulage avec trop de matière : l'épaisseur de polymère est trop grande ou le moule appuie trop sur le substrat, le polymère est alors repoussé sur les cotés de celui-ci, créant ainsi des bavures.

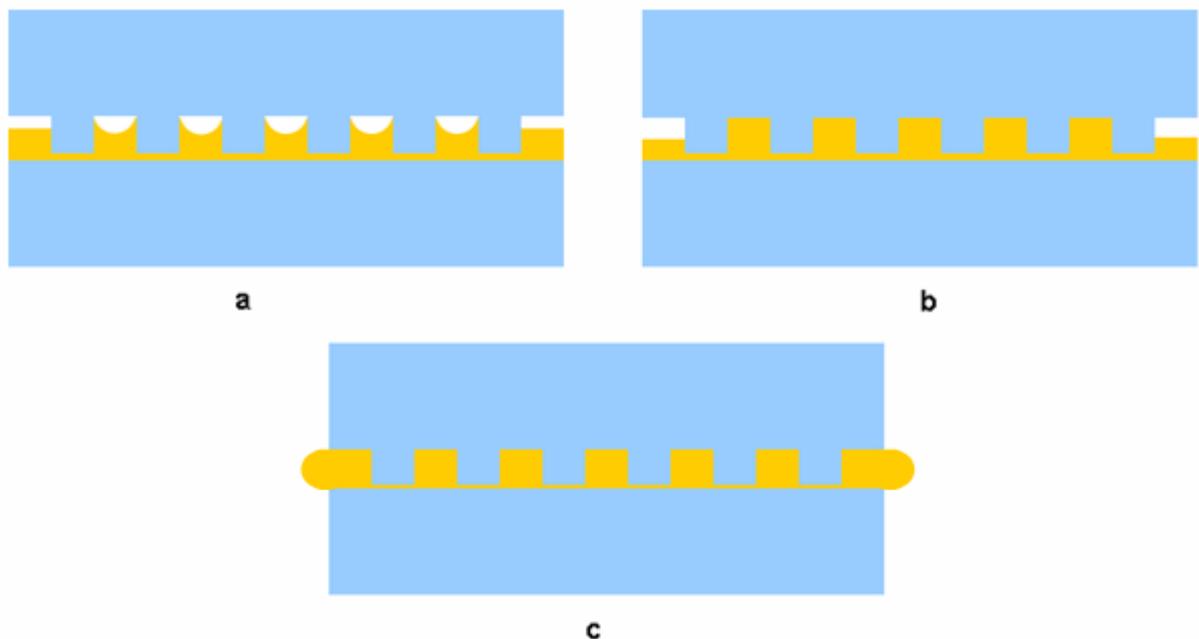


FIGURE I.11: Moulage incomplet (a), moulage optimal (b), moulage avec trop de matière (c).

1.3.2.1. Description du procédé

Les principales étapes du procédé de l'estampage à chaud consistent au rapprochement des deux plateaux de la presse pour réaliser la forme de l'empreinte choisie. Le procédé de l'estampage à chaud peut être résumé en quatre étapes après mise en place du substrat polymère (cf.fig.I.12) :

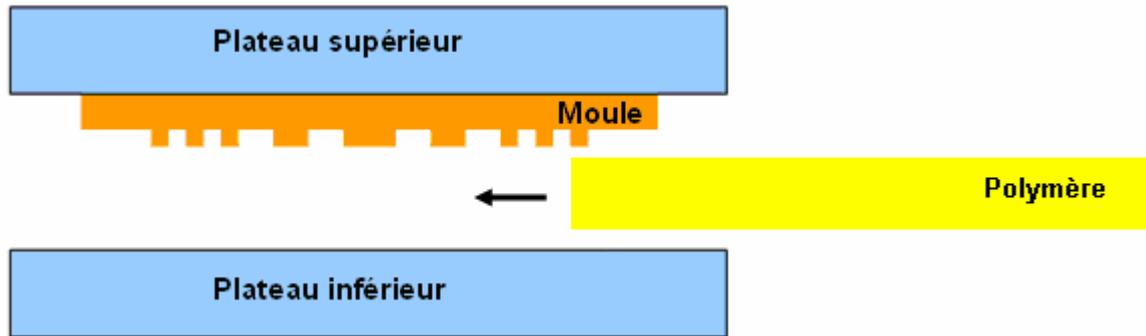


FIGURE I.12 : Schéma descriptif de la mise en place du substrat polymère avant la mise en forme de celui-ci par estampage à chaud.

PREMIERE ETAPE :

Au début, les deux plateaux et le polymère sont froids. Une pré-compression permet de mettre l'ensemble en contact (cf.fig.I.13a). Le chauffage permet de porter l'ensemble (moule-polymère) à une température de mise en forme (T_{mf}) supérieure à la température de transition vitreuse (T_g) du polymère. Le polymère est alors plastifié (cf.fig.I.13b).

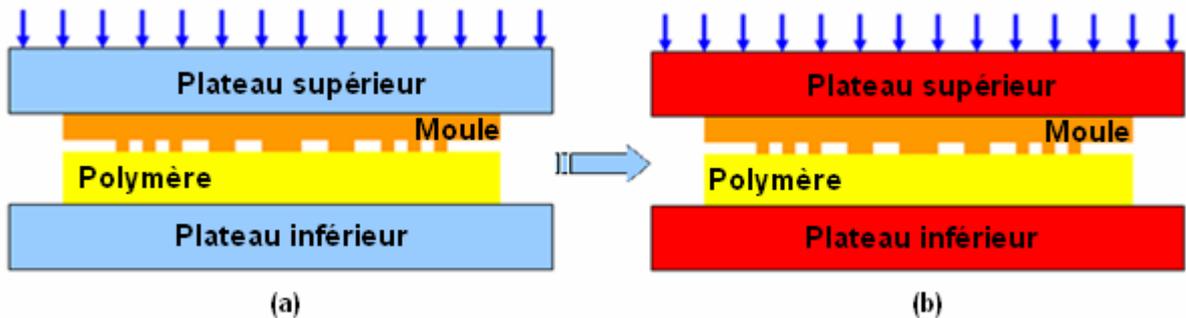


FIGURE I.13 : Schéma descriptif des deux étapes contact (a) et chauffage (b) pendant la réplique de forme par estampage à chaud.

DEUXIEME ETAPE :

La deuxième étape consiste à appliquer une pression (P_{mf}) nécessaire pour la mise en forme du polymère durant un temps déterminé (t_{mf}). Lors de la compression, le polymère rendu thermiquement déformable migre vers les creux ou se conforme aux bosses et prend donc une nouvelle forme en conformité avec la topographie de la surface du moule (cf.fig.I.14).

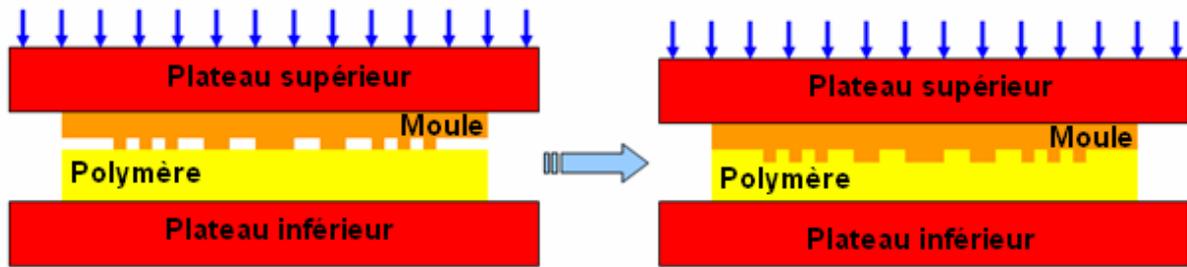


FIGURE I.14 : Schéma descriptif des deux étapes chauffage et formage pendant la réplique de forme par estampage à chaud.

TROISIEME ETAPE :

L'ensemble moule/polymère est maintenu en contact sous pression pendant le refroidissement jusqu'à une température $T_{\text{dém.}}$ inférieure à T_g pour permettre au polymère de se figer et de conserver sa nouvelle forme (cf.fig.I.15).

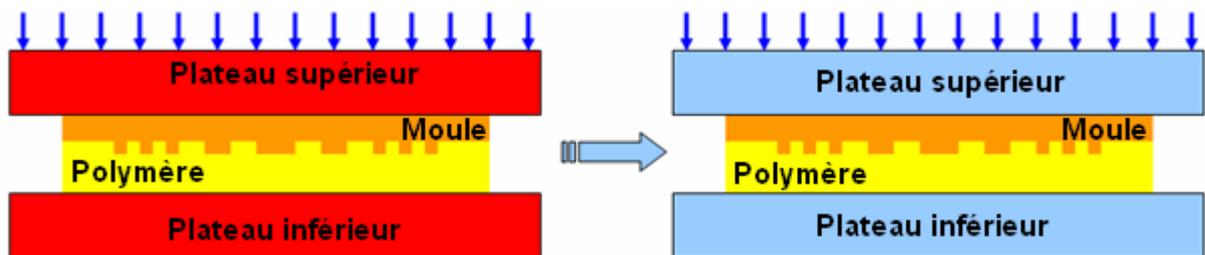


FIGURE I.15 : Schéma descriptif des deux étapes formage et refroidissement pendant la réplique de forme par estampage à chaud.

QUATRIEME ETAPE :

Après refroidissement jusqu'à la température de démoulage $T_{\text{dém.}} < T_g$ le moule et le polymère sont ensuite séparés laissant sur la plaque de polymère, la forme imposée par la compression à chaud (cf.fig.I.16).

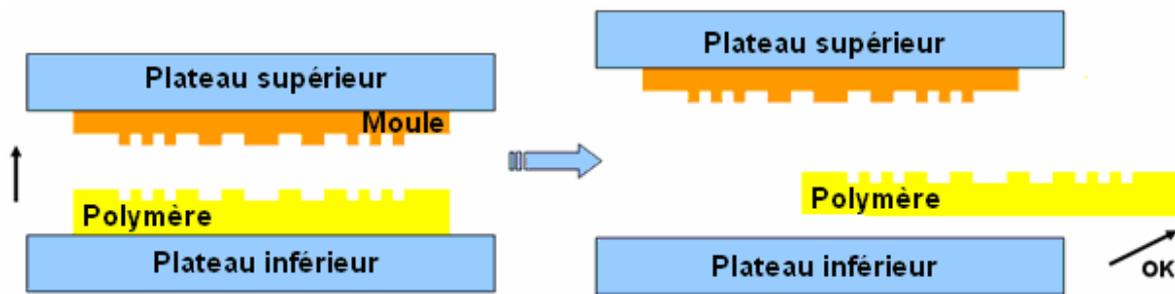


FIGURE I.16 : Schéma descriptif des deux étapes démoulage durant le procédé de estampage à chaud.

Le diagramme température / temps de la figure I.17 illustre le cycle de transformation en différentes phases. Il représente l'évolution théorique de la température du substrat et de la pression appliquée au cours du temps lors d'un cycle complet de mise en forme d'un essai d'estampage : chauffage, compression, maintien en position et démoulage. Il faut noter que la pression et la température de consigne sont assez similaires à celles présentées sur la figure I.17.

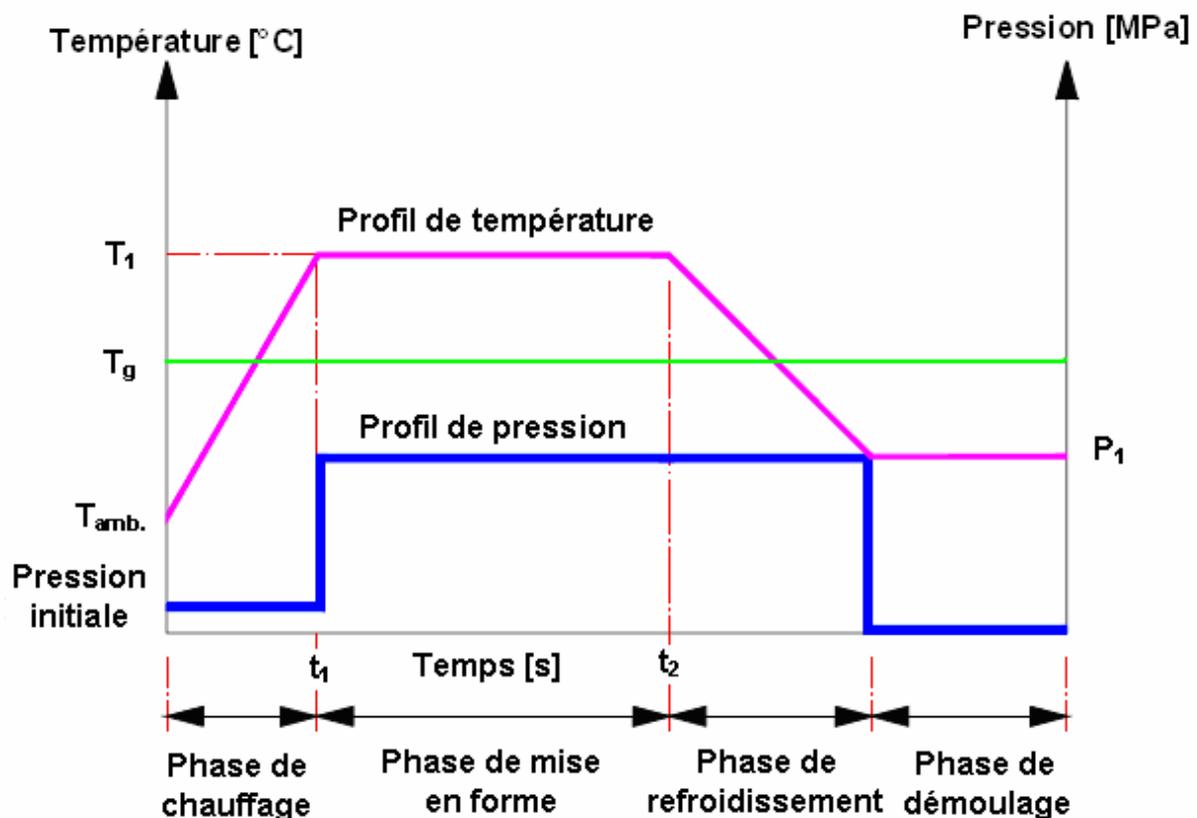


FIGURE I.17 : Représentation schématique de l'évolution couple pression / température dans le procédé d'estampage à chaud [44].

1.3.2.2. Les paramètres influents en estampage à chaud

De nombreux paramètres peuvent contrôler la qualité finale des répliques obtenues par estampage à chaud, qu'ils soient technologiques ou liés à la nature du matériau mis en forme :

- les propriétés du matériau utilisé,
- la température et le temps de chauffage,
- le temps de maintien en position,
- la vitesse de refroidissement,
- la pression appliquée,
- le moule : nature, géométrie, propriétés thermiques et tribologiques des plaques assurant la compression.

Le premier paramètre est intrinsèque à la matière choisie, et les autres sont liés aux conditions de mise en œuvre du procédé. Celles-ci vont avoir une influence sur le remplissage des cavités et l'état de surface des composants polymères.

Par exemple, si le temps ou la température de chauffage sont insuffisants, la plastification est incomplète, ce qui entraîne des difficultés pour le remplissage final des cavités. Par contre, si le temps ou la température de chauffage sont excessifs, la matière se dégrade et les pièces finales deviennent fragiles.

Le refroidissement de la pièce se réalise en général uniquement par l'extérieur, ce qui engendre un refroidissement dissymétrique dans l'épaisseur de la pièce. La vitesse de refroidissement influe donc sur la structure et les propriétés du composant final. Par exemple, si le refroidissement est rapide, la rigidité finale du matériau diminue mais sa dureté augmente. Si le refroidissement est plus lent, la rigidité augmente mais la résistance aux chocs diminue. Les échanges thermiques sont donc un paramètre important à contrôler et à maîtriser.

L'application d'une pression suffisante durant la mise en forme par estampage à chaud et l'utilisation du vide permet d'évacuer physiquement les bulles du polymère fondu et ainsi de réduire le temps de chauffe, et donc d'améliorer les propriétés mécaniques (en diminuant la dégradation thermique).

1.3.2.3. Les avantages et inconvénients

Les nombreux avantages liés à l'utilisation du procédé de l'estampage à chaud découlent du fait que les pièces peuvent être soumises à une large gamme de températures, allant des températures voisines de la transition vitreuse jusqu'à des températures élevées.

De plus, l'avantage du procédé de l'estampage à chaud est la taille des composants à reproduire qui peuvent être nanométrique [45-47].

Les pressions les plus basses tiennent compte des moules moins durables, où des polymères ont même été employés pour la réplique de centaines de dispositifs sans dégradation, on parle alors de « nanoimprint » [48].

Les autres avantages de l'estampage sont les suivants : les pièces ont une épaisseur uniforme qui peut être changée sans modifier le moule. De plus, des détails de surface peuvent également être reproduits de façon fiable.

En contre partie, il faut signaler les coûts élevés liés aux déchets et les cycles relativement lents par comparaison avec le procédé de micro-moulage par injection [49].

I.4. CONCLUSION

Cette revue bibliographique descriptive présente deux techniques de mise en forme dédiées à la réalisation de micro-composants en matériau polymère : le micro-moulage par injection et l'estampage à chaud.

Cette présentation générale et assez succincte des deux procédés a permis de révéler les différents paramètres influençant la qualité des répliques, favorisant ainsi une compréhension des procédés ainsi que des phénomènes physiques, rhéologiques, tribologiques associés au remplissage des micro-cavités.

Pour faire la part des choses entre les différents phénomènes évoqués, et pour

mieux comprendre la déformation d'une plaque de polymère au cours des procédés d'estampage, nous proposons donc de développer les analyses suivantes dans les travaux de thèse :

1. Caractérisation rhéologique et viscoélastique des matériaux polymères sélectionnés dans le but d'identifier les paramètres de la loi de comportement pour différents polymères amorphes. Dans ce cadre, une étude rhéologique – viscoélastique est proposée afin de permettre d'étudier et d'appréhender les comportements rhéologiques dans la plage de mise en forme (cf. chapitres II et III),
2. Analyse et modélisation du procédé d'estampage à chaud fondée sur le comportement rhéologique des polymères thermoplastiques (cf. chapitre IV), ainsi que sur la mécanique de contact de façon analytique (cf. chapitre V) ou même en s'appuyant également sur la simulation numérique, afin d'obtenir une meilleure compréhension du procédé d'estampage (cf. chapitre VI).

Pour ce faire il est nécessaire de choisir des lois de comportement appropriées à ces matériaux et d'identifier expérimentalement les paramètres pertinents intervenant dans le comportement mécanique des polymères thermoplastiques. Ces modèles sont capables de rendre compte des divers aspects liés au remplissage des cavités de différentes formes.

Les différentes techniques expérimentales qui ont permis de mener cette étude ainsi que les matériaux qui ont fait l'objet du travail relaté, sont décrits dans les chapitres II et III.

CHAPITRE 2 : PROPRIETES VISCOELASTIQUES DES POLYMERES AMORPHES UTILISES EN ESTAMPAGE A CHAUD

II.1. INTRODUCTION

Ce chapitre est consacré à l'étude expérimentale du comportement mécanique macroscopique des matériaux polymères de structure amorphe retenus pour nos travaux. L'objectif est de présenter les différents matériaux utilisés et d'appréhender leur comportement rhéologique entre la température ambiante et une température légèrement supérieure à la température de transition vitreuse (T_g), et ce par analyse de leurs propriétés viscoélastiques linéaires (petites déformations), fournissant ainsi des données utiles pour les développements ultérieurs. Deux types d'essais ont été mis en œuvre :

- des essais quasi-statiques de traction uniaxiale à basse température ($T < T_g$), pour mettre en évidence les phénomènes viscoélastiques caractéristiques des matériaux testés,
- des essais dynamiques classiques sous sollicitations périodiques sinusoïdales pour déterminer le module d'Young complexe. Il s'agit d'essais à basses fréquences (7.8Hz) en traction/compression pour différentes températures comprises entre la température ambiante et une température supérieure à la température de transition vitreuse des polymères considérés.

II.2. RAPPELS SUCCINCTS CONCERNANT LE COMPORTEMENT MECANIQUE DES POLYMERES AMORPHES

II.2.1. TRACTION UNIAXIALE

Le comportement correspondant aux tests en déformation axiale concerne la déformation du matériau dans son état vitreux, c'est-à-dire à une température

inférieure à sa température de transition vitreuse (T_g). La réponse du matériau est examinée sur des temps courts comparables à la durée de la sollicitation (typiquement $0s < t < xs$).

On retiendra comme concepts principaux que le seuil d'écoulement associé aux déformations permanentes σ_y d'un polymère amorphe, pour $T < T_g$, est viscoplastique et donc que le niveau des contraintes dépend de la vitesse de déformation et de la température [50,51]. La limite d'écoulement et la chute du niveau de la contrainte liée à l'instabilité plastique augmentent avec la vitesse de déformation [52,53].

II.2.2. VISCOELASTICITE

La viscoélasticité linéaire traduit le fait que la déformation totale du matériau peut être décrite comme la somme de termes élastiques et visqueux indépendants [54-57]. Le principe de superposition de Boltzmann indique que chaque élément du système contribue indépendamment à la déformation totale, qui s'exprime alors par la somme des déformations de ces éléments placés en série. La déformation se décompose en deux composantes, l'une est en phase (déformation élastique de module E'), l'autre est en retard (déformation visqueuse de module E'') [58-60].

Le module totale E^* s'exprime alors sous la forme :

$E^* = E' + i E''$ où E' est le module conservatif et E'' est le module dissipatif, i est le nombre complexe de norme égale à -1.

On définit également le frottement interne par l'expression $\tan \delta = E''/E'$, appelé « facteur de perte », qui mesure ainsi la perte d'énergie par frottement interne au sein même du matériau.

Expérimentalement, le système présente une réponse viscoélastique linéaire [61,62] si contrainte et déformation ont un comportement sinusoïdal par rapport au temps [63]. Si ces hypothèses sont vérifiées, la variation des modules en fonction de la température permet respectivement d'identifier les comportements de type rigide élastique et élastique caoutchoutique [58,64].

II.3. MATERIAUX DE L'ETUDE

L'ensemble des matériaux amorphes formés de polymères ou de copolymères sont des produits commerciaux fournis par les sociétés Ticona® & Zeon®. Ces matériaux se présentent sous forme de granulés, de dénomination commerciale Topas & Zeonex.

Les principales propriétés physiques, thermiques, mécaniques et de ces polymères sont regroupées dans le tableau II.1.

Leurs propriétés sont comparées à celles d'un matériau pris comme référence dans nos travaux : le polyméthacrylate de méthyle de grade 7N commercialisé par la société Chimidis®. Ce grade correspond à la valeur d'indice de fluidité se rapprochant de la valeur la plus basse de l'ensemble des polymères sélectionnés.

Matériaux	COP 1020R	COP 480	COP E48R	PMMA 7N	COC 5013	COC 6013
Densité	1,01	1,01	1,01	1,2	1,02	1,02
Indice de fluidité (g/10min)	20	20	25	12	48	14
Propriétés thermiques						
Température de transition vitreuse T_g (°C)	102	138	139	110	136	140
Température liquide-liquide T_{ll} (°C)	220	220	220	200	220	220
Conductivité thermique (λ) (W/Mk)	0.2	0.2	0.2	0,17	0.16	0.16
Chaleur spécifique (C_p) (10^3 J/K)	1,49	1.49	1.49	1.5	1.49	1.49
Propriétés mécaniques						
Module d'Young E (MPa)	2200	2500	2200	2400	3200	2900
Contrainte à la rupture (MPa)	53	71	59	75	46	63
Coefficient de Poisson (ν)	0,4	0,4	0,4	0.35	0,4	0,4

TABLEAU II.1 : Propriétés descriptives des différents polymères amorphes étudiés.

II.3.1. CYCLOOLEFINE COPOLYMERE (COC) [65-68]

Le cyclooléfine copolymère souvent abrégé sous la forme COC, est un matériau thermoplastique de structure amorphe composé de deux monomères de base, les

cyclooléfines et les oléfines linéaires comme le montre la figure II.1. Ce polymère est plus connu sous son nom commercial Topas[®] commercialisé par la société Ticona[®]. Les tests réalisés ont été conduits sur les matériaux COC 5013 et COC 6013 d'indice de fluidité bien différenciés (cf.tableau.II.1). L'indice de fluidité des polymères étant pris comme première grandeur comparative qualifiante.

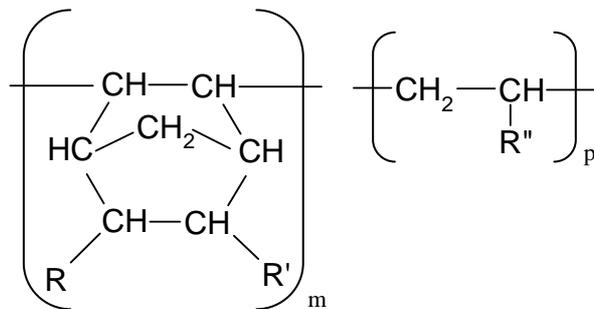


FIGURE II.1 : Représentation schématique de la molécule de Cyclooléfine Copolymère (COC) [69]

Le COC est adapté à tous les procédés standard de transformation s'appliquant aux thermoplastiques, comme le moulage par injection, l'extrusion (film, feuilles et profilés), l'extrusion soufflage et l'injection-soufflage.

II.3.2. CYCLOOLEFINE POLYMERE (COP)

La structure du cyclooléfine polymère (COP) de la société Zeon[®] est représentée sur la figure II.2.

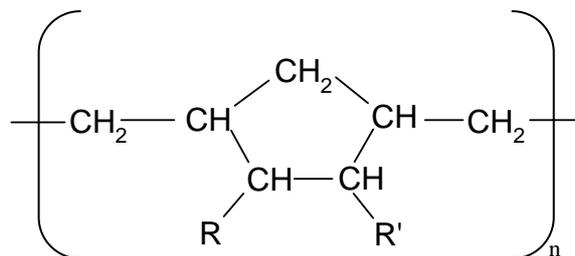


FIGURE II.2 : Représentation schématique de la molécule de Cyclooléfine polymère (COP) [70]

Ce polymère transparent est plus connu sous le nom commercial Zeonex[®], il est composé d'un seul type de monomère de base (cf. figure II.2). Le COP peut être utilisé par toutes les technologies de transformation habituelle. Trois grades de ce

cyclooléfine polymère élaborés sous forme de granulés de taille moyenne de 2.5 mm référencés : COP 480, COP 1020R et COP E48R présentant des indices de fluidité égaux respectivement à 20, 20 et 25 g/10 min [280 °C/2.16 kg] ont été sélectionnés (cf.tableau.II.1).

II.4. CARACTERISATION DU COMPORTEMENT VISCOELASTIQUE DES POLYMERES

La connaissance des propriétés rhéologiques des matériaux thermoplastiques sur une large gamme de températures est nécessaire pour la compréhension et la maîtrise du procédé de hot embossing ou encore estampage à chaud des polymères. On envisage donc, dans un premier cas, des essais de traction et dans un second cas, des analyses mécaniques dynamiques. Cette partie présente donc les principales caractéristiques de ces matériaux que la rhéologie nous permet d'interpréter en termes de modules complexes, de limite élastique, de limite à la rupture et de module d'Young.

II.4.1. COMPORTEMENT EN TRACTION UNI AXIALE

II.4.1.1. Protocole des essais

Les essais ont été réalisés sur une machine INSTRON 6025 à partir d'éprouvettes en forme d'haltères (cf.figure.II.3) de dimensions correspondant respectivement à : longueur totale 80 mm, associée à une longueur utile de 40 mm, largeur de la partie étroite 6 mm et épaisseur 3.5 mm environ. Lors des tests de traction, les éprouvettes sont maintenues à l'aide de deux mors à vis.

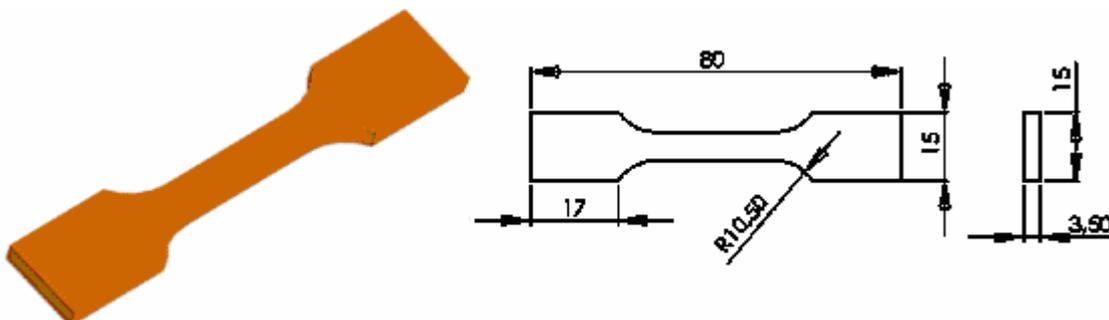


FIGURE II.3 : Eprouvette de type haltère utilisée pour les essais de traction (a) vue en perspective ; (b) dimensions.

Ces éprouvettes ont été obtenues à partir de granulés de polymères thermoplastiques injectés dans un moule (cf. figure II.4), réalisé dans le cadre de la thèse de Thierry BARRIERE [38]. Le gradient de la température choisi varie entre 230-240-250-260 °C et ce depuis la zone d'alimentation jusqu'à la buse d'injection. Le moule est refroidi par circulation d'eau à une température de 40 °C.

De façon à identifier le comportement mécanique de ces polymères à chaud, nous avons réalisé des essais en température sur un lot de 20 éprouvettes pour chaque type de polymère. Ceci a été rendu possible grâce à un four entourant l'éprouvette et pouvant être programmé jusqu'à la température de 300 °C. La valeur de la température d'essai a été appréhendée à l'aide d'un thermocouple positionné au voisinage de l'éprouvette. L'éprouvette était maintenue pendant 10 minutes à la température désirée avant la réalisation de l'essai. La vitesse de déformation imposée est de 5 mm/min.



FIGURE II.4 : (a) Presse d'injection ; (b) vue de face d'une partie de moule [38]

La déformation de l'éprouvette est mesurée grâce à un extensomètre positionné au centre de la partie utile. Après l'essai, le système d'acquisition de la machine de traction fournit les courbes (force - allongement) qui peuvent ensuite être converties en courbes (contrainte σ – déformation ϵ) en se rapportant à la section initiale A_0 et à la longueur de référence l_0 de l'éprouvette avant essai. La figure II.5 présente le montage réalisé pour ces essais.

Les essais à $T < T_g$ ne présentent pas de difficultés particulières. Mais à $T > T_g$ les essais de traction sont plus délicats, notamment en raison du fluage des éprouvettes au cours de la phase de préchauffage. Nous ne disposons en effet que d'un système de chauffage par convection et les temps de mise en température sont donc assez longs. Nous limitons donc l'ensemble de nos essais à une température au plus égale à T_g .

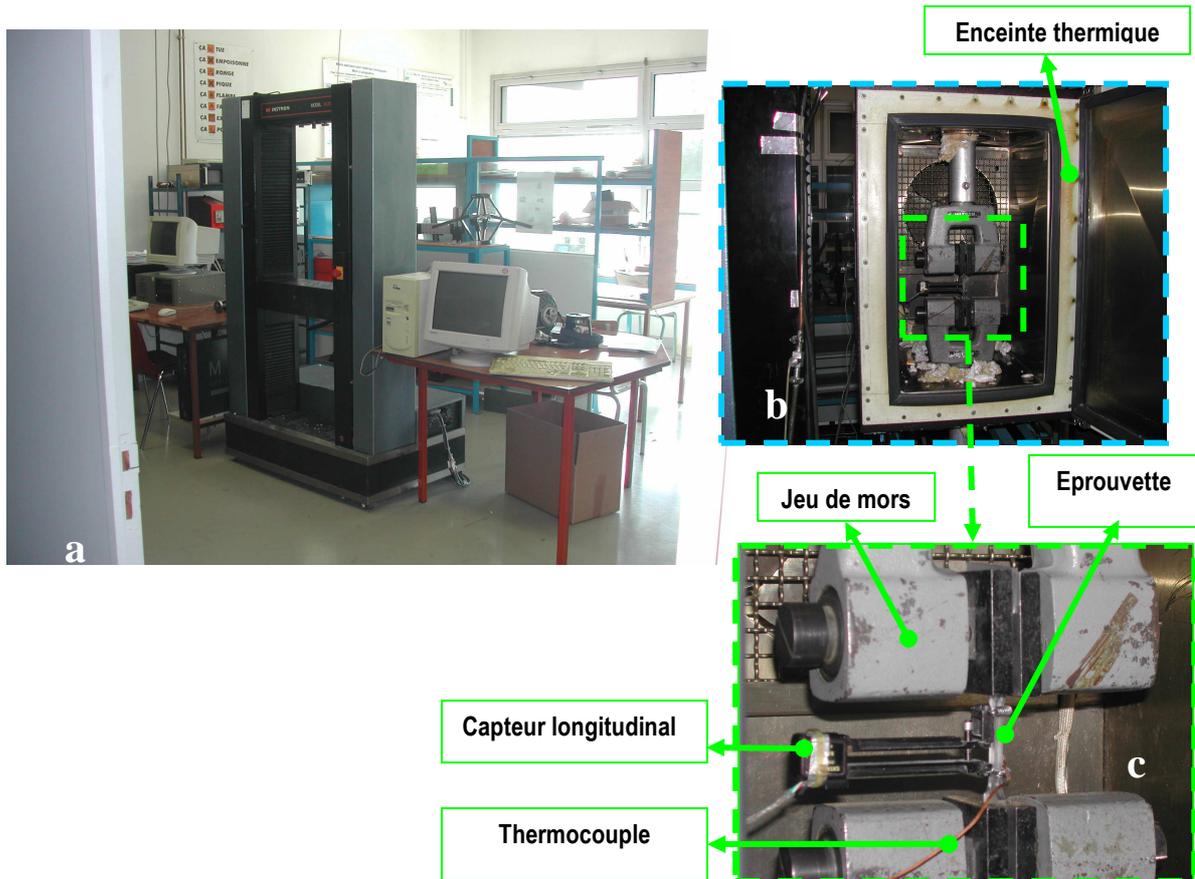


FIGURE II.5 : Dispositif expérimental de traction :
 (a) vue d'ensemble de la machine de traction,
 (b) vue agrandie du dispositif au niveau de l'enceinte thermique,
 (c) vue agrandie du dispositif au niveau de l'éprouvette.

II.4.1.2. Résultats

Pour chaque polymère, on obtient un seul graphe correspondant à l'évolution de la contrainte en fonction de la déformation pour différentes températures et pour une même vitesse de déformation.

Les résultats obtenus conduisent aux commentaires suivants :

- on observe par exemple pour le matériau COC 5013 (cf. figure II.6) un comportement de type fragile à basse température ($\theta < 70\text{ °C}$), caractérisé par une augmentation rapide du niveau de la contrainte qui décroît légèrement avant la rupture de l'échantillon (pour des déformation de l'ordre de 1 à 2 %). Le niveau maximal de contrainte est décroissant avec la température et décroît de 25 % entre 23 °C et 70 °C ,
- entre 70 et 120 °C, le comportement devient plutôt ductile avec apparition d'un maximum de contrainte pour une déformation de 2%,
- entre 120 et 140 °C, le comportement est majoritairement hyper-élastique et le matériau enregistre des déformations réversibles.

Les résultats montrent un effet de striction ; on peut retenir que cet effet diminue avec l'augmentation de la température. L'évolution de ce paramètre thermique conduit à observer le fait que la déformation devient de plus en plus homogène.

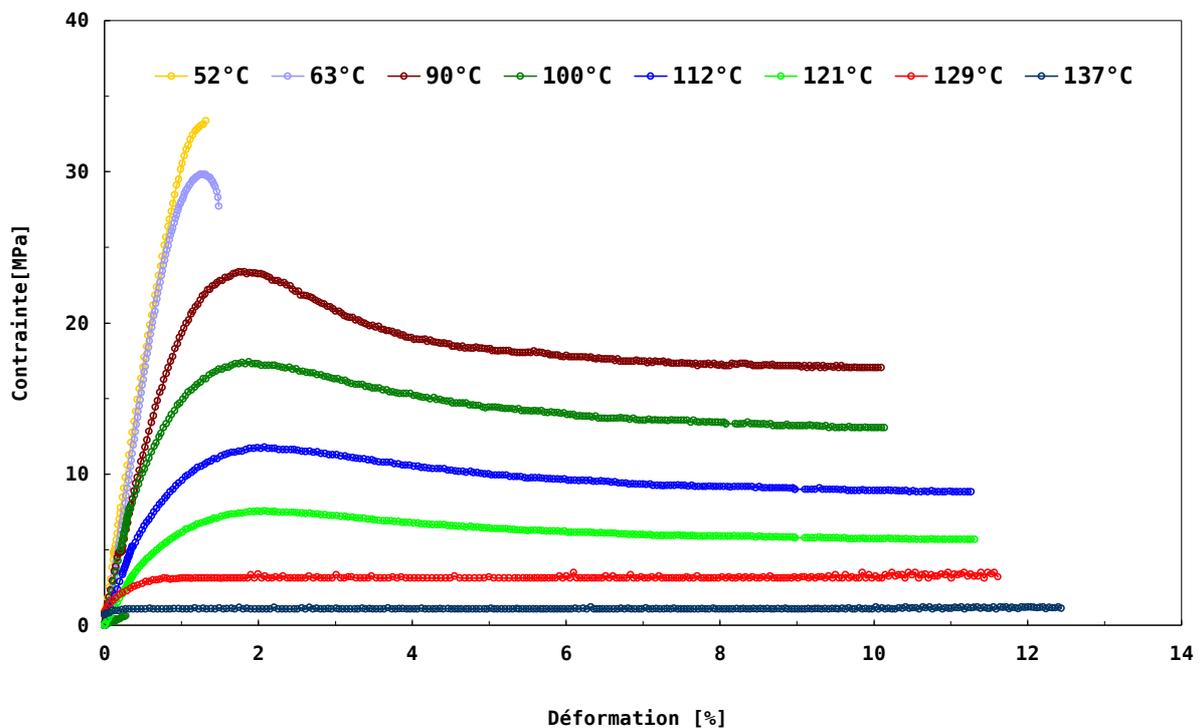


FIGURE II.6 : Evolution de la contrainte en fonction de la déformation pour le cyclooléfine copolymère (COC 5013) lors d'un essai de traction à vitesse de déformation imposée égale à 5 mm.min⁻¹.

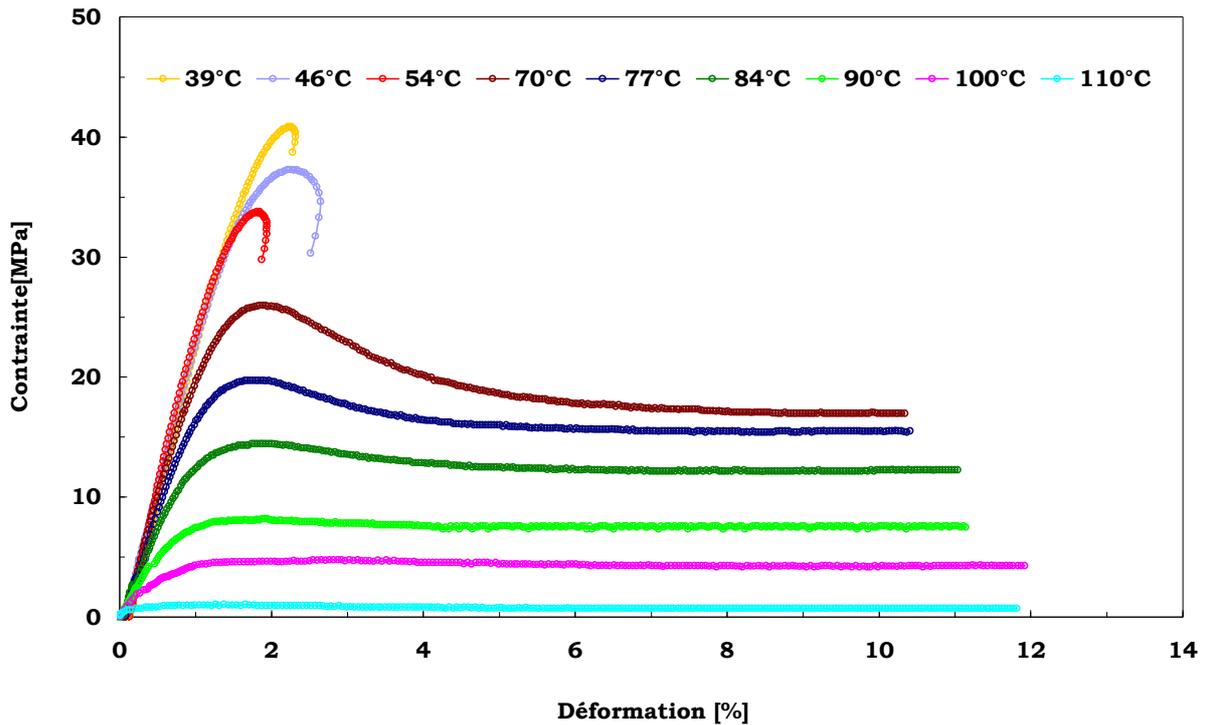


FIGURE II.7 : Evolution de la contrainte en fonction de la déformation pour le cyclooléfine polymère (COP 1020R) lors d'un essai de traction à vitesse de déformation imposée égale à 5 mm.min⁻¹.

Le matériau COP 1020R présente un comportement quasi similaire aux précédents (cf. figure.II.7).

La figure II.8 rassemble les courbes résultantes de ces essais pour différents polymères à la valeur de 120 °C. La valeur de la contrainte limite élastique σ_y , dans les mêmes conditions expérimentales apparaît plus faible pour le COC 5013 contrairement aux autres polymères.

Les valeurs de la contrainte seuil de plasticité et celle du module d'élasticité (ou module d'Young) sont reportées, à titre de données qualifiantes, dans le tableau II.2.

Polymère	σ_y (MPa)	E (MPa)
COC 5013	8	3120
COC 6013	10	2930
COP 480	14	2020
COP E48R	19	2430

TABLEAU II.2 : Contrainte limite de traction et Module d'Elasticité obtenus sur les matériaux COC et COP pour lesquels $T_g > 120$ °C.

Il est à noter que le matériau COP 1020R n'a pas été testé dans ces conditions car la valeur retenue de 120 °C correspond pour ce polymère à une température d'essai supérieure à T_g .

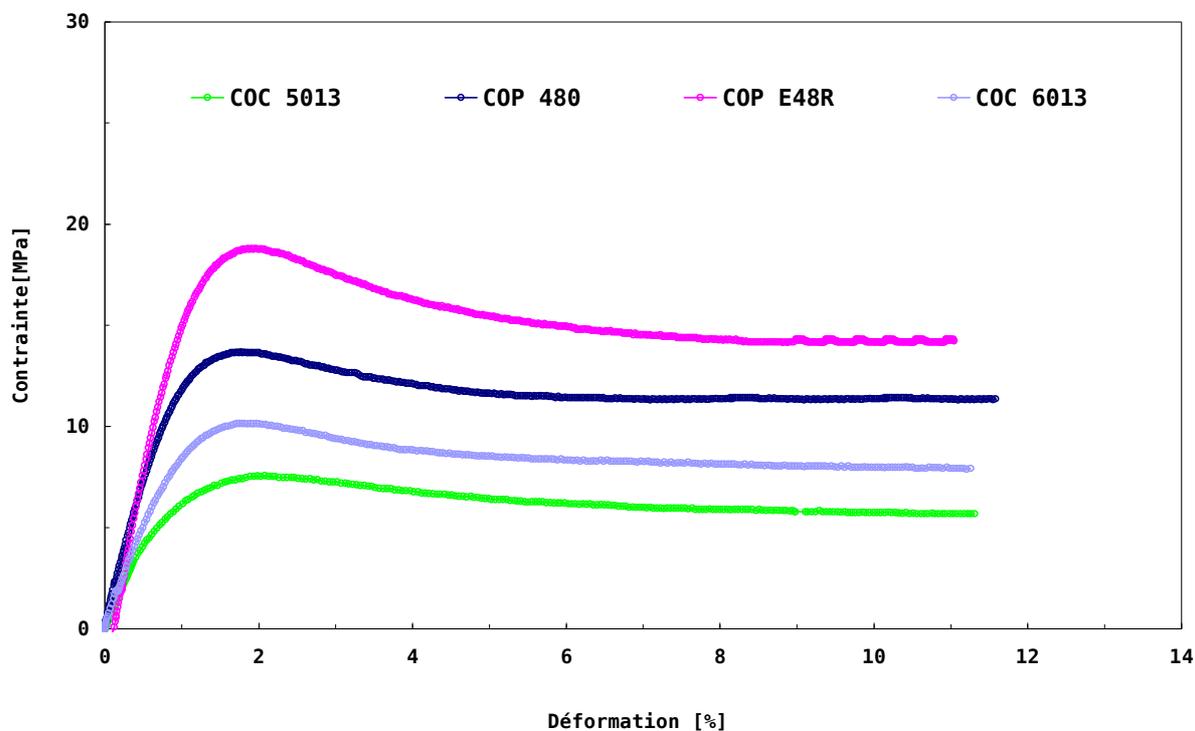


FIGURE II.8 : Comparaison à une vitesse de déformation constante de ($5\text{mm}\cdot\text{min}^{-1}$) des courbes contrainte – déformation pour différents polymères.

II.4.2. TESTS EN SPECTROMETRIE MECANIQUE

II.4.2.1. Protocole des essais

Les mesures rhéologiques en traction – compression ont été réalisées à l'aide d'un viscoanalyseur de marque Métravib à déformation imposée (cf.figure.II.9). Il a été utilisé en configuration plan-plan en mode dynamique et permet d'atteindre des fréquences dans la gamme de 7,8 – 1000 Hz. Le polymère sollicité est soumis à de très faibles déformations de façon à rester dans le domaine de la viscoélasticité linéaire. On mesure alors les composantes visqueuses et élastiques du module complexe.

Les données qualifiantes ont été obtenues à la fréquence fixe de 7.8 Hz à différentes températures [30–200] °C. Les échantillons de forme cylindrique ont comme dimensions $h=14.5$ mm, et $\Phi= 8$ mm, correspondant à un facteur de forme voisin de

1[71]. L'échantillon étant positionné entre deux plateaux. Une enceinte chauffante permet de maintenir la température constante ou de procéder à une évolution graduelle de celle-ci.

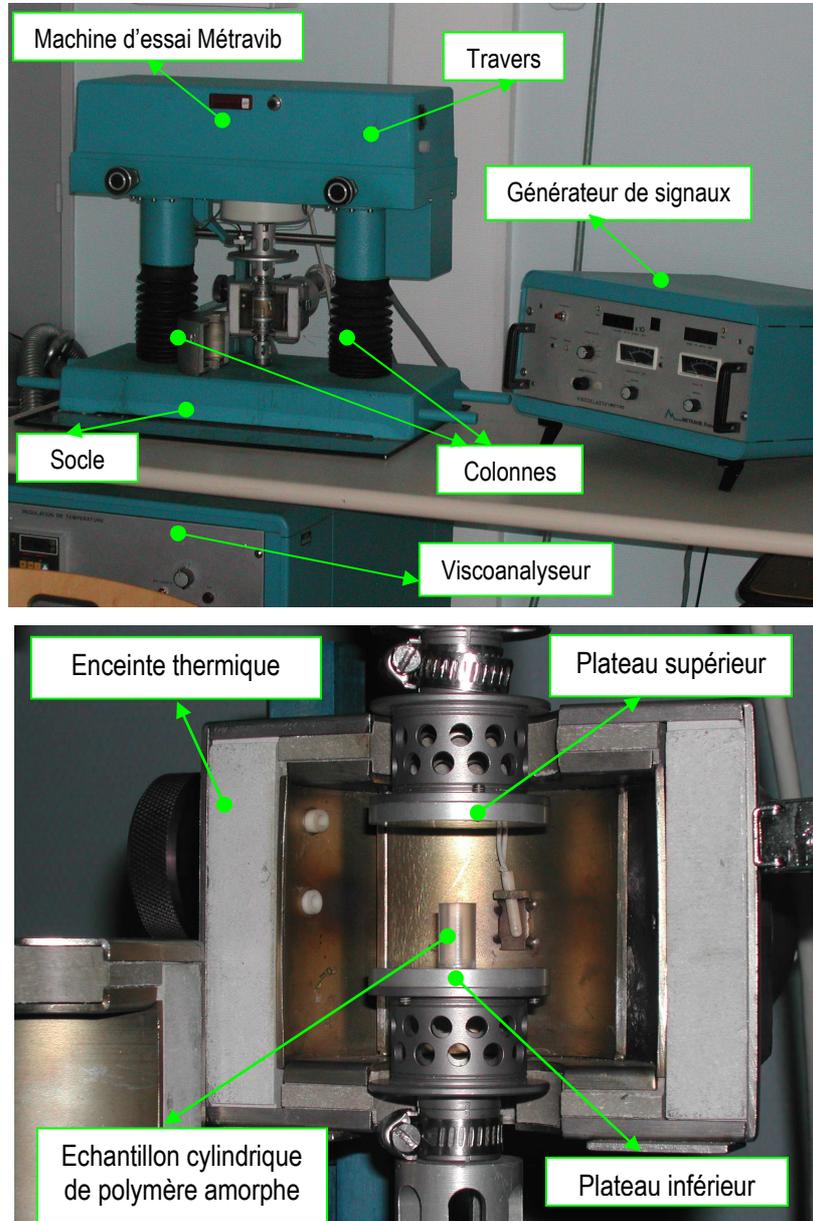


FIGURE II.9 : Banc d'essais.

II.4.2.2. Résultats

La figure II.10 représente l'évolution du module conservatif E' , du module dissipatif E'' et de l'angle de perte $\tan \phi$ en fonction de la température, pour le matériau

COC5013. On constate en particulier que la température de 140 °C correspond à la transformation vitreuse « dynamique » du polymère.

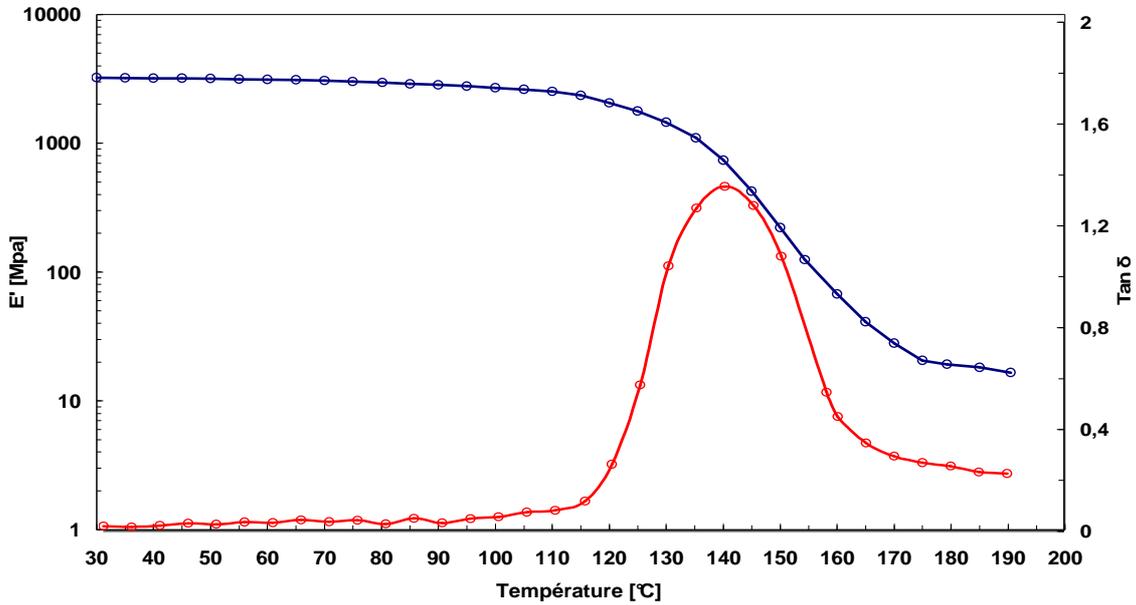


FIGURE II.10 : Evolution du module conservatif E' et de la tangente de l'angle de perte du matériau COC 5013 testé en traction – compression dynamique (à 7.8 Hz) en fonction de la température.

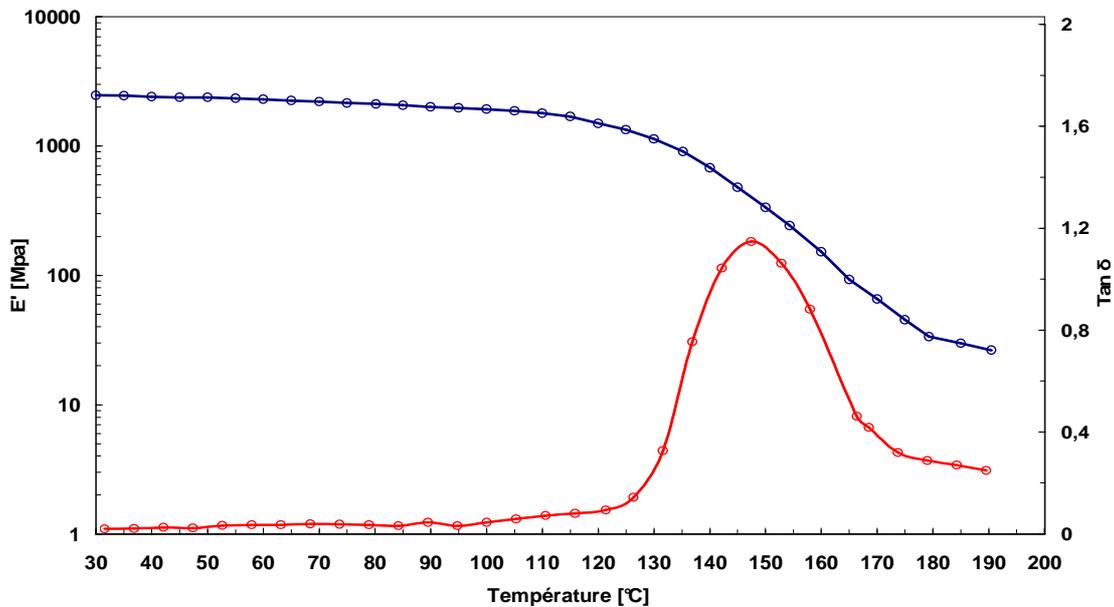


FIGURE II.11 : Evolution du module conservatif E' et de la tangente de l'angle de perte du COP E48R testé en traction – compression dynamique (à 7.8 Hz) en fonction de la température.

Pour le matériau COP référencé E48R la valeur maximale de $\tan \varphi$ en fonction de la température est obtenue pour une température de 145 °C (cf.figure.II.11). Ces valeurs étant respectivement de 112 °C pour le COP 1020R, 142 °C pour le COP 480 et de 110 °C pour le PMMA.

La figure II.12 regroupe les résultats expérimentaux obtenus sur les différents polymères retenus pour nos travaux. Il apparaît que les thermogrammes viscoélastiques isochrones du module conservatif (E') suivent tous la même tendance. Le module conservatif (E') est relativement constant jusqu'à une température correspondant à T_g puis diminue ensuite significativement.

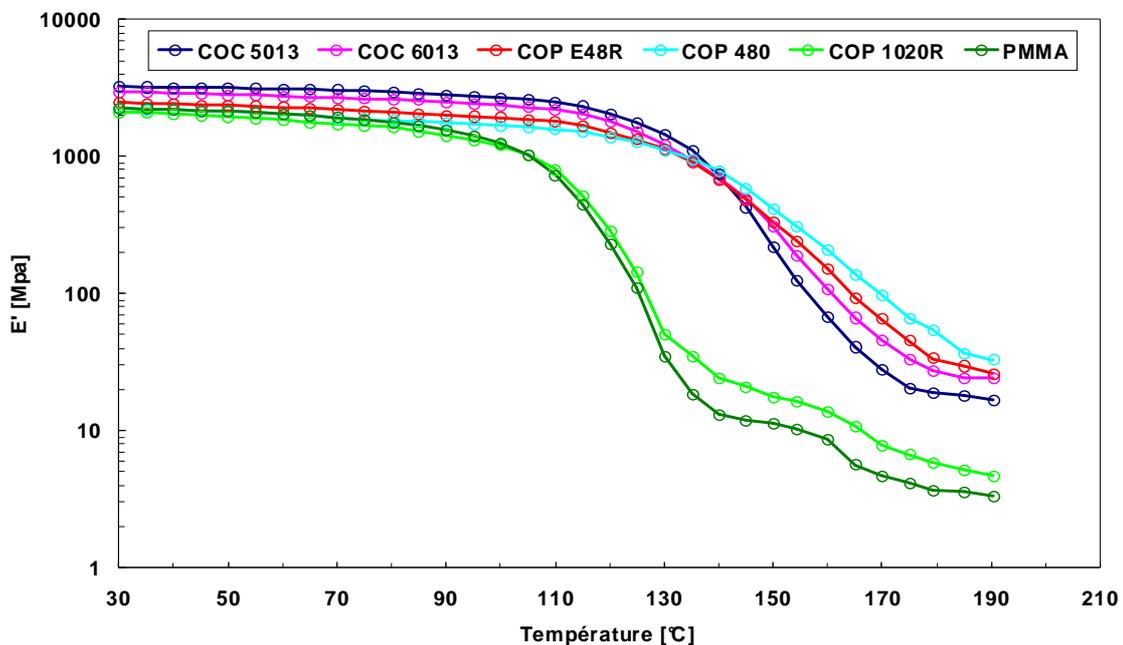


FIGURE II.12 : Variation du module conservatif E' des différents polymères testés en traction – compression dynamique.

La figure II.13, représente les cinq spectres thermomécaniques obtenus pour les différents polymères testés. On constate que l'intensité du pic associé à la relaxation du polymère COC 5013 est beaucoup plus intense que celle des pics des autres polymères. Cette intensité est attribuée à la forte valeur d'indice de fluidité (MFI) du COC 5013. On observe aussi un écart du maximum du pic de relaxation dans le groupe (PMMA, COP 1020R) de 30 °C par rapport à celui du groupe (COC 5013, COC 6013, COP E48R, COP 480), correspondant à la différence de valeur de température de transition vitreuse entre ces deux groupes de polymères.

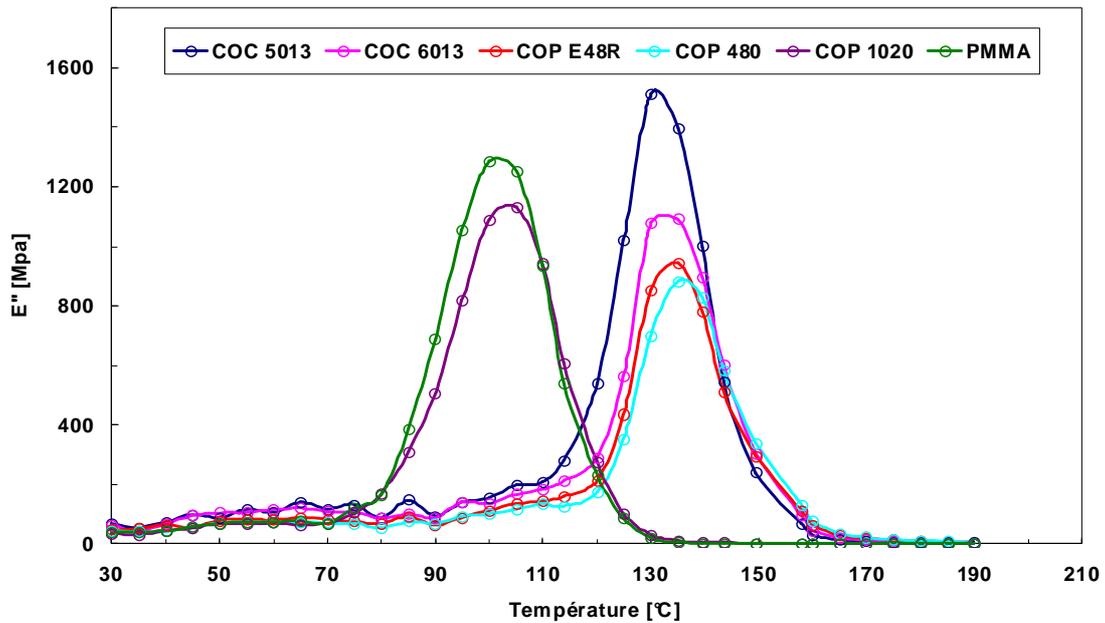


FIGURE II.13 : Module dissipatif E'' des différents polymères testés en mode traction/compression

II.5. CONCLUSION

Ce chapitre est consacré à l'étude expérimentale conduite sur différents matériaux polymères de type cyclo-oléfine polymères (COP) et cyclo-oléfine copolymères (COC) afin de caractériser leur comportement lors de sollicitations quasi-statiques et dynamiques imposées.

Dans un premier temps, la caractérisation mécanique de ces matériaux par essais de traction a été conduite à l'état de référence à 20 °C et comparée avec celle conduite à des températures proches voisines de celle de la température de transition vitreuse (T_g) des matériaux. Ces essais ont permis d'évaluer les variations de comportement du polymère en fonction de la température de consigne. Ces résultats seront ensuite exploités pour identifier les lois de comportement et en particulier celles retenues pour les simulations numériques avec LsDyna[®], objet du chapitre VI.

Dans la seconde partie, des essais dynamiques complémentaires ont permis de quantifier pour ces matériaux, les grandeurs viscoélastiques conservatives et dissipatives en fonction de la température. Sur la base des résultats obtenus, on a pu vérifier la validité du modèle relaté au chapitre V, introduisant les valeurs de module d'Young obtenues expérimentalement.

CHAPITRE 3 : COMPORTEMENT RHEOLOGIQUE DES POLYMERES AMORPHES

III.1. INTRODUCTION

Dans cette deuxième partie, les propriétés rhéologiques de ces différents matériaux ont été étudiées pour des températures très au delà de la T_g . Dans ces conditions, le comportement des matériaux est visqueux et décrit dans nos travaux par la relation reliant la contrainte de cisaillement au taux de déformation. Cette relation peut être linéaire ou non linéaire dans le cas des fluides complexes constituant les polymères. Ces fluides complexes dits "non newtoniens" [72,73] sont caractérisés par le fait que leur viscosité est non constante, mais dépend du taux de cisaillement, parce qu'il apparaît des termes diagonaux à trace non nulle dans le tenseur des contraintes, qui sont le signe d'effets élastiques (viscoélasticité).

Nous exposerons successivement les notions de base, destinées à appréhender la rhéologie des matériaux polymères sélectionnés. Cette approche va permettre l'introduction de trois techniques de caractérisation. La première technique dite "calorimétrie différentielle à balayage" (DSC) permet d'estimer la valeur de la température de transition vitreuse (T_g) lors d'un cycle de chauffage-refroidissement et celle de leur T_{II} . La seconde concerne la métrologie de l'indice de fluidité. Celui-ci peut être considéré comme une grandeur rhéologique caractérisant la fluidité des polymères à l'état fondu. Enfin la dernière méthode a pour but de déterminer le comportement visqueux sous la forme $\tau = f(\dot{\gamma})$ [74,75], ie l'évolution de la viscosité des polymères en fonction du taux de cisaillement à l'aide de deux rhéomètres, un appareillage dit "rotatif" dans lequel le fluide est cisailé entre un plan et un cône et l'autre dit "capillaire" dont le principe est fondé sur l'écoulement du matériau dans un cylindrique.

III.2. RAPPELS DE BASE

De nombreux modèles, reliant la contrainte de cisaillement τ au taux de

cisaillement $\dot{\gamma}$, ont été développés afin de décrire les comportements rhéologiques les plus couramment rencontrés [75-77]. Le cas le plus simple correspond à celui des fluides newtoniens où la contrainte de cisaillement τ est une fonction linéaire du taux de cisaillement $\dot{\gamma}$:

$$\tau = \eta \dot{\gamma} \quad (\text{III.1})$$

Il existe des fluides dont les propriétés ne dépendent pas du temps et dont le comportement est régi par une loi de puissance. Cette loi permet de décrire la rhéofluidification ou le rhéoépaississement d'un grand nombre de fluides :

- un fluide est rhéofluidifiant [77] lorsque sa viscosité apparente diminue avec le gradient de cisaillement,
- un fluide rhéoépaississant voit sa viscosité apparente augmenter avec le cisaillement. C'est une caractéristique non-newtonienne plus rare que le caractère rhéofluidifiant.

Le plus souvent, et pour décrire ces deux types de fluide, d'un point de vue phénoménologique, on utilise une loi de puissance, proposée par Ostwald-de Waele (1925), puis utilisée par Narton [77], dont l'expression est :

$$\tau = k \dot{\gamma}^n \quad (\text{III.2})$$

La viscosité s'écrit alors : $\eta = k \dot{\gamma}^{n-1}$ où k est la constante du matériau (Pa.s^n) et n est l'indice de pseudoplasticité.

- $n=1$ pour un fluide newtonien,
- $n=0$ pour un corps rigide plastique,
- $n < 1$ le fluide est rhéofluidifiant, et
- $n > 1$ le fluide est rhéoépaississant.

En rhéologie des polymères, on utilise le taux de déformation généralisé $\dot{\varepsilon}$ défini par [78] :

$$\dot{\varepsilon} = \sqrt{2 \sum_{i,j} \varepsilon_{ij}^2} \quad (\text{III.3})$$

Si l'on s'intéresse au cas du cisaillement simple décrit par le tenseur de vitesses de déformation sous la forme :

$$\begin{bmatrix} \dot{\varepsilon} \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} 0 & \dot{\gamma}/2 & 0 \\ \dot{\gamma}/2 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 \end{bmatrix} \quad (\text{III.4})$$

il en résulte que $\dot{\varepsilon} = \dot{\gamma}$

Dans le cas d'un écoulement élongationnel, $\dot{\varepsilon} = \sqrt{3} \dot{\alpha}$, le tenseur de vitesse de déformation s'écrit :

$$\begin{bmatrix} \dot{\varepsilon} \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} \dot{\alpha} & 0 & 0 \\ 0 & -\dot{\alpha}/2 & 0 \\ 0 & 0 & -\dot{\alpha}/2 \end{bmatrix} \quad (\text{III.5})$$

où $\dot{\alpha}$ représente le taux d'élongation.

III.3. EXPERIMENTATION PAR CALORIMETRIE DIFFERENTIELLE A BALAYAGE DSC

Dans le procédé d'estampage, on cherche à connaître la plage de températures, dite plage de mise de forme, nécessaire pour la mise en forme des polymères. Cette plage est identifiée au-delà de la température de transition vitreuse (T_g) des polymères utilisés [79,80]. C'est pourquoi il convient de définir cette température en mode statique par calorimétrie différentielle à balayage (DSC) [81,82]. Les matériaux polymères étudiés sont les mêmes que ceux décrits dans le tableau 1 du chapitre II.

III.3.1. PROTOCOLE EXPERIMENTAL

La calorimétrie différentielle à balayage DSC (Differential Scanning Calorimetry) est aussi appelée Analyse Enthalpique Différentielle. La DSC [81,82] fournit des informations sur les températures auxquelles se produisent les transitions donnant lieu à une variation enthalpique ΔH mesurable. Des températures de transitions thermodynamiques du premier ordre (fusion) ou de second ordre (transition vitreuse) peuvent ainsi être déterminées. Pour les polymères amorphes seules les transitions du second ordre sont accessibles et mesurables.

Les essais ont été réalisés sur un appareil Setaram (DSC92) (cf.figure.III.1) avec des échantillons dont la masse est comprise entre 10 et 20 mg. Deux passages (chauffage/refroidissement) sont effectués pour chaque échantillon et une campagne d'essais a donc été mise en place avec le cycle suivant.

Celui-ci comprend une première rampe de température à une vitesse de 10°C/min jusqu'à la valeur de 200°C, suivie d'un refroidissement jusqu'à l'ambiante à la même vitesse, et une deuxième rampe de température à une vitesse de 10°C/min jusqu'à la valeur de 300°C suivie d'un refroidissement jusqu'à l'ambiante à la même vitesse



FIGURE III.1 : Appareil Setaram (DSC92)

III.3.2. RESULTATS

Les valeurs des résultats représentés par un graphe $\Delta H=f(T)$ après le deuxième cycle de température, sont repris dans le tableau III.1 suivant :

Matériaux polymères	Données fabricant T_g (°C)	Résultats expérimentaux T_g (°C)	Données fabricant T_{ll} / T_d (°C)	Résultats expérimentaux T_{ll} / T_d (°C)
COC 5013	140	136 ±2	240 / 300	245 / 290
COC 6013	140	139±2	240 / 300	240 / 300
COP 480	140	138±2	/	/
COP E48R	140	139±2	/	/
COP 1020R	110	102±2	/	/
PMMA 7N	110	107±2	/	/

TABLEAU III.1 : Résultats expérimentaux descriptifs des températures de transition vitreuse (T_g) et températures liquide-liquide (T_{ll}) évaluées par DSC.

Les précisions concernant les mesures dépendent du mode de dépouillement des résultats obtenus qui prennent en compte, soit le point d'inflexion des variations, soit les valeurs des évolutions haute et basse.

III.4. INDICE DE FLUIDITE [83-85]

III.4.1. PROTOCOLE EXPERIMENTAL

L'indice de fluidité [Melt Flow Index (MFI)] est un indicateur de viscosité qui caractérise la plus ou moins grande facilité que possède un polymère fondu à s'écouler à travers un orifice calibré sous une charge imposée, et ce à température

définie (cf.figure.III.2).

Suivant les normes en vigueur l'indice de fluidité traduit le débit massique de polymère recueilli durant dix minutes (g/10min) (cf.tableau.III.2). Les consignes concernant la charge et la température de l'essai normatif sont rappelées dans le tableau III.2.

L'analyse a été réalisée en utilisant un appareil Haake (Meltfixer MT), représenté en figure III.2, selon les normes citées précédemment.

Normes	Matériaux	Température de l'essai (°C)	Masse imposée (kg)
ISO 1873/1	PP	230	2.16
ISO 8257/1	PMMA	230	3.8
ISO 8988/1	POM	190	2.16
ISO 3366/1	COC	260	2.16
ISO 3366/1	COP	280	2.16

TABLEAU III.2. Conditions expérimentales associées à la réalisation des essais qualifiants permettant d'appréhender les indices de fluidité en fonction des normes en vigueur.



FIGURE III.2 : Appareil de mesure de l'indice de fluidité (MFI).

La métrologie de l'indice de fluidité s'effectue grâce à six mesures séquencées, la moyenne de ces six mesures donne la valeur de l'indice de fluidité (MFI). Le schéma de principe est indiqué en figure III.3.

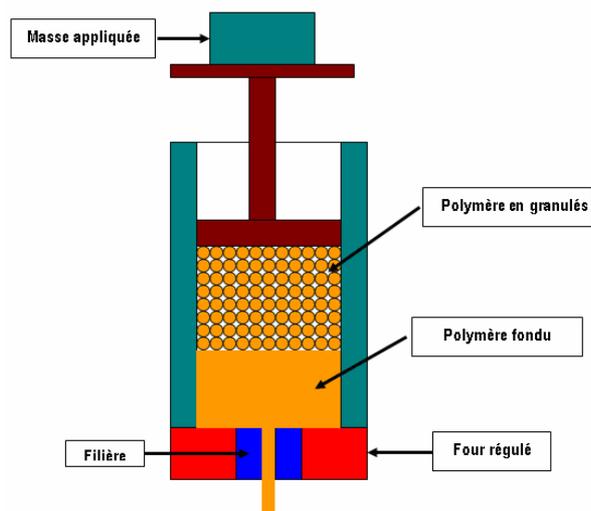


FIGURE III.3 : Représentation schématique de l'appareil de métrologie de l'indice de fluidité [86].

III.4.2. RESULTATS

Il a tout d'abord été possible de vérifier les valeurs des indices de fluidité fournies dans les brochures descriptives des matériaux sélectionnés, dont les caractéristiques fournisseurs sont indiquées dans le tableau II.1, chapitre II. Ces résultats sont rassemblés dans le tableau III.3 qui précise les valeurs expérimentales de l'indice de fluidité, en référence aux valeurs attendues dans le cas de différents polymères testés dans les mêmes conditions expérimentales que celles conseillées par la norme.

Matériaux	Données fournisseur MFI (g/10 min)	Résultats expérimentaux MFI (g/10 min)
COC 5013 [260°C/2.16kg]	48	47.6 ±1
COC 6013 [260°C/2.16kg]	14	14.5 ±1
COP 480 [280°C/2.16kg]	20	20.3 ±1
COP E48R [280°C/2.16kg]	25	25.7 ±1
COP 1020R [280°C/2.16kg]	20	21.6 ±1

TABLEAU III.3 : Résultats expérimentaux descriptifs des valeurs d'indice de fluidité, validant les données communiquées par les fournisseurs de matériaux polymères.

Pour mieux appréhender les problèmes survenant lors des procédés de mise en forme il apparaît nécessaire de conduire des tests comparatifs au delà des aspects normatifs. Sur ces bases les valeurs de MFI des différents polymères ont été déterminées dans l'intervalle de température 230 – 260 °C sous une charge imposée de 3.8 kg. Il est dommage de n'avoir pas pu conduire ces tests à des températures voisines de $T_g + 30$ °C c'est-à-dire à des températures retenues pour les tests d'estampage.

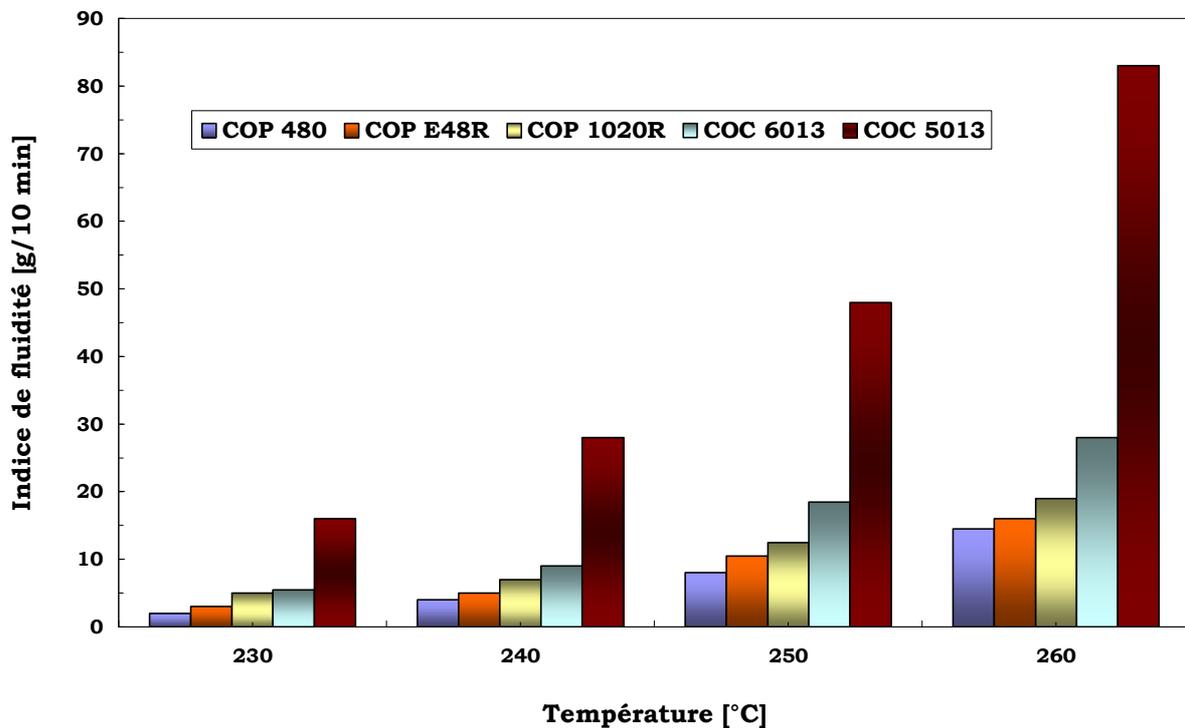


FIGURE III.4 : Evolution des indices de fluidité en fonction de la température.

La figure III.4 précise donc l'évolution de l'indice de fluidité de ces différents polymères dans l'intervalle des températures admissibles pour ces essais. On notera que l'indice de fluidité du COC 5013 est nettement supérieur à celui des autres polymères amorphes. On peut noter aussi que le polymère COP 480 présente un indice de fluidité toujours inférieur à celui du COP 1020R sous une charge de 3,8 kg et ce contrairement aux données issues des normes.

III.5. VISCOSITE DE CISAILLEMENT

III.5.1. PROTOCOLE EXPERIMENTAL

Le comportement rhéologique en cisaillement des polymères amorphes en rhéométrie cône/plan de diamètre égal à 2 cm et d'ouverture d'angle estimé à 1° a été déterminé avec un rhéomètre Haake : Rheostress RS150 cf. figure III.5. L'intervalle de taux de cisaillement étant compris entre 10^{-2} à 10^2 s^{-1} et ce à différentes températures variant de 220°C à 260°C retenues, par intervalle de 10°C . Ces mesures fournissent la contrainte et la viscosité de cisaillement pour différentes températures.



FIGURE III.5 : Rhéomètre Haake : Rheostress RS150

III.5.2. RESULTATS

Les figures III.6 et III.7 présentent l'évolution de la contrainte de cisaillement et celle de la viscosité en fonction du taux de cisaillement pour le copolymère COC5013. On peut noter que les tendances observées sont en accord avec celles mentionnées dans la littérature. Un plateau Newtonien est en effet présent pour ce polymère (cf. figure III.7).

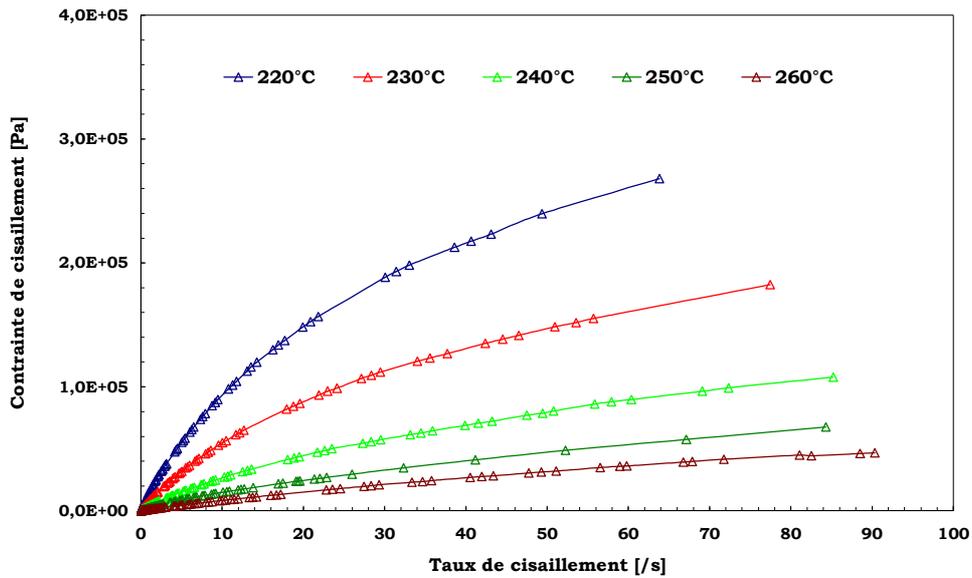


FIGURE III.6 : Rhéogramme qualifiant l'évolution de la contrainte de cisaillement du polymère COC5013 en géométrie cône/plan à différentes températures

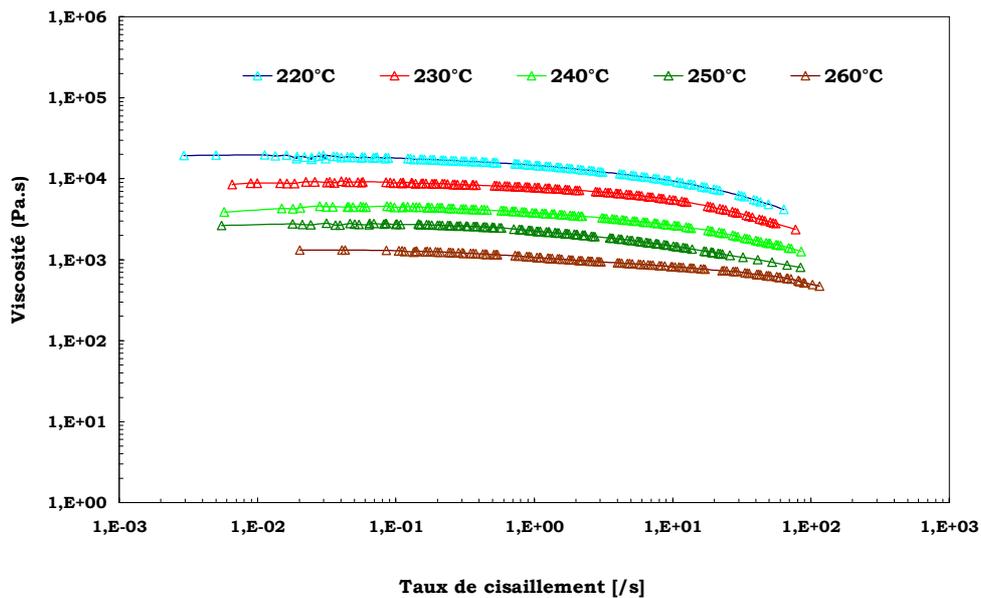


FIGURE III.7 : Rhéogramme qualifiant l'évolution de la viscosité de cisaillement du polymère COC5013 en géométrie cône/plan à différentes températures

Nous avons également mesuré la viscosité ainsi que la contrainte de cisaillement pour trois polymères (COP). Les figures III.8 et III.9 représentent le comportement du polymère COP E48R ; les constatations sont les mêmes que précédemment. La viscosité des polymères est affectée par la valeur de la température durant le test. On remarque aussi que la viscosité des polymères concernés diminue avec l'augmentation du taux de cisaillement.

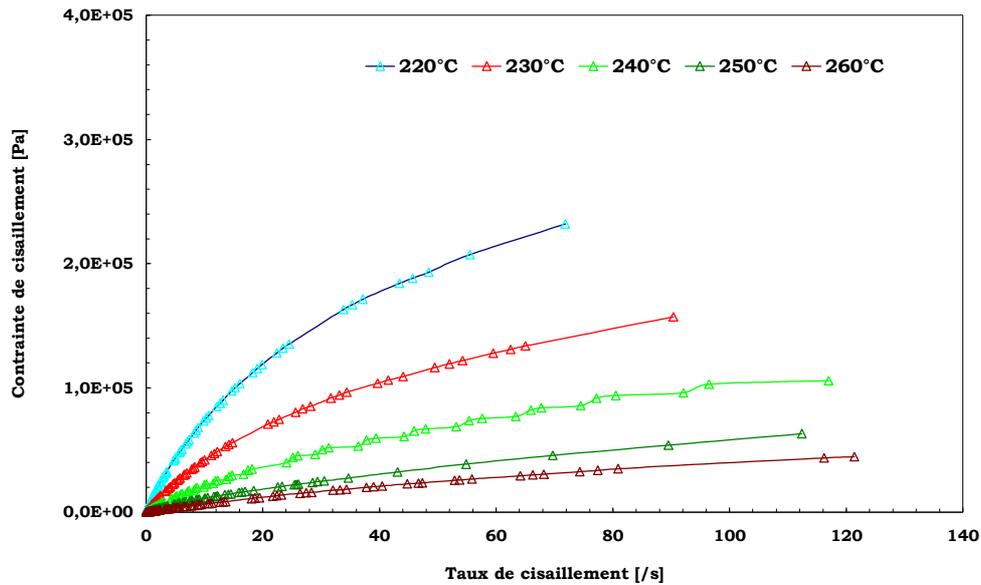


FIGURE III.8 : Rhéogramme qualifiant l'évolution de la contrainte de cisaillement du polymère COP E48R en géométrie cône/plan à différentes températures

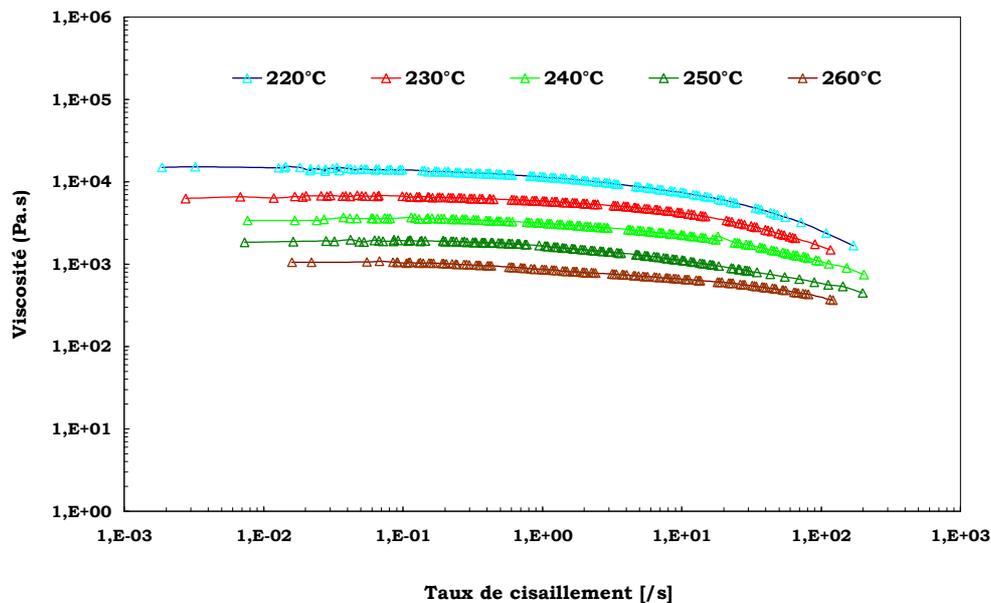


FIGURE III.9 : Rhéogramme qualifiant l'évolution de la viscosité de cisaillement du polymère COP E48R en géométrie cône/plan à différentes températures

A titre comparatif les évolutions comparatives sont présentées pour l'ensemble des polymères, testés à 260 °C (cf.figure.III.10 et III .11).

Ces courbes permettent d'observer le caractère rhéofluidifiant de tous les polymères testés. Les comportements pseudo plastiques du COC et celui du COP sont similaires. L'indice de pseudo plasticité n , de valeur de 0.7 est proche de 1 pour les deux familles. Ceci indique que les polymères ont plutôt un comportement se rapprochant d'un comportement newtonien, signe d'une mise en forme facile.

La viscosité au plateau notée η_0 est estimée à 235 Pa.s pour le COC 5013, et à 1300 Pa.s pour le COP 480. Cet écart significatif entre les viscosités est théoriquement quantifiable en considérant les indices de fluidité de chaque polymère.

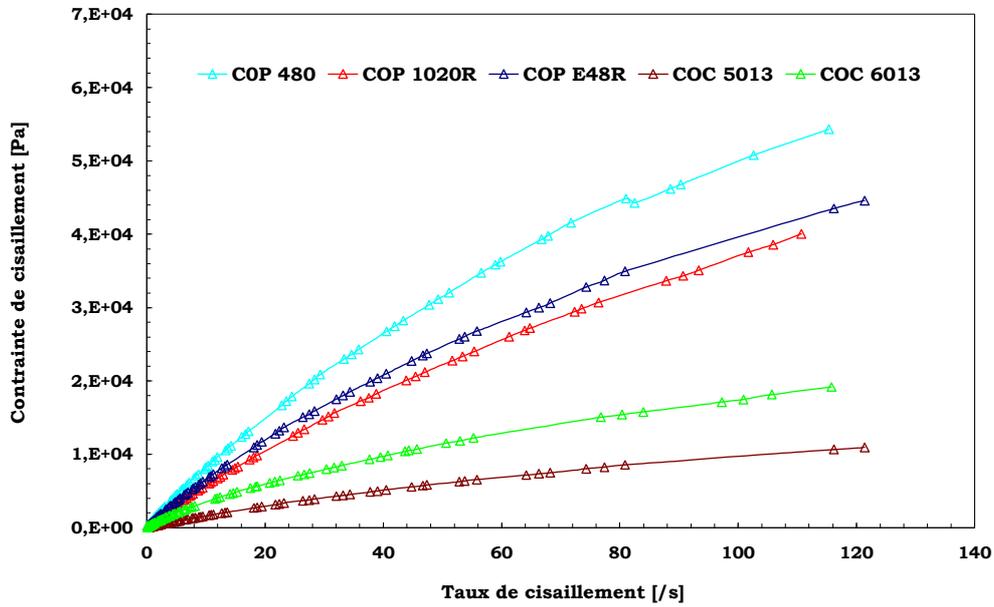


FIGURE III.10 : Rhéogramme qualifiant l'évolution comparative de la contrainte de cisaillement des différents polymères amorphes en géométrie cône/plan à 260°C.

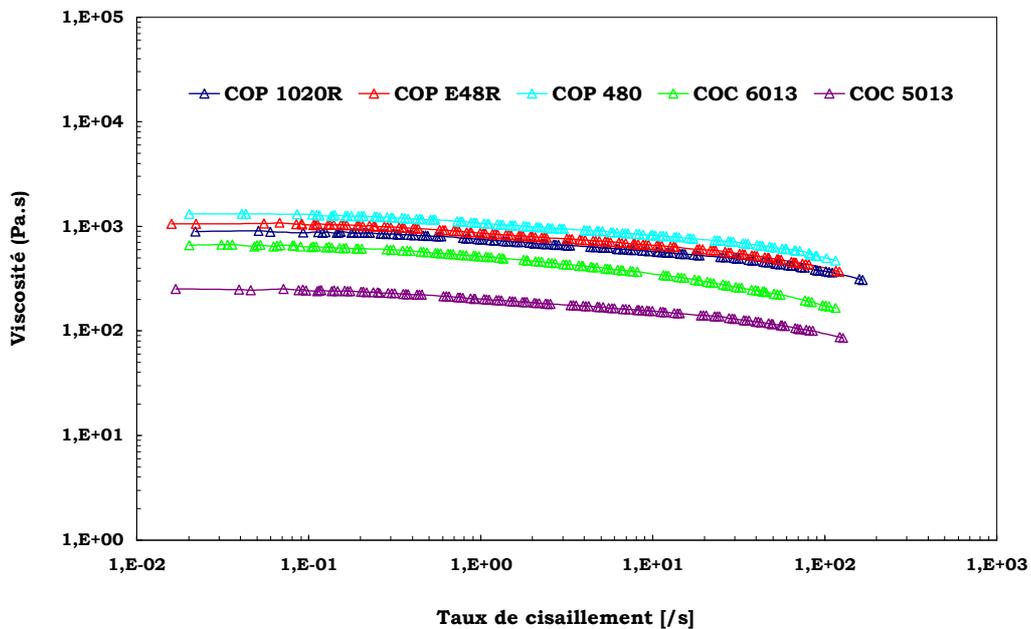


FIGURE III.11 : Rhéogramme qualifiant l'évolution comparative de la viscosité de cisaillement des différents polymères amorphes en géométrie cône/plan à 260°C.

Matériaux	Indice d'écoulement (n)
COC 5013	0.75
COC 6013	0.73
COP 1020R	0.71
COP E48R	0.77
COP 480	0.79

TABLEAU III.4 : Valeurs expérimentales de l'indice de fluidité des différents polymères amorphes à 260°C.

III.6. VISCOSITE DE CISAILLEMENT ET VISCOSITE ELONGATIONNELLE

III.6.1. PROTOCOLE EXPERIMENTAL

Pour la caractérisation de la viscosité de cisaillement et celle de la viscosité élongationnelle, les polymères amorphes sont extrudés à travers deux filières axisymétriques en carbure de tungstène à l'aide d'un rhéomètre capillaire bi canal (Bohlin Instruments, figure III.12) fonctionnant à vitesse de descente du piston contrôlée. Ces expériences sont effectuées avec deux capillaires de 1mm de diamètre, de rapport L/D égal à respectivement 16 et 1 avec un angle d'entrée de 180° (filière à fond plat de longueur L et de diamètres D). Toutes les expériences ont été réalisées à la température de 260 °C, le taux de cisaillement variant entre 10^2 à 10^4 s^{-1} .



FIGURE III.12 : Rhéomètre capillaire Bi canal (Bohlin Instruments).

III.6.2. RESULTATS

La figure III.13 représente les évolutions des viscosités de cisaillement et élongationnelle de deux polymères amorphes (COC 5013 et COC 6013). Nous avons mesuré les viscosités des polymères avec le tube capillaire où le taux de cisaillement est élevé. Les valeurs de viscosité pour ces polymères sont récapitulées dans le tableau III.5. On remarque que les valeurs de viscosité obtenues avec le viscosimètre capillaire sont légèrement supérieures à celles obtenues avec le rhéomètre cône/plan. Ceci est normal, car le cisaillement dans le capillaire est plus faible que celui imposé par la géométrie cône/plan.

η	Matériaux	
	COC 5013	COC 6013
Viscosimètre capillaire [Pa.s]	160	400
Rhéomètre cône/plan [Pa.s]	230	660

TABLEAU III.5 : Valeurs expérimentales de la viscosité plateau obtenues par deux différents rhéomètres pour des échantillons de polymères amorphes testés à 260 °C.

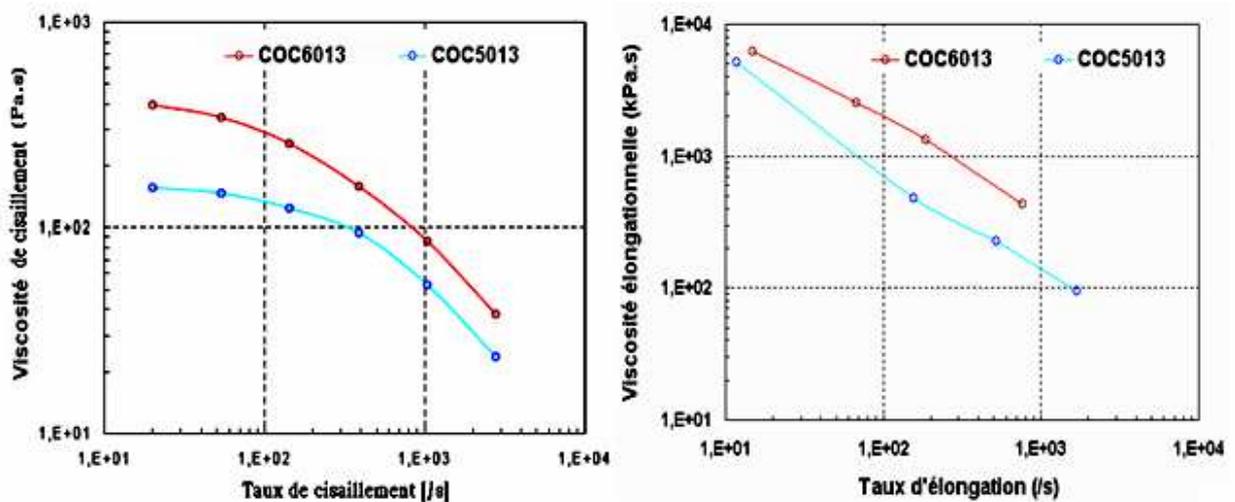


FIGURE III.13 : Rhéogramme qualifiant l'évolution de la viscosité de cisaillement et de la viscosité élongationnelle pour deux polymères amorphes à 260 °C (COC 5013 et 6013)

III.7. CONCLUSION

Les trois premiers chapitres du mémoire nous ont permis de présenter les matériaux et techniques expérimentales utilisés pour nos travaux.

Dans cette deuxième partie, l'étude rhéologique des polymères amorphes sélectionnés à l'état élastique caoutchoutique (au dessus de sa transition vitreuse) a été réalisée. Cette étude est primordiale pour la modélisation de l'estampage, puisqu'elle conditionne la possibilité de remplissage du moule, ainsi que la cinématique associée.

Dans un premier temps, la mesure de T_g effectuée par calorimétrie différentielle à balayage (DSC) a permis de conforter ces résultats par rapport aux valeurs issues des données fabricant. Ces valeurs nous permettent de connaître la limite de thermoformabilité de ces polymères par estampage à chaud.

Dans un deuxième temps, l'étude métrologique d'indice de fluidité a révélé, grâce aux valeurs de MFI obtenues, que la fluidité de ces polymères à faible taux de cisaillement représente une valeur différenciante et qualifiante. Il apparaît en effet, que le COC 5013 possède l'indice de fluidité le plus élevé par rapport aux autres polymères signe d'une faible résistance à l'écoulement pendant le remplissage des cavités dans les procédés de mise en forme retenus. Enfin, l'étude rhéologique a permis de quantifier l'évolution de la viscosité en fonction du taux de cisaillement pour chaque polymère, et ce à différentes températures. Ceci est très important dans les procédés de mise en forme (estampage à chaud et injection ...) impliquant une mise en forme par déformations thermoviscoplastiques. Les courbes d'évolution de la viscosité obtenues ont la même allure quel que soit le polymère utilisé, mais avec des valeurs de viscosité décroissantes avec ce taux de cisaillement. Ceci met en évidence le comportement rhéofluidifiant de ces polymères, puisque la viscosité diminue avec le taux de cisaillement. D'autre part, un écart de valeurs de la viscosité η_0 entre ces polymères à la même température ($T=260\text{ °C}$) confirme les observations obtenues précédemment sur MFI.

Nous disposons donc maintenant d'un ensemble de paramètres et caractérisations rhéologiques pour les matériaux étudiés. Ces paramètres sont utilisés dans des modèles proposés dans les chapitres suivants. Ils sont censés décrire au mieux le comportement des matériaux lors de leur mise en forme.

Le modèle rhéologique retenu reliant la viscosité au taux de cisaillement est le modèle de Ostwald-de Waele (la loi de puissance), il est assez simple à utiliser pour modéliser les écoulements et remplissages durant la mise en forme par estampage à chaud. Cette loi sera la base du premier modèle proposé dans le chapitre suivant.

La suite de notre travail est consacrée à l'exploitation de ces données rhéologiques dans les modélisations des écoulements concernés.

CHAPITRE 4 : MODELISATION ANALYTIQUE DE L'ESTAMPAGE DES POLYMERES THERMOPLASTIQUES

IV.1. INTRODUCTION

L'écoulement par compression entre deux disques parallèles est couramment sélectionné pour déformer les matériaux fortement visqueux tels que les polymères thermoplastiques, les élastomères et les pâtes. Dans ce type d'écoulement, les contraintes de cisaillement et élongationnelle ne sont en général pas négligeables. Dans certains cas particuliers, l'écoulement peut se produire sous l'effet des contraintes de cisaillement ou d'élongation, selon les conditions de contact et la géométrie d'écoulement (rapport hauteur/rayon), par lesquelles de nombreux fluides peuvent être déformés. Cette différenciation s'applique à beaucoup de fluides non newtoniens. L'écoulement de compression entre deux disques est apparemment simple mais néanmoins fondamental et beaucoup de publications ont été réalisées sur ce sujet [87-93]

Stephan [94] a proposé une première analyse de l'écoulement de compression entre deux disques parallèles pour un fluide newtonien, complétée par les travaux de Davis et Frenkel [95]. De même, Scott [87] a étudié ce type d'écoulement pour un fluide non newtonien représenté par une loi de puissance.

Par analogie avec ces travaux, Smyaios et Tsamopoulos [96] étendent l'étude aux cas d'un fluide de Bingham. Sherwood et Durban [97] proposent un modèle pour les fluides Herschel-Bulkley. On peut citer aussi les études de Phan-Thien et al. [98] qui décrivent l'écoulement d'un fluide viscoélastique.

L'écoulement de compression sans frottement entre deux disques pour un fluide dont le comportement visqueux est représenté par une loi de puissance a été étudié par Laun et al. [99], ainsi que par Xu et al. [100].

Dans la même optique, Engmann et al. [101] mettent en évidence l'importance des conditions aux limites dans l'estimation correcte des écoulements de fluides ainsi que la force de compression correspondante dans un écoulement de compression.

Meeten [102] s'est aussi appuyé sur cet écoulement pour étudier l'effet du cisaillement sur la limite de contrainte d'écoulement. Il a également étudié l'écoulement de compression d'un certain nombre de fluides pour une géométrie de plateaux circulaires parallèles [103]. Meeten a observé que lors de l'application d'une force donnée F , les plateaux initialement distants d'une valeur h_0 se déplacent avec une vitesse décroissante. De plus, Tanner [104], Bird et al. [90], Yang [105] et Barnes [106] ont par ailleurs montré que la force avec laquelle les deux plateaux parallèles se rapprochent lors de la compression d'un fluide entre disques parallèles est liée aux propriétés rhéologiques du fluide.

Les écoulements de compression des fluides non newtoniens ont également donné lieu à des études théoriques et expérimentales [106,108, 112-126], en raison de leur importance dans la pratique. Ils ont été employés dans de nombreuses applications, comme par exemple la mise en forme de polymères, la caractérisation rhéologique des polymères [92,101] pour la lubrification des roulements. En effet, de tels polymères sont utilisés couramment pour la caractérisation rhéologique des fluides non newtoniens [100]. Quelques travaux ont permis de mesurer l'épaisseur $h(t)$ et la force $F(t)$ à une vitesse V de compression constante imposée ; d'autres se sont attachés à caractériser l'épaisseur $h(t)$ et la vitesse de déplacement des deux disques $V(t)$ sous une force (F) constante imposée [102,103]. C'est cette dernière procédure qui a été retenue pour nos travaux.

On suppose donc que la compression est réalisée à volume constant sans déformation des interfaces libres du polymère, ce qui sous entend que le coefficient de frottement disque/polymère est nul ou approximativement.

Dans le travail présenté, l'écoulement en compression à chaud d'un polymère thermoplastique à température élevée ($T \gg T_g$) et sous pression donnée est étudié. On a choisi comme modèle de comportement la loi de puissance reliant la variation de viscosité par rapport au taux de cisaillement. Cette loi décrit le comportement non newtonien des polymères thermoplastiques à températures élevées. Ce comportement rhéologique pour un fluide non newtonien viscoplastique est généralement décrit par des modèles de Ostwald-De Waele et de Bingham [106-111].

Fondé sur l'analyse rhéologique, un modèle a été développé dans un premier temps pour décrire l'écoulement de compression à chaud entre disques parallèles et coaxiaux sans cavité, et en second lieu, il a été élargi en tenant compte de la

présence de cavités de forme différente. Le modèle relie les paramètres du procédé (vitesse de déplacement des disques, pression appliquée), à la géométrie de l'échantillon thermoplastique (épaisseur et diamètre) et fait naturellement intervenir les paramètres rhéologiques du polymère viscoplastique.

Des procédures expérimentales ont été proposées au chapitre III pour déterminer les paramètres de la loi de puissance (consistance (k) et indice d'écoulement (n)).

Dans ce chapitre, nous proposons un modèle simple, pour décrire les mécanismes qui prédominent dans le procédé de compression à chaud ainsi que dans l'étape de remplissage des cavités. Une attention particulière est de plus portée au mode d'écoulement différent (avec ou sans cavité) afin d'établir le lien entre l'ensemble des paramètres pertinents. La modélisation développée prend en compte:

- des variations dimensionnelles associées à l'écrasement à chaud du polymère pour un comportement rhéologique particulier,
- de l'écoulement imposé du polymère entre plateaux parallèles (α) ou bien du remplissage de cavités (β),
- de la relation entre la contrainte et le taux de déformation généralisé pour l'écoulement du polymère,
- de l'expression du taux de remplissage de cavités de différentes morphologies et tailles.

En fin de ce chapitre, on présente les essais expérimentaux réalisés dans des conditions isothermes, ainsi que la confrontation des résultats expérimentaux avec ceux de la théorie associée à la modélisation.

IV.2. APPROCHE RHEOLOGIQUE

L'objectif est de définir de nouvelles relations identifiant l'évolution dimensionnelle du substrat polymère durant la mise en forme par estampage à chaud ainsi que le temps de remplissage des cavités de différentes formes.

IV.2.1. ECRASEMENT À CHAUD ENTRE PLATEAUX PARALLELES

Une première modélisation simplifiée du procédé de mise en forme dit de " hot embossing " a été développée, consistant à décrire l'écoulement isotherme d'un fluide visqueux entre deux plateaux plans et parallèles. On se place dans un cas axisymétrique correspondant à des plateaux circulaires, de rayon R séparés l'un de l'autre d'une distance h_0 (cf. figure IV.1).

L'éprouvette de polymère soumise à la déformation est de forme cylindrique de dimensions respectivement égales à h_0 et r_0 . L'éprouvette est soumise à un écrasement sous l'action d'une force F constante de compression uni-axiale appliquée entre deux disques coaxiaux (cf. figures IV.1.a et VI.1.b).

Le disque inférieur est maintenu en position fixe, alors que le disque supérieur est animé d'une vitesse $\dot{h}(t)$.

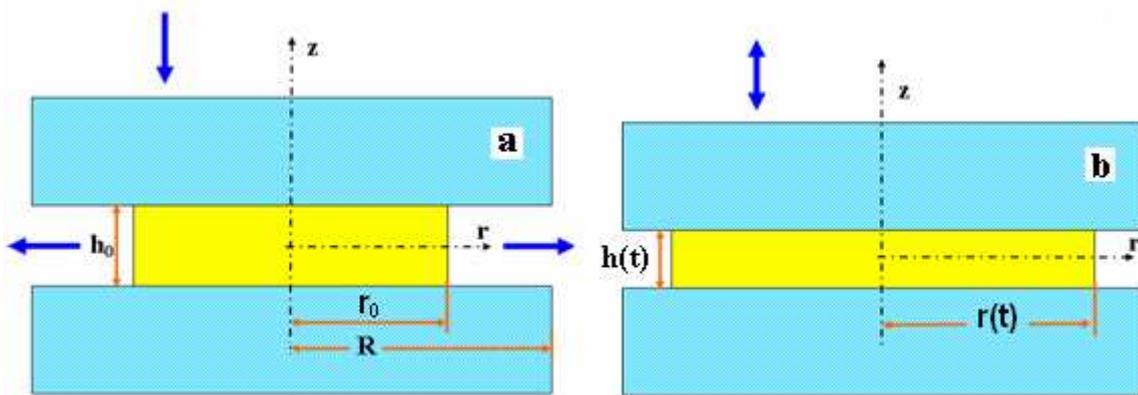


Figure IV.1 : Représentation schématique du modèle simplifié descriptif du procédé de « hot embossing » [127,128].

IV.2.1.1. Hypothèses cinématiques

En raison de la géométrie du problème à résoudre on utilise un système de coordonnées cylindriques (r, θ, z) , avec les hypothèses suivantes:

- l'écoulement est permanent, isotherme et axisymétrique, la composante circonférentielle de la vitesse est nulle et les composantes u, w ne dépendent pas de θ ,

- le polymère a un comportement purement visqueux considéré comme incompressible, et suit une loi de puissance de type Ostwald De Waele,
- les deux disques restent parallèles pendant la durée de l'essai,
- la vitesse w est uniforme quelque soit le rayon r .

Par conséquent, le champ des vitesses \vec{u} d'un point matériel prend la forme :

$$\vec{u} = \begin{bmatrix} u(r,z,t) \\ 0 \\ w(z,t) \end{bmatrix} \quad (\text{IV.1})$$

où u et w représentent respectivement la vitesse radiale et la vitesse selon l'axe de compression.

- Les forces gravitationnelles et d'inertie sont négligées devant les forces de volume.

IV.2.1.2. Mise en équation

Dans ce contexte, les équations de conservation s'expriment sous la forme suivante :

- équation de conservation de la masse :

$$\frac{\partial \rho}{\partial t} + \text{div}(\rho u) = 0 \quad (\text{IV.2})$$

- la loi fondamentale de la dynamique

$$\rho \frac{\partial u}{\partial t} = f + \text{div} \sigma = 0 \quad (\text{IV.3})$$

- la loi de comportement rhéologique :

$$\tau = k \dot{\gamma}^n \quad (\text{IV.4})$$

où t est le temps, \vec{u} le champ de vitesse, ρ la masse volumique du fluide, \vec{F} les forces massiques extérieures, σ représente le tenseur des contraintes de Cauchy, p la pression, ε le tenseur des taux de déformation, τ la contrainte de cisaillement, k la consistance, n l'indice d'écoulement et $\dot{\gamma}$ le taux de cisaillement.

Bien que la masse volumique soit constante, les équations de mouvement du fluide sont complexes à résoudre. Il est donc souhaitable de les simplifier comme c'est généralement le cas dans les problèmes mécaniques. Du fait que la configuration est axisymétrique, l'équation de continuité s'écrit :

$$\frac{\partial \rho}{\partial t} + \frac{1}{r} \frac{\partial}{\partial r}(\rho r u) + \frac{1}{r} \frac{\partial}{\partial \theta}(\rho v) + \frac{\partial}{\partial z}(\rho w) = 0 \quad (IV.5)$$

Les polymères considérés sont supposés incompressibles, ce qui signifie que ρ est constante et l'équation de conservation de volume s'exprime alors sous la forme :

$$\frac{1}{r} \frac{\partial}{\partial r}(r u) + \frac{1}{r} \frac{\partial v}{\partial \theta} + \frac{\partial w}{\partial z} = 0 \quad (IV.6)$$

Par ailleurs la vitesse \vec{v} est indépendante de θ et l'équation de conservation de masse implique alors :

$$\frac{u}{r} + \frac{\partial u}{\partial r} + \frac{\partial w}{\partial z} = 0 \quad \text{avec} \quad \frac{\partial w}{\partial z} \neq 0 \quad (IV.7)$$

Il en résulte l'existence d'une composante radiale de vitesse u , positive ou négative, qui peut modifier les dimensions de l'écoulement.

Par ailleurs, les équations de Navier-Stokes en coordonnées cylindriques [78] sont données par :

suivant r :

$$-\frac{\partial p}{\partial r} + \eta \left(\frac{\partial}{\partial r} \left(\frac{1}{r} \frac{\partial}{\partial r}(r u) \right) + \frac{1}{r^2} \frac{\partial^2 u}{\partial \theta^2} - \frac{2}{r^2} \frac{\partial v}{\partial \theta} + \frac{\partial^2 u}{\partial z^2} \right) + F_r = \rho \left(\frac{\partial u}{\partial t} - \frac{v^2}{r} \right) \quad (IV.8)$$

suisant θ :

$$-\frac{1}{r} \frac{\partial p}{\partial \theta} + \eta \left(\frac{\partial}{\partial r} \left(\frac{1}{r} \frac{\partial}{\partial r} (rv) \right) + \frac{1}{r^2} \frac{\partial^2 v}{\partial \theta^2} - \frac{2}{r^2} \frac{\partial u}{\partial \theta} + \frac{\partial^2 v}{\partial z^2} \right) + F_\theta = \rho \left(\frac{\partial v}{\partial t} - \frac{uv}{r} \right) \quad (\text{IV.9})$$

suisant z :

$$-\frac{\partial p}{\partial z} + \eta \left(\frac{\partial}{\partial r} \left(\frac{1}{r} \frac{\partial w}{\partial r} \right) + \frac{1}{r^2} \frac{\partial^2 w}{\partial \theta^2} + \frac{\partial^2 w}{\partial z^2} \right) + F_z = \rho \frac{\partial w}{\partial t} \quad (\text{IV.10})$$

où η est la viscosité du fluide.

Lorsque le plateau supérieur de rayon R descend avec une vitesse négative $\dot{h}(t)$ selon l'axe z (cf. Figure IV.1) le fluide est écrasé entre ces deux plateaux et une expansion radiale se produit. Les équations de Navier-Stokes deviennent alors :

$$-\frac{\partial p}{\partial r} + \eta \left(\frac{\partial^2 u}{\partial r^2} + \frac{1}{r} \frac{\partial u}{\partial r} - \frac{u}{r^2} + \frac{\partial^2 u}{\partial z^2} \right) + F_r = \rho \frac{\partial u}{\partial t} \quad (\text{IV.11})$$

$$-\frac{\partial p}{\partial z} + \eta \left(\frac{\partial^2 w}{\partial r^2} + \frac{1}{r} \frac{\partial w}{\partial r} + \frac{\partial^2 w}{\partial z^2} \right) + F_z = \rho \frac{\partial w}{\partial t} \quad (\text{IV.12})$$

Les forces d'inertie et de gravité sont le plus souvent négligeables. En considérant celles-ci comme nulles, les équations de Navier-Stokes s'expriment sous la forme :

$$-\frac{\partial p}{\partial r} + \eta \left(\frac{\partial^2 u}{\partial r^2} + \frac{1}{r} \frac{\partial u}{\partial r} - \frac{u}{r^2} + \frac{\partial^2 u}{\partial z^2} \right) = 0 \quad (\text{IV.13})$$

$$-\frac{\partial p}{\partial z} + \eta \left(\frac{\partial^2 w}{\partial r^2} + \frac{1}{r} \frac{\partial w}{\partial r} + \frac{\partial^2 w}{\partial z^2} \right) = 0 \quad (\text{IV.14})$$

À partir de l'équation de conservation de la masse (équation IV.7) et, en posant

$\dot{\varepsilon}_{zz} = \frac{dw}{dz}$ il en résulte la forme suivante pour la vitesse radiale :

$$u = -r \left(\dot{\varepsilon}_{zz} / 2 \right) \quad (\text{IV.15})$$

où $\dot{\varepsilon}_{zz}$ est la vitesse de déformation suivant z .

Il reste alors à résoudre les équations :

$$\frac{\partial p}{\partial r} = \eta \frac{\partial^2 u}{\partial z^2} \Rightarrow \frac{\partial p}{\partial r} = -\eta \frac{r}{2} \frac{\partial^2 \dot{\varepsilon}}{\partial z^2} \quad (\text{IV.16})$$

$$\frac{\partial p}{\partial z} = \eta \frac{\partial^2 w}{\partial z^2} \Rightarrow \frac{\partial p}{\partial z} = -\eta \frac{\partial \dot{\varepsilon}}{\partial z} \quad (\text{IV.17})$$

Il est possible d'éliminer la pression p entre les deux équations, et il en résulte alors :

$$\frac{\partial^3 \dot{\varepsilon}}{\partial z^3} = 0 \Rightarrow \frac{\partial^4 w}{\partial z^4} = 0 \quad (\text{IV.18})$$

Cette équation peut s'intégrer localement pour obtenir le profil de vitesse sous une forme polynomiale du 3^{ème} degré en z :

$$w(z) = Az^3 + Bz^2 + Cz + D \quad (\text{IV.19})$$

Pour la définition des conditions aux limites, il est alors important de distinguer deux types de conditions:

- l'une qui correspond au caractère axisymétrique du problème :

$$u = 0 \text{ à } r = 0 \quad (\text{IV.20})$$

- l'autre pour laquelle on a :

$$u = 0; \quad w = 0 \text{ à } z = -\frac{h}{2} \text{ et } 0 \leq r \leq r_0 \quad (\text{IV.21})$$

$$u = 0; \quad w = -\dot{h} \text{ à } z = \frac{h}{2} \text{ et } 0 \leq r \leq r_0 \quad (\text{IV.22})$$

$$\partial u / \partial z = 0 \text{ à } z = 0 \quad (\text{IV.23})$$

Le champ des vitesses pour une particule de polymère visqueux s'écoulant en configuration de déformation plane s'écrit :

$$w(z,t) = h \left[-\frac{2z^3}{h^3} + \frac{3z}{2h} + \frac{1}{2} \right] \quad (\text{IV.24})$$

On remarque que par raison de symétrie $u\left(-\frac{h}{2}\right) = u\left(\frac{h}{2}\right)$, il en résulte donc :

$$u(r,z,t) = 3r\dot{h} \left[\frac{z^2}{h^3} - \frac{1}{4h} \right] \quad (\text{IV.25})$$

et le tenseur des taux de déformation s'écrit :

$$\left[\dot{\varepsilon} \right] = \begin{bmatrix} \frac{\partial u}{\partial r} & \frac{1}{2} \left(\frac{\partial v}{\partial r} - \frac{v}{r} + \frac{1}{r} \frac{\partial u}{\partial \theta} \right) & \frac{1}{2} \left(\frac{\partial u}{\partial z} + \frac{\partial w}{\partial r} \right) \\ \frac{1}{2} \left(\frac{\partial v}{\partial r} - \frac{v}{r} + \frac{1}{r} \frac{\partial u}{\partial \theta} \right) & \frac{1}{r} \frac{\partial v}{\partial \theta} + \frac{u}{r} & \frac{1}{2} \left(\frac{1}{r} \frac{\partial w}{\partial \theta} + \frac{\partial v}{\partial z} \right) \\ \frac{1}{2} \left(\frac{\partial u}{\partial z} + \frac{\partial w}{\partial r} \right) & \frac{1}{2} \left(\frac{1}{r} \frac{\partial w}{\partial \theta} + \frac{\partial v}{\partial z} \right) & \frac{\partial w}{\partial z} \end{bmatrix} \quad (\text{IV.26})$$

Dans une configuration axisymétrique, en utilisant l'équation IV.1, le tenseur des taux de déformation s'écrit :

$$\left[\dot{\varepsilon} \right] = \begin{bmatrix} \frac{\partial u}{\partial r} & 0 & \frac{1}{2} \left(\frac{\partial u}{\partial z} \right) \\ 0 & \frac{u}{r} & 0 \\ \frac{1}{2} \left(\frac{\partial u}{\partial z} \right) & 0 & \frac{\partial w}{\partial z} \end{bmatrix} \quad (\text{IV.27})$$

En reportant alors l'équation (IV.15) dans (IV.27), il en résulte :

$$[\dot{\varepsilon}] = \begin{bmatrix} -\frac{\dot{\varepsilon}_{zz}}{2} & 0 & \frac{1}{4}r \left(\frac{\partial \dot{\varepsilon}_{zz}}{\partial z} \right) \\ 0 & -\frac{\dot{\varepsilon}_{zz}}{2} & 0 \\ \frac{1}{4}r \left(\frac{\partial \dot{\varepsilon}_{zz}}{\partial z} \right) & 0 & \dot{\varepsilon}_{zz} \end{bmatrix} \quad (\text{IV.28})$$

En rappelant que le déviateur des contraintes [s] est tel que : $[s] = 2\eta \left[\dot{\varepsilon} \right]$ le tenseur des contraintes $[\sigma]$ peut donc s'écrire :

$$[\sigma] = \begin{bmatrix} -\rho - \eta \dot{\varepsilon}_{zz} & 0 & -\frac{\eta}{2} r \frac{\partial \dot{\varepsilon}_{zz}}{\partial z} \\ 0 & -\rho - \eta \dot{\varepsilon}_{zz} & 0 \\ -\frac{\eta}{2} r \frac{\partial \dot{\varepsilon}_{zz}}{\partial z} & 0 & -\rho + 2\eta \dot{\varepsilon}_{zz} \end{bmatrix} \quad (\text{IV.29})$$

En reportant (IV.4) dans (IV.29), il résulte :

$$[\sigma] = \begin{bmatrix} -\rho - k \left(\frac{\dot{\varepsilon}}{\varepsilon} \right)^{n-1} \dot{\varepsilon}_{zz} & 0 & -\frac{1}{2} r k \left(\frac{\partial \dot{\varepsilon}_{zz}}{\partial z} \right) \left(\frac{\dot{\varepsilon}}{\varepsilon} \right)^{n-1} \\ 0 & -\rho - k \left(\frac{\dot{\varepsilon}}{\varepsilon} \right)^{n-1} \dot{\varepsilon}_{zz} & 0 \\ -\frac{1}{2} r k \left(\frac{\partial \dot{\varepsilon}_{zz}}{\partial z} \right) \left(\frac{\dot{\varepsilon}}{\varepsilon} \right)^{n-1} & 0 & -\rho + 2k \left(\frac{\dot{\varepsilon}}{\varepsilon} \right)^{n-1} \dot{\varepsilon}_{zz} \end{bmatrix} \quad (\text{IV.30})$$

En considérant que le frottement est négligeable, les termes de cisaillement dans le tenseur des vitesses de déformation tout en précisant que les composantes $\sigma_{rr} = \sigma_{\theta\theta}$ sont constantes dans toute l'épaisseur et de fait nulles aux interfaces on déduit qu'elles sont nulles partout :

$$\sigma_{rr} = \sigma_{\theta\theta} = 0 \quad (\text{IV.31})$$

L'expression de la pression associée à l'écoulement s'écrit alors :

$$p = -k \left(\dot{\varepsilon} \right)^{n-1} \dot{\varepsilon}_{zz} \quad (\text{IV.32})$$

où $\dot{\varepsilon}$ est le taux de déformation généralisée [78], défini par :

$$\dot{\varepsilon} = 2 \sqrt{\sum_{i,j} \left(\dot{\varepsilon}_{ij} \right)^2} \Rightarrow \dot{\varepsilon} = \sqrt{3} \left| \dot{\varepsilon}_{zz} \right| \quad (\text{IV.33})$$

Par conséquent :

$$[\sigma] = \begin{bmatrix} 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 3k \left(\dot{\varepsilon} \right)^{n-1} \dot{\varepsilon}_{zz} \end{bmatrix} \quad (\text{IV.34})$$

à partir du tenseur des taux de déformation on obtient :

$$\sigma_{zz} = 3k \left(\dot{\varepsilon} \right)^{n-1} \dot{\varepsilon}_{zz} \quad (\text{IV.35})$$

En reportant alors l'équation (IV.33) dans (IV.35), on obtient :

$$\sigma_{zz} = 3^{n+1/2} k \left(\dot{\varepsilon}_{zz} \right)^n \quad (\text{IV.36})$$

de plus : $\dot{\varepsilon}_{zz} = \frac{1}{h} \frac{dh}{dt}$ d'où :

$$\sigma_{zz} = 3^{n+1/2} k \left(\frac{1}{h(t)} \frac{dh}{dt} \right)^n \quad (\text{IV.37})$$

D'autre part

$$\sigma_{zz} - \sigma_{rr} = \frac{F}{\pi r^2(t)} \quad (\text{IV.38})$$

L'hypothèse de la conservation du volume permet par ailleurs d'écrire :

$$r^2(t)h(t) = r_0^2 h_0 \quad (\text{IV.39})$$

d'où

$$\sigma_{zz} = \frac{Fh(t)}{\pi r_0^2 h_0} \quad (\text{IV.40})$$

Pour calculer l'évolution de l'épaisseur $h(t)$ et le rayon $r(t)$ du disque au cours du temps, nous revenons à l'égalité des équations (IV.37) et (IV.40), on obtient :

$$3^{n+1/2} k \left(\frac{1}{h(t)} \frac{dh}{dt} \right)^n = P_0 \frac{h(t)}{h_0} \quad (\text{IV.41})$$

En intégrant cette équation suivant l'épaisseur, celle-ci permet d'arriver à l'expression

$$\int_{h_0}^h h^{-n+1/n} dh = - \int_0^t \left(\frac{P_0}{3^{n+1/2} k h_0} \right)^{1/n} dt \quad (IV.42)$$

Par ailleurs, l'expression de la variation de l'épaisseur durant l'écrasement s'écrit, après intégration à travers l'épaisseur d'un disque polymère :

$$\frac{1}{h(t)} = \frac{1}{h_0} \left(1 + \left(\frac{P_0}{3^{n+1/2} k} \right)^{1/n} \frac{t}{n} \right)^n \quad (IV.43)$$

Cette expression caractérise l'évolution de l'épaisseur du disque en polymère au cours du temps. De la même manière pour $r(t)$ en utilisant l'équation IV.39, on obtient :

$$r(t) = r_0 \left(1 + \left(\frac{P_0}{3^{n+1/2} k} \right)^{1/n} \frac{t}{n} \right)^{n/2} \quad (IV.44)$$

IV.2.1.3. Evolution de l'épaisseur d'un disque polymère en compression

Les variations de l'épaisseur du disque polymère, normées par rapport à l'épaisseur initiale (h_0), sont illustrées sur les figures IV.2 à IV.4 pour différentes valeurs de la consistance (k), de l'indice d'écoulement (n), ainsi que la pression P_0 en prenant comme paramètres constants respectivement $P_0=200$ Pa et $n=0,8$; puis $P_0=200$ Pa et $k=1000$ Pa.sⁿ ou bien $k=1000$ Pa.sⁿ et $n=0,8$.

Les résultats obtenus mettent en évidence la grande dépendance de l'écoulement de compression par rapport à différents paramètres du modèle. Cette influence est mise en évidence dans les Figures IV.2 à IV.4. En effet, on constate que pour les valeurs les plus élevées de consistance, l'écoulement est très faible, ce qui signifie que le disque en polymère d'épaisseur initiale $h_0=1$ mm, ne se déforme pratiquement pas et que a contrario plus la valeur de la consistance est basse, plus l'écoulement est conséquent.

Une modification de la température d'un échantillon de polymère durant un essai de compression modifie la valeur de consistance, il en résulte donc que l'écrasement devient de plus en plus sensible pour des valeurs de consistance (k) plus faibles.

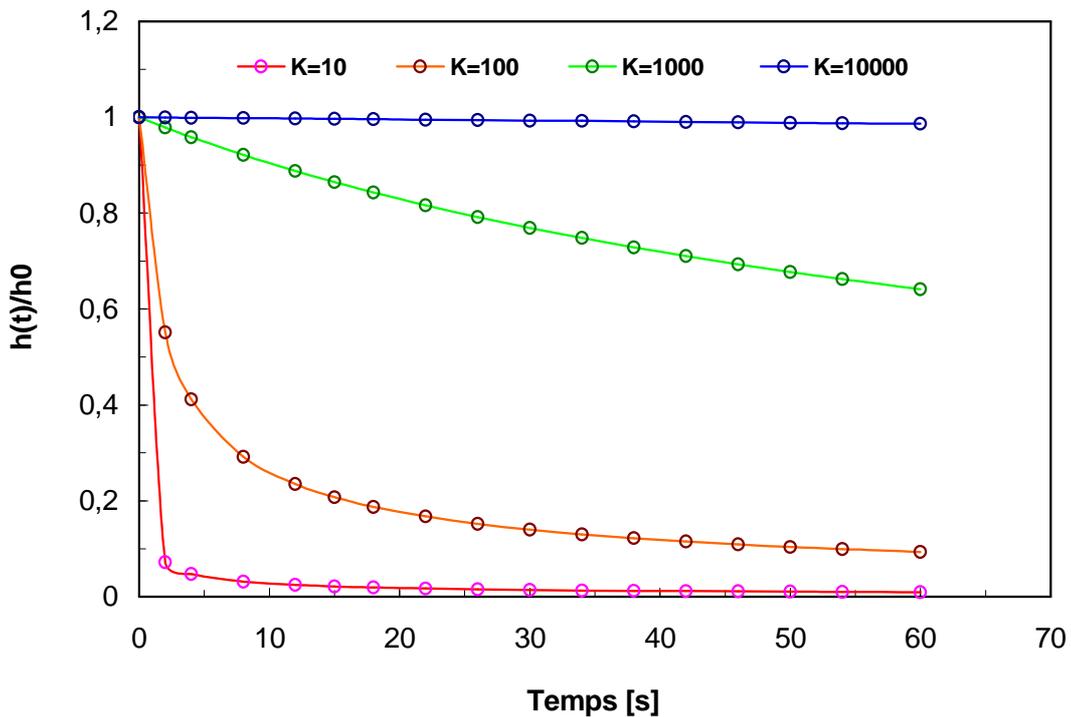


FIGURE IV.2 : Evolution de l'épaisseur du disque polymère en fonction du temps de compression pour différentes valeurs de consistance (k) en considérant des valeurs fixes pour n et P_0 ($n=0.8$, $P_0=200\text{Pa}$)

Il est possible de tracer sur un même graphique les courbes de variations du rapport $h(t)/h_0$ obtenues pour différentes valeurs d'indice d'écoulement (n) du polymère (cf.figure.IV.3). La superposition de ces courbes permet de quantifier le comportement rhéofluidifiant ou newtonien sur l'écoulement de compression. En effet, cet écoulement peut présenter une certaine résistance. Cette résistance caractérise la difficulté des chaînes macromoléculaires à quitter leur configuration pour glisser les unes par rapport aux autres. L'idéal consisterait naturellement à sélectionner un polymère avec un indice d'écoulement proche voisin de 1 ce qui est naturellement impossible quel que soit le polymère thermoplastique choisi.

En complément il est possible d'étudier les variations quantitatives de l'épaisseur en fonction de la pression lorsque la consistance (k) et l'indice d'écoulement (n) présentent des valeurs fixées : $k = 1000 \text{ Pa}\cdot\text{s}^n$, $n = 0.8$, cf. figure IV.4. Ce graphique illustre comment l'accroissement des valeurs de la pression permet de faire varier la résistance à l'écoulement du polymère viscoplastique.

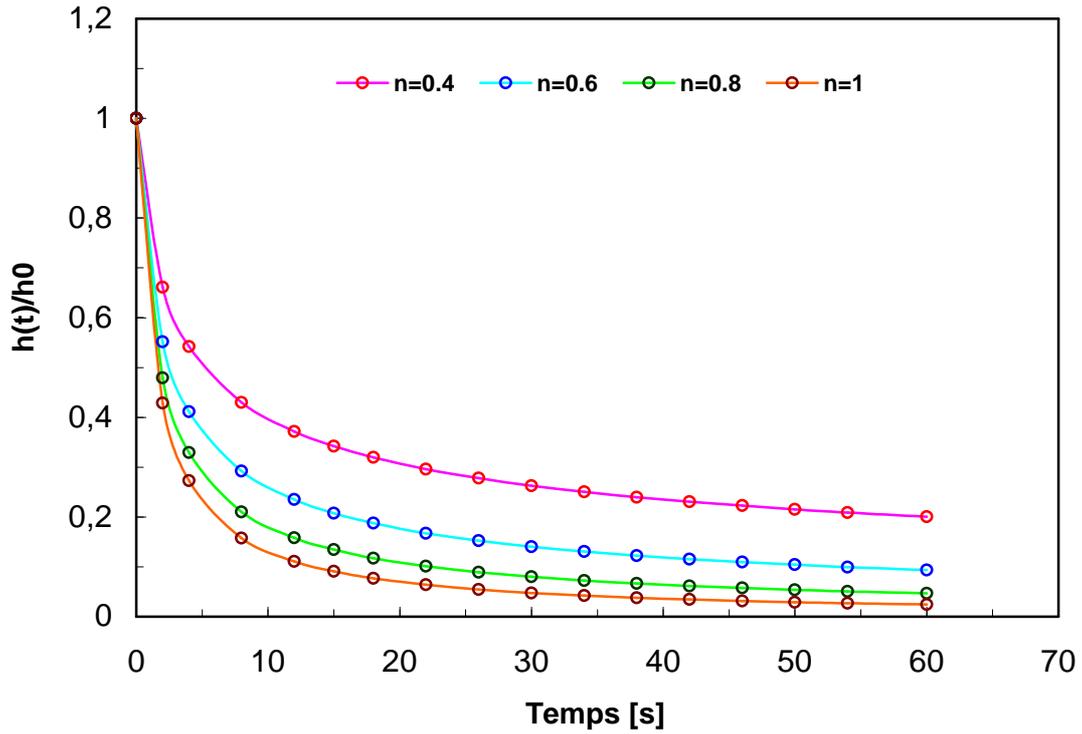


FIGURE IV.3 : Evolution de l'épaisseur du disque polymère en fonction du temps de compression pour différentes valeurs d'indice d'écoulement (n) correspondant à $P_0=200$ Pa, $k=1000$ Pa.sⁿ

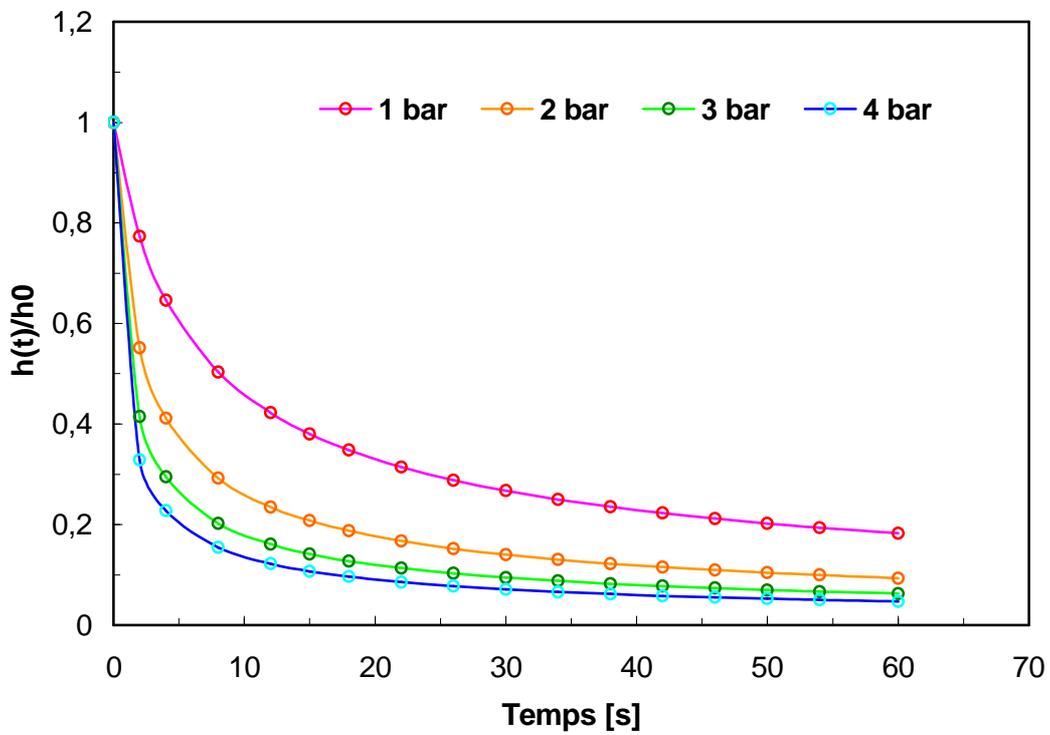


FIGURE IV.4 : Evolution de l'épaisseur du disque polymère en fonction du temps de compression pour différentes valeurs de pression P_0 ($k=1000$ Pa.sⁿ, $n=0.8$)

Ce résultat indique directement que les propriétés rhéologiques du polymère ainsi que la pression (paramètre expérimental de pilotage du procédé de l'estampage) sont des données déterminantes pour ce procédé. Enfin, ces résultats aident à comprendre et interpréter les différentes observations résultant de la mise en forme des polymères thermoplastiques, en utilisant deux procédés de mise en forme correspondant au micro-moulage par injection et au hot embossing.

IV.2.2. ESTAMPAGE AVEC CAVITES

Le modèle présenté précédemment peut être complété en prenant en considération la présence de cavités sur la surface des plateaux rigides. En plus des hypothèses précédentes on suppose que le disque inférieur présente une ou plusieurs cavités cylindriques de dimensions identiques, de profondeur X_0 et de diamètre $2a$, figure IV.5.c.

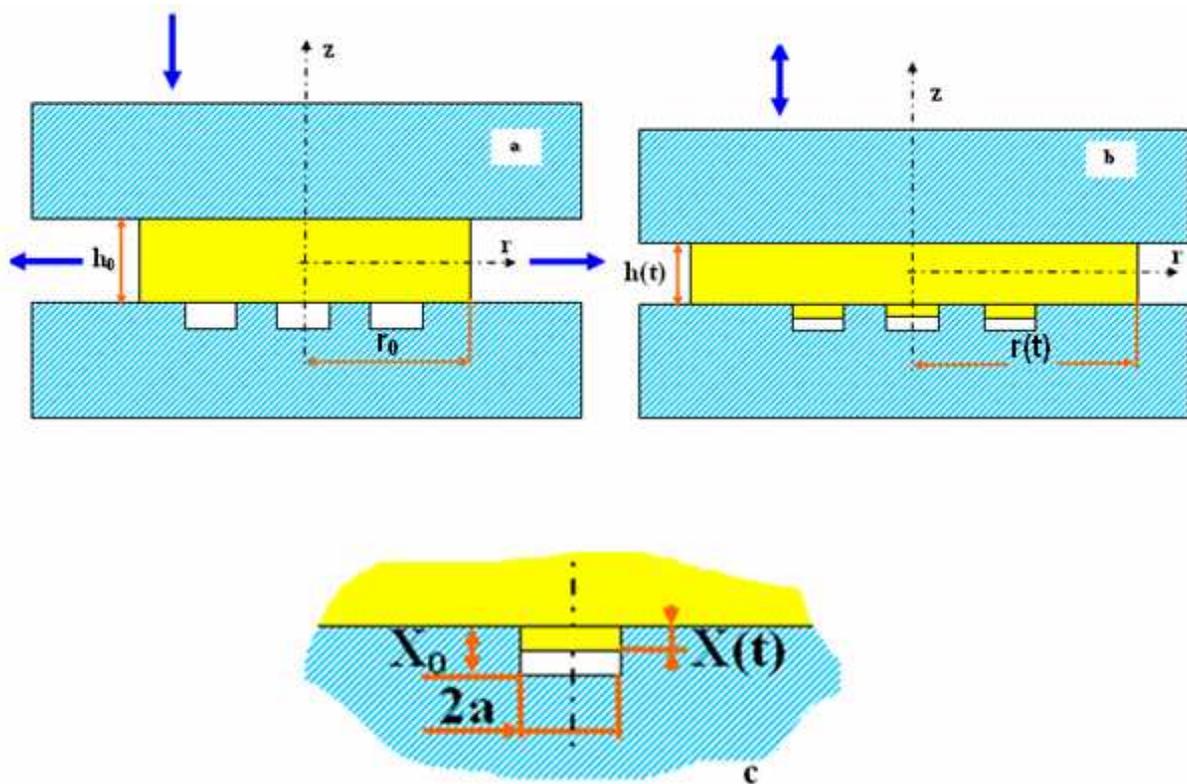


FIGURE IV.5 : Schématisation de la géométrie de l'écoulement de compression entre disques coaxiaux et parallèles présentant des cavités soumises aux opérations de remplissage [128,129].

IV.2.2.1. Mise en équation

Les volumes initiaux du disque de polymère ($V_{\text{polymère}}$) et celui des cavités ($V_{\text{Cavité}}$) étant respectivement de :

$$V_{\text{polymère}} = \pi r_0^2 h_0 \quad \text{et} \quad V_{\text{cavité}} = \pi a^2 X_0$$

L'hypothèse de conservation du volume permet d'écrire à l'instant t, si N est le nombre de cavités, que la conservation de volume obéit à la relation :

$$r_0^2 h_0 = r^2(t)h(t) + Na^2 X(t) \quad (\text{IV.45})$$

La dérivée de cette expression s'exprime sous la forme :

$$\frac{1}{h} \frac{dh}{dt} + \frac{2}{r} \frac{dr}{dt} + \frac{Na^2}{r^2 h} \frac{dX}{dt} = 0 \quad (\text{IV.46})$$

En introduisant les paramètres (α) et (β) qualifiant respectivement l'écoulement du matériau en compression entre les deux plateaux (α) ou celui associé au seul remplissage des cavités (β) il est possible de supposer, compte tenu de $\varepsilon_{zz} = \frac{\Delta h}{h}$:

$$\frac{1}{h} \frac{dh}{dt} = \frac{\alpha}{r} \frac{dr}{dt} \quad (\text{IV.47})$$

dont l'intégration conduit à

$$\frac{h}{h_0} = \left(\frac{r}{r_0} \right)^\alpha \quad (\text{IV.48})$$

Afin de simplifier l'équation (IV.46), il est également possible de suggérer puisque $\varepsilon_{rr} = \frac{\Delta r}{r}$ ce que l'on puisse écrire :

$$\frac{Na^2}{r^2 h} \frac{dX}{dt} = \frac{\beta}{r} \frac{dr}{dt} \quad (\text{IV.49})$$

En reportant les expressions (IV.47) et (IV.48) dans l'expression (IV.46) on obtient la relation suivante entre les coefficients :

$$\alpha + \beta + 2 = 0 \quad (IV.50)$$

En reportant alors l'équation (IV.41) dans (IV.48), l'expression de $r(t)$ s'écrit :

$$r(t) = r_0 \left(1 - \frac{2}{\alpha} \left(\frac{P_0}{3^{n+1/2} k} \right)^{1/n} \frac{t}{n} \right)^{n/2} \quad (IV.51)$$

Cette expression reportée dans l'expression (IV.48) permet de déduire la loi de variation de $h(t)$, exprimée sous la forme :

$$h(t) = h_0 \left(1 - \frac{2}{\alpha} \left(\frac{P_0}{3^{n+1/2} k} \right)^{1/n} \frac{t}{n} \right)^{\alpha n/2} \quad (IV.52)$$

L'introduction des équations (IV.51) et (IV.52) dans l'équation (IV.49) conduit à :

$$dX = - \frac{(\alpha + 2)}{a^2 r_0^\alpha} h_0 r^{\alpha+1} dr \quad (IV.53)$$

L'intégration de cette équation permet d'appréhender la loi de remplissage de la cavité, qui s'exprime sous la forme :

$$X(t) = \frac{h_0 r_0^2}{a^2} \left[1 - \left(1 - \frac{2}{\alpha} \left(\frac{P_0}{3^{n+1/2} k} \right)^{1/n} \frac{t}{n} \right)^{(\alpha+2)n/2} \right] \quad (IV.54)$$

Les différents termes de cette expression permettent de caractériser directement la réplique de cavités par estampage à la pression P_0 , en prenant en compte la géométrie initiale du substrat (h_0, r_0), les paramètres rhéologiques des polymères (n, k), le nombre des cavités (N), ainsi que les coefficients d'expansion relatif du disque polymère (α) et des micro-cavités (β).

IV.2.2.2 Données issues de la modélisation

Pour une configuration de compression présentée sur la figure IV.6, la deuxième approche décrite au paragraphe précédent permet d'illustrer l'évolution de l'épaisseur $h(t)$ en fonction du temps durant un essai de compression d'un disque polymère de dimension 20 mm de diamètre et 1 mm d'épaisseur dans le cas d'une seule cavité qui est située en position centrale ($N = 1, \alpha \neq -2$) et dont les dimensions correspondent à $X_0=0.1$ mm et $a=1$ mm, située en position centrale ($N = 1, \alpha \neq -2$).

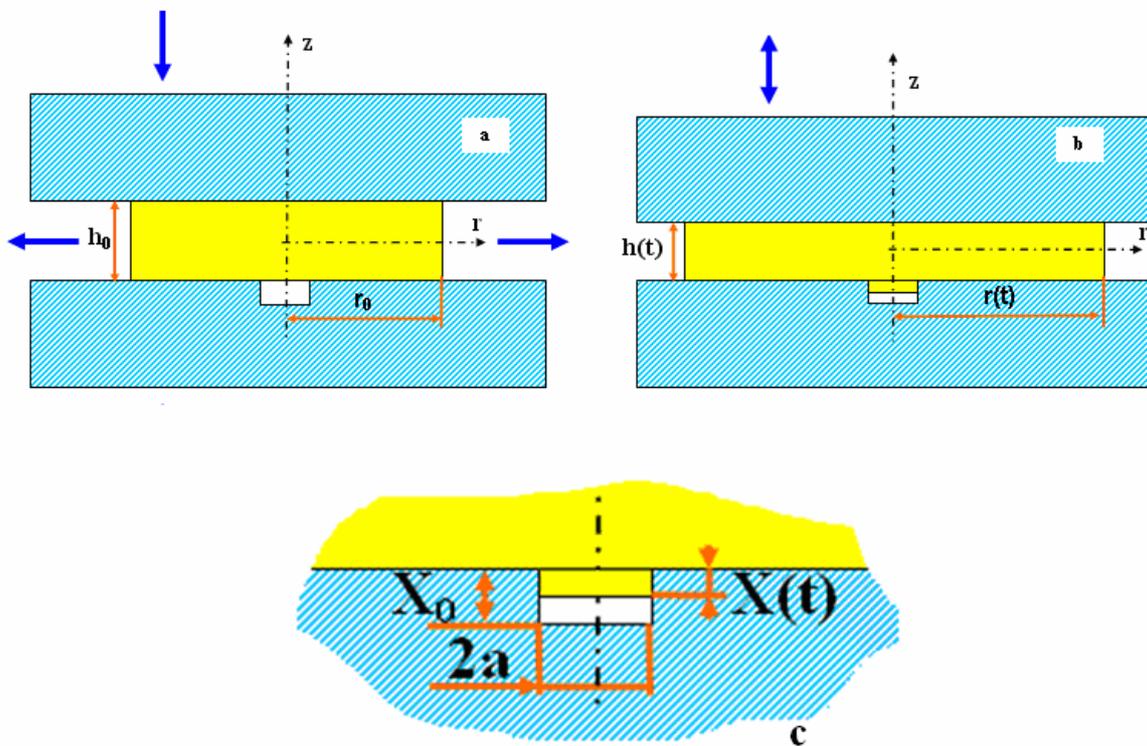


FIGURE IV.6 : Représentation schématique de la géométrie de l'écoulement de compression entre disques coaxiaux et parallèles à deux instants différents.

Dans l'approche simplifiée proposée ci-dessus, la force de compression est maintenue constante, correspondant à une valeur de pression initiale estimée à $P_0 = 100$ Pa. Les évolutions de $h(t)$ sont représentées sur la figure IV.7 pour différentes valeurs de α respectivement égales à -2,-3, et -4.

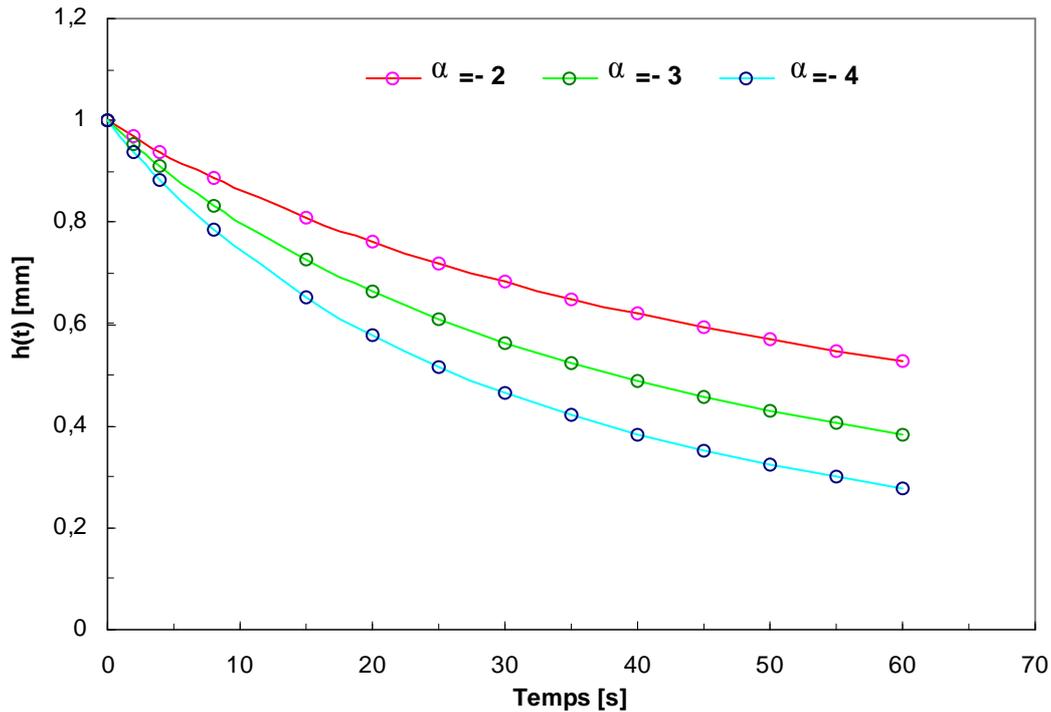


FIGURE IV.7 : Evolution de l'épaisseur du disque polymère en fonction du temps pour différentes valeurs de coefficient de remplissage (α) à ($n=0.8$ et $k=100 \text{ Pa}\cdot\text{s}^n$)

Le coefficient α correspond alors au rapport entre les valeurs de la vitesse de déformation transverse et celles des vitesses de déformations radiales de l'échantillon durant la compression. Il prend la valeur de -2 pour le cas d'une compression homogène d'un disque polymère sans cavité. De plus, on suppose dans le modèle que α prend des valeurs différentes de -2 dès qu'il y a présence de cavités à la surface des plateaux rigides. Sur la figure IV.7, les courbes d'évolution de $h(t)$ en fonction du temps, issues des modélisations analytiques de la compression d'un disque de polymère sont représentées. Elles permettent de qualifier la sensibilité de l'évolution de l'épaisseur $h(t)$ à la valeur (α). De plus, la diminution de $h(t)$ durant l'écrasement prend la même allure. Cette différence de comportement liée à la présence ou non des cavités peut être expliquée par un changement de mode d'écoulement (cf.figure.IV.8). Il reste à vérifier si cette hypothèse est vérifiée expérimentalement, notamment pour les valeurs de (α) correspondant à deux configurations basiques (compression à chaud sans cavité et avec cavité centrale de forme cylindrique). Ce même type d'approche peut être mis en œuvre quel que soit le nombre N de cavités.

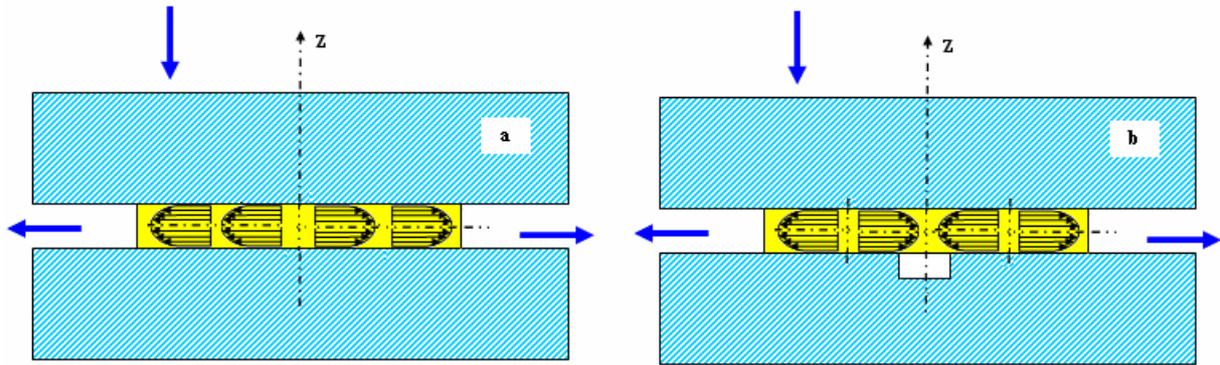


FIGURE IV.8 : Mode d'écoulement d'un polymère entre disques : (a) sans cavité (b) avec cavité centrale.

Il est possible en complément de décrire les relations exprimant le temps de remplissage, par rapport aux paramètres rhéologiques du matériau comprimé (k, n), aux dimensions de l'échantillon (h_0, r_0), au volume et à la forme des cavités, ainsi qu'à la pression P_0 (paramètre du procédé) et ce en utilisant la formule (IV.54).

IV.2.2.3. Temps de remplissage

Le calcul du temps de remplissage t_f de la cavité est rendu possible d'une part grâce à l'équation (IV.54) via les données rhéologiques et géométriques. Considérant qu'à $t = t_f$, $X(t_f) = X_0$, il en résulte donc :

$$t = \frac{\alpha n}{2} \left(\frac{3^{(n+1/2)} k}{P_0} \right)^{1/n} \left[1 - \left(1 - \frac{a^2 X(t)}{h_0 R_0^2} \right)^{\frac{2}{(\alpha+2)n}} \right] \quad (IV.55)$$

Les résultats obtenus sont représentés sur les figures IV.9 à IV.10 pour différentes valeurs de N correspondant au nombre de cavités initialement présentes sur la surface du moule. On constate immédiatement que le temps de remplissage dépend étroitement de la pression appliquée d'une part et des nombres de cavités d'autre part. Par ailleurs, on peut constater que l'écart Δt_i diminue progressivement avec la pression, ce qui correspond à une évolution phénoménologique cohérente.

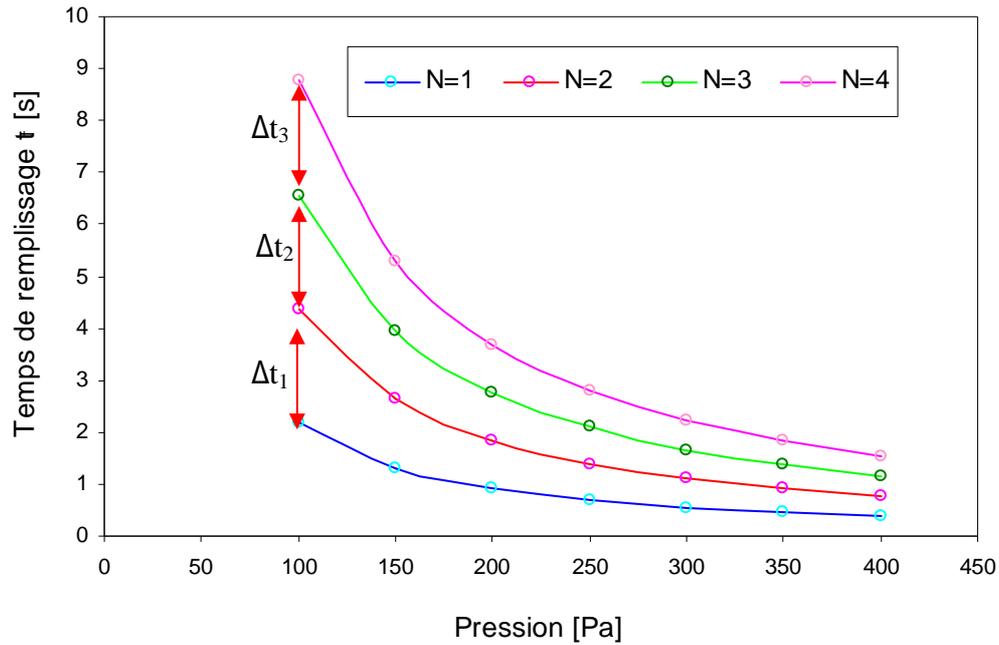


FIGURE IV.9 : Evolution du temps de remplissage en fonction de la pression initiale appliquée (P_0)

Parallèlement à ces résultats théoriques concernant le temps de remplissage, une mesure de ce dernier en fonction des propriétés rhéologiques (consistance (k) et indice d'écoulement (n)) permet de vérifier que celui-ci diminue avec l'augmentation de l'indice d'écoulement (n) d'une part, et d'autre part avec la diminution de la consistance (k). De plus, le temps de remplissage reste toujours élevé pour des nombres de cavités importants.

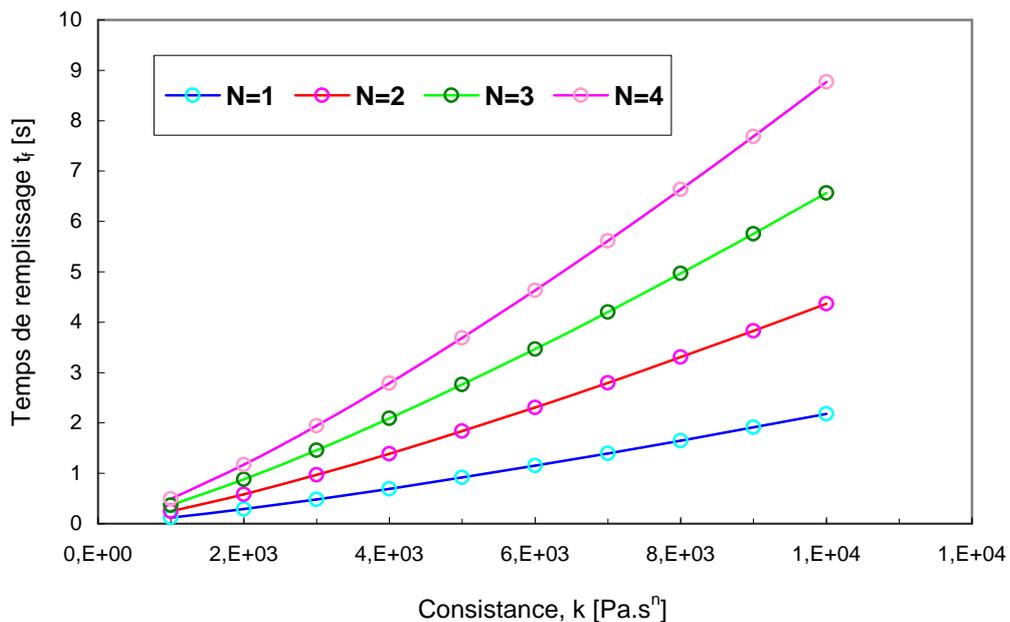


FIGURE IV.10 : Evolution du temps de remplissage en fonction de la consistance du polymère (k)

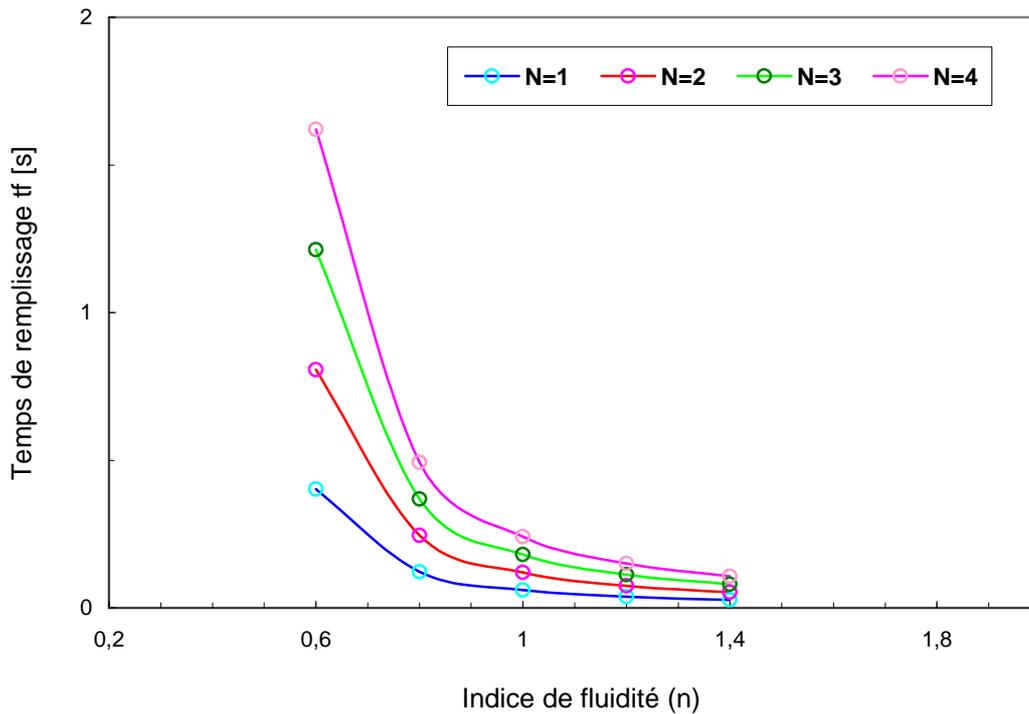


FIGURE IV.11 : Evolution du temps de remplissage en fonction de l'indice d'écoulement du polymère.

IV.3. INFLUENCE DE LA GEOMETRIE DES CAVITES

Les analyses précédemment développées permettent de comparer les résultats de remplissage, pour différentes formes de cavités positionnées en position centrale.

Dans ce paragraphe, nous étudions l'influence de la forme des cavités sur le remplissage. Dans ce contexte, cinq géométries ont été retenues [130,131] et sont illustrées sur la figure IV12.

Les équations de calcul (IV.51), (IV.52) et (IV.54) ont la possibilité de devenir plus générales. Elles peuvent être appliqués dans d'autres cas de compression à chaud à volume constant. Elles permettent notamment d'évaluer les évolutions de la géométrie du disque polymère et de prévoir le temps de remplissage à l'instant (t) (cf.figure.IV.12).

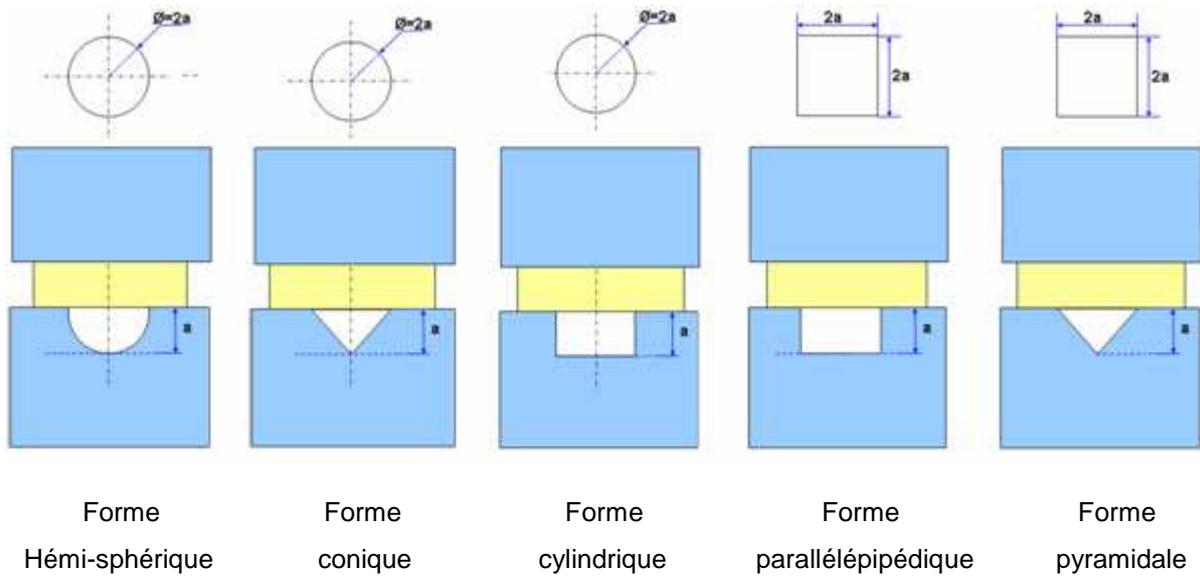


FIGURE IV.12 : Représentation schématique de la géométrie d'écoulement de compression du polymère entre disques dans différentes formes de cavités à $t=0s$.

IV.3.1. CAVITE DE FORME CONIQUE

Pour une forme conique l'équation (IV.45) peut s'écrire sous la forme :

$$\frac{a^2}{X_0^2} \left[X_0^2 X(t) - X_0 X^2(t) + \frac{X^3(t)}{3} \right] = h_0 r_0^2 \left[1 - \left(1 - \frac{2}{\alpha} \left(\frac{\rho_0}{3^{n+1/2} k} \right)^{1/n} \frac{t}{n} \right)^{(\alpha+2)n/2} \right] \quad (IV.56)$$

ou encore

$$t = \frac{\alpha n}{2} \left(\frac{3^{n+1/2} k}{\rho_0} \right)^{1/n} \left[1 - \left(1 - \frac{\frac{a^2}{X_0^2} \left[X_0^2 X(t) - X_0 X^2(t) + \frac{X^3(t)}{3} \right]}{h_0 r_0^2} \right)^{2/(\alpha+2)n} \right] \quad (IV.57)$$

Le remplissage d'une micro-cavité de forme pyramidale dont les dimensions sont décrites sur la figure IV.13 est maintenant envisagé.

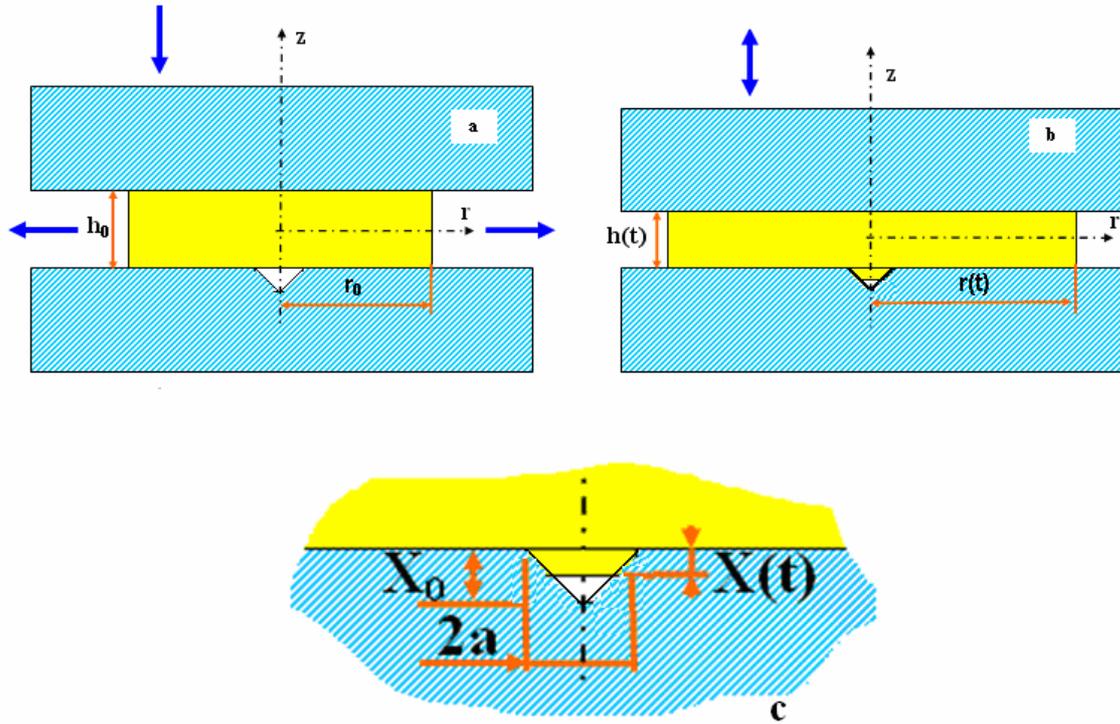


FIGURE IV.13 : Représentation schématique de la géométrie de l'écoulement de compression entre disques coaxiaux et parallèles à deux instants de temps avec présence de cavité conique.

IV.3.2. CAVITE DE FORME PYRAMIDALE

Le remplissage d'une cavité de forme pyramidale correspond aux équations IV.58 et IV.59 :

$$\frac{4a^2}{X_0^2} \left[X_0^2 X(t) - X_0 X^2(t) + \frac{X^3(t)}{3} \right] = \pi h_0 r_0^2 \left[1 - \left(1 - \frac{2}{\alpha} \left(\frac{\rho_0}{3^{n+1/2} k} \right)^{1/n} \frac{t}{n} \right)^{(\alpha+2)n/2} \right] \quad (\text{IV.58})$$

ou bien encore :

$$t = \frac{\alpha n}{2} \left(\frac{3^{n+1/2} k}{\rho_0} \right)^{1/n} \left[1 - \left(1 - \frac{\frac{4a^2}{X_0^2} \left[X_0^2 X(t) - X_0 X^2(t) + \frac{X^3(t)}{3} \right]}{\pi h_0 r_0^2} \right)^{2/(\alpha+2)n} \right] \quad (\text{IV.59})$$

IV.3.3. CAVITE DE FORME HEMI-SPHERIQUE

L'équation (IV.45) permet aussi de caractériser le mode de remplissage de cette cavité de forme hémisphérique décrite sur la figure IV.14. La connaissance du temps permet, entre autre, d'estimer la durée d'essai. L'équation IV.61 est alors utilisée pour le calcul de ce temps :

$$a^2 X(t) - \frac{X^3(t)}{3} = h_0 r_0^2 \left[1 - \left(1 - \frac{2}{\alpha} \left(\frac{\rho_0}{3^{n+1/2} k} \right)^{1/n} \frac{t}{n} \right)^{(\alpha+2)n/2} \right] \quad (IV.60)$$

de même

$$t = \frac{\alpha n}{2} \left(\frac{3^{n+1/2} k}{\rho_0} \right)^{1/n} \left[1 - \left(1 - \frac{a^2 X(t) - \frac{X^3(t)}{3}}{h_0 r_0^2} \right)^{2/(\alpha+2)n} \right] \quad (IV.61)$$

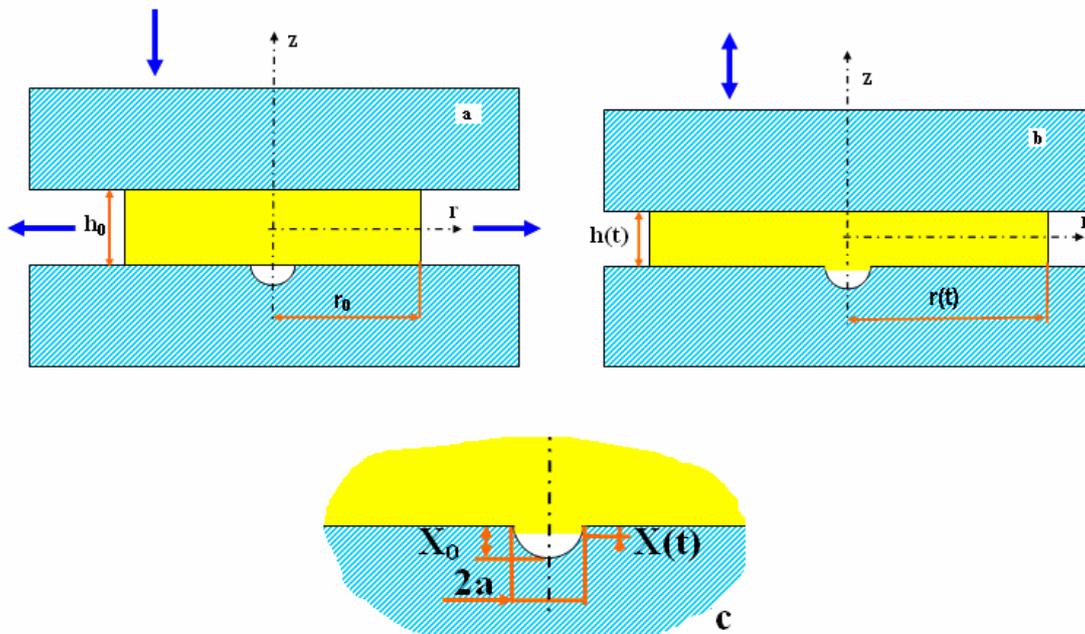


FIGURE IV.14 : Représentation schématique de la géométrie de l'écoulement de compression entre disques coaxiaux et parallèles à deux instants différents avec présence de cavité hémisphérique.

IV.3.4. CAVITE DE FORME PARALLELEPIPEDIQUE

De la même manière, l'équation (IV.45) peut être adaptée à la configuration d'une cavité de forme parallélépipédique conforme aux données de la figure IV.15. On obtient donc la forme suivante pour l'expression de $X(t)$:

$$X(t) = \frac{\pi h_0 r_0^2}{a^2} \left[1 - \left(1 - \frac{2}{\alpha} \left(\frac{\rho_0}{3^{n+1/2} k} \right)^{1/n} \frac{t}{n} \right)^{(\alpha+2)n/2} \right] \tag{IV.62}$$

et le temps de remplissage s'exprime sous la forme :

$$t = \frac{\alpha n}{2} \left(\frac{3^{n+1/2} k}{\rho_0} \right)^{1/n} \left[1 - \left(1 - \frac{a^2 X(t)}{\pi h_0 r_0^2} \right)^{2/(\alpha+2)n} \right] \tag{IV.63}$$

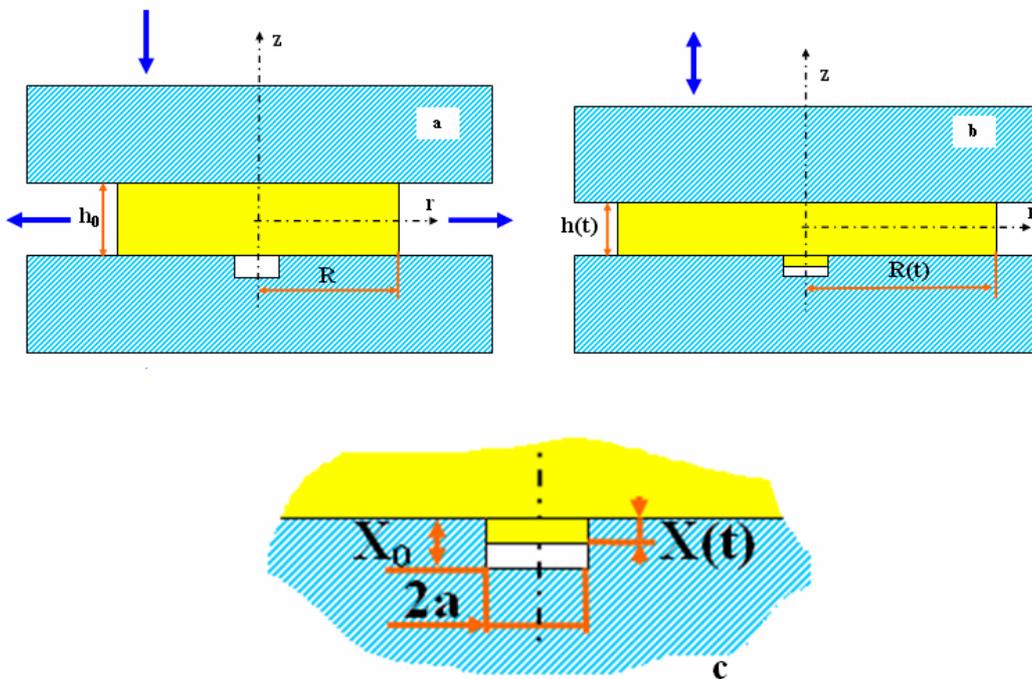


FIGURE IV.15 : Représentation schématique de la géométrie de l'écoulement de compression entre disques coaxiaux et parallèles à deux instants différents avec présence de cavité parallélépipédique.

IV.4 ANALYSE DU REMPLISSAGE

La détermination du temps de remplissage pendant la compression à chaud des matériaux polymères est essentielle pour optimiser le cycle de mise en forme. Dans le paragraphe suivant, on traite de l'effet de différentes formes de cavités, du volume à remplir ainsi que de l'effet du rapport hauteur/profondeur des cavités sur le remplissage.

IV.4.1. PROFONDEUR DE MICRO-CAVITES DE FORME IDENTIQUE

Ce cas de remplissage consiste à résoudre les équations (IV57), (IV59), (IV61) et (IV.63). En utilisant les valeurs des données qualifiantes de base regroupées dans le tableau IV.1 pour différentes formes de cavités de même profondeur, le temps de remplissage est calculé via les équations regroupées dans le tableau IV.2.

		Données théoriques
Propriétés rhéologiques du polymère	Indice d'écoulement (n)	0.8
	Consistance (k)	1000 Pa.s ⁿ
Dimensions des cavités	a	1 mm
	X ₀	0.1 mm
Dimensions de l'échantillon	Rayon r ₀	10 mm
	Epaisseur h ₀	1 mm
Paramètre du procédé	Pression (P ₀)	100 Pa
Coefficient d'écoulement	α	-3

TABLEAU IV.1 : Données matérielles et géométriques utilisées dans l'approche théorique du remplissage de cavités par estampage.

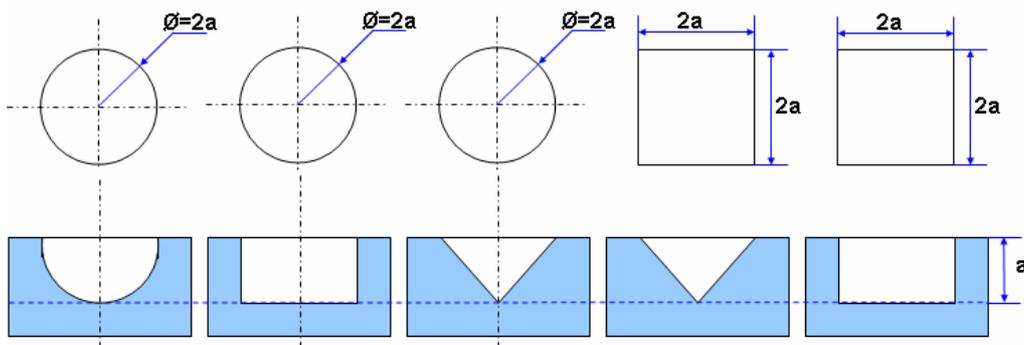


FIGURE IV.16 : Représentation schématique des différentes formes de cavités de profondeur identique ($X_0=a$).

Forme de cavité	Temps de remplissage
Cylindrique	$t = \frac{\alpha n}{2} \left(\frac{3^{(n+1/2)} k}{P_0} \right)^{1/n} \left[1 - \left(1 - \frac{a^2 X(t)}{h_0 R_0^2} \right)^{2/(\alpha+2)n} \right]$
Hemis-phérique	$t = \frac{\alpha n}{2} \left(\frac{3^{n+1/2} k}{\rho_0} \right)^{1/n} \left[1 - \left(1 - \frac{a^2 X(t) - \frac{X^3(t)}{3}}{h_0 r_0^2} \right)^{2/(\alpha+2)n} \right]$
Conique	$t = \frac{\alpha n}{2} \left(\frac{3^{n+1/2} k}{\rho_0} \right)^{1/n} \left[1 - \left(1 - \frac{\frac{a^2}{X_0^2} \left[X_0^2 X(t) - X_0 X^2(t) + \frac{X^3(t)}{3} \right]}{h_0 r_0^2} \right)^{2/(\alpha+2)n} \right]$
Pyramidale	$t = \frac{\alpha n}{2} \left(\frac{3^{n+1/2} k}{\rho_0} \right)^{1/n} \left[1 - \left(1 - \frac{\frac{4a^2}{X_0^2} \left[X_0^2 X(t) - X_0 X^2(t) + \frac{X^3(t)}{3} \right]}{\pi h_0 r_0^2} \right)^{2/(\alpha+2)n} \right]$
Parallélépipédique	$t = \frac{\alpha n}{2} \left(\frac{3^{(n+1/2)} k}{P_0} \right)^{1/n} \left[1 - \left(1 - \frac{a^2 X(t)}{\pi h_0 R_0^2} \right)^{2/(\alpha+2)n} \right]$

TABLEAU IV.2 : Différentes expressions du temps de remplissage pour $0 \leq X(t) \leq a$.

Afin de comparer les évolutions des temps de remplissage obtenus pour différentes formes de cavités (cf. figure IV.16), ceux-ci sont reportés, sur un même graphe, la figure IV.17 présentant l'évolution du temps durant le remplissage de cavités de formes différentes, à profondeur identique.

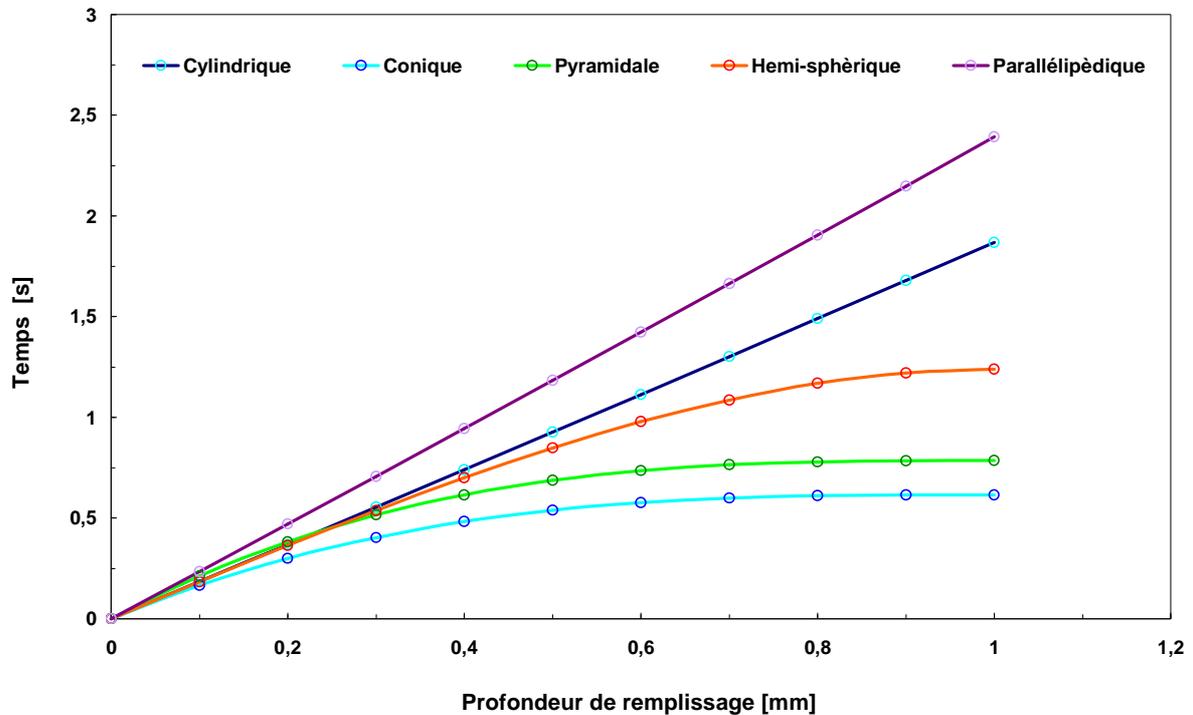


FIGURE IV.17 : Evolution du temps de remplissage de cavités de géométries variées avec profondeur identique.

Les courbes relatées sur la figure IV.17 montrent que l'évolution du temps de remplissage des cavités est proportionnel pour les cavités à section uniforme (cavité de forme cylindrique par exemple) et ce jusqu'en fin d'essai. En revanche, ces temps calculés pour les autres cavités à section variable (comme exemple, la forme pyramidale) ne le sont pas. Le temps de remplissage final est 5 fois plus élevé dans le cas d'une cavité de forme parallélépipédique que dans le cas d'une cavité de forme conique de même profondeur. Cette différence est essentiellement liée au volume des cavités à remplir (voir tableau IV.3).

Pour la même profondeur, les inégalités suivantes sont licites :

$$V_{\text{Conique}} < V_{\text{Pyramidale}} < V_{\text{Hemi-sphérique}} < V_{\text{Cylindrique}} < V_{\text{Parallélépipédique}} \rightarrow$$

$$t_{\text{Conique}} < t_{\text{Pyramidale}} < t_{\text{Hemi-sphérique}} < t_{\text{Cylindrique}} < t_{\text{Parallélépipédique}}$$

Les différentes formes de cavités					
	Parallélépipédique	Cylindrique	Hémi-sphérique	Pyramidale	Conique
Volume	$4a^3$	πa^3	$(2\pi/3).a^3$	$(4/3).a^3$	$(\pi/3).a^3$
%	100	78.5	52	33	26

TABLEAU IV.3 : Volumes des cavités en référence au volume de la cavité de forme parallélépipédique.

IV.4.2. VOLUMES ET SURFACES IDENTIQUES DE MICRO-CAVITES

La seconde étape consiste à considérer un volume de remplissage identique dans des cavités de forme différente (cf.figure.IV.18). Cette analyse repose sur les équations IV.55, IV.57, IV.59, IV.61 et IV.63 dont les valeurs sont regroupées dans le tableau IV.3.

Forme des cavités	Temps de remplissage des cavités
Hemi- sphérique $0 \leq X_1(t) \leq h_1$	$t = \frac{\alpha n}{2} \left(\frac{3^{(n+1/2)} k}{P_0} \right)^{1/n} \left[1 - \left(1 - \frac{a^2 X_1(t) - \frac{X_1^3(t)}{3}}{h_0 R_0^2} \right)^{2/(\alpha+2)n} \right]$
Cylindrique $0 \leq X_2(t) \leq h_2$	$t = \frac{\alpha n}{2} \left(\frac{3^{(n+1/2)} k}{P_0} \right)^{1/n} \left[1 - \left(1 - \frac{a^2 X_2(t)}{h_0 R_0^2} \right)^{2/(\alpha+2)n} \right]$
Conique $0 \leq X_3(t) \leq h_3$	$t = \frac{\alpha n}{2} \left(\frac{3^{(n+1/2)} k}{P_0} \right)^{1/n} \left[1 - \left(1 - \frac{\frac{a^2}{X_0^2} \left(X_0^2 X_3(t) - X_0 X_3^2(t) + \frac{X_3^3(t)}{3} \right)}{h_0 R_0^2} \right)^{2/(\alpha+2)n} \right]$
Pyramidale $0 \leq X_4(t) \leq h_4$	$t = \frac{\alpha n}{2} \left(\frac{3^{(n+1/2)} k}{P_0} \right)^{1/n} \left[1 - \left(1 - \frac{\frac{4a^2}{X_0^2} \left(X_0^2 X_4(t) - X_0 X_4^2(t) + \frac{X_4^3(t)}{3} \right)}{\pi h_0 R_0^2} \right)^{2/(\alpha+2)n} \right]$
Parallélépipédique $0 \leq X_5(t) \leq h_5$	$t = \frac{\alpha n}{2} \left(\frac{3^{(n+1/2)} k}{P_0} \right)^{1/n} \left[1 - \left(1 - \frac{a^2 X_5(t)}{\pi h_0 R_0^2} \right)^{2/(\alpha+2)n} \right]$

TABLEAU IV.4 : Les différentes formules utilisées pour la prévision du temps de remplissage pour $0 \leq X_i(t) \leq h_i$.

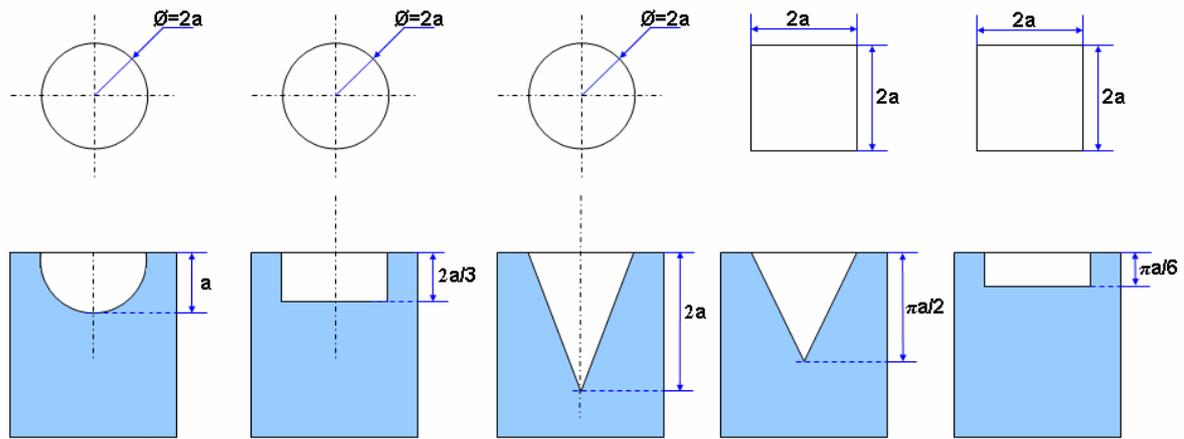


FIGURE IV.18 : Représentation schématique des différentes formes de cavités de volume de remplissage identique.

Dans la présente étude, on considère la cavité de forme hémisphérique comme forme de référence. La détermination de la profondeur (h_i) pour chaque cavité nécessaire pour obtenir un volume de remplissage constant est facilement calculable. L'ensemble des résultats est regroupé dans le tableau IV.5.

Cavité	Hémi sphérique	Cylindrique	Conique	Pyramidale	Parallélépipédique
Volume	$(2\pi/3).a^3$	πa^2h_2	$(\pi/3). a^2h_5$	$(4/3). a^2h_4$	$4a^2h_5$
h_i	a	$2a/3$	$2a$	$\pi a/2$	$\pi a/6$

TABLEAU IV.5 : Valeurs des profondeurs des cavités en référence au volume et à la profondeur de la cavité de forme hémisphérique (volume de remplissage identique).

Les courbes de l'évolution du temps de remplissage des cavités de formes différentes et de même volume sont présentées dans la figure IV.19. On constate que le remplissage final de ces différentes cavités à volume constant se réalise dans le même temps. Dans ce cas là, on peut conclure que la forme des cavités n'influe pas sur le temps final de remplissage mais sur le débit de remplissage c'est à dire sur la quantité de matière à faire pénétrer dans la cavité à un instant (t) quelconque.

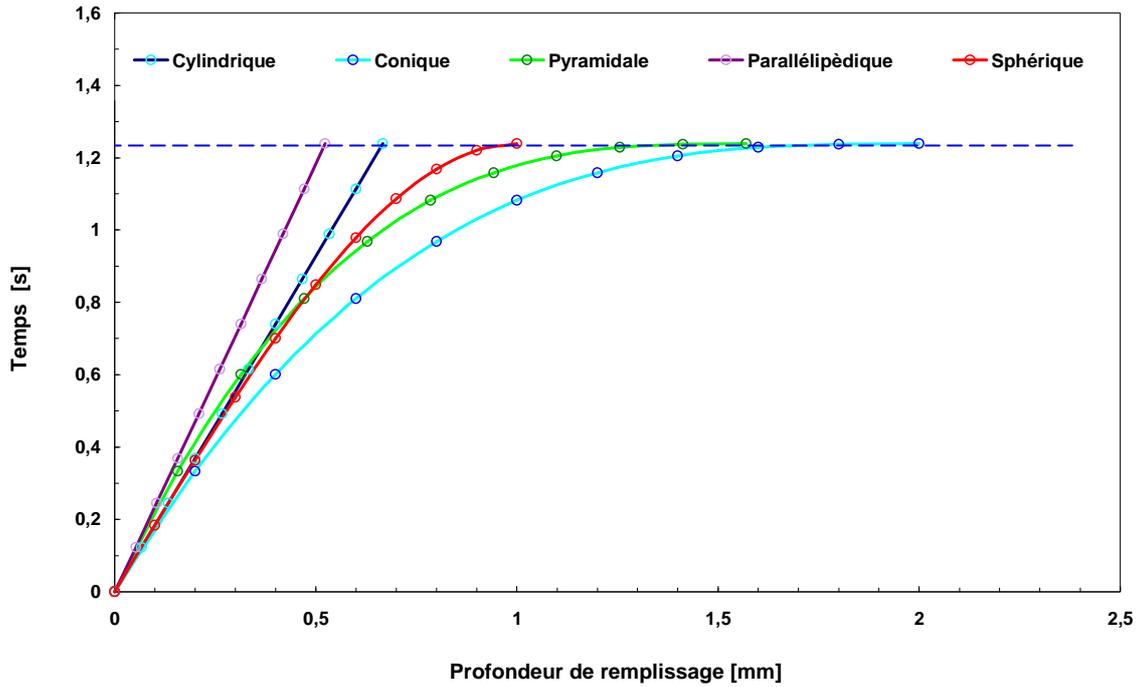


FIGURE IV.19 : Evolution du temps de remplissage pour différents cavités de volume identique.

Il est à noter que le volume de remplissage est proportionnel pour les géométries à section uniforme alors que dans les géométries à section variable, ce volume de remplissage associé à la vitesse de remplissage est variable.

IV.4.3. TAILLE DES MICRO-CAVITES DECROISSANTES

La variation du temps de remplissage de micro-cavités est présentée en fonction de la profondeur, pour cinq formes différentes de cavités de taille décroissante, (cf.figure.IV.20).

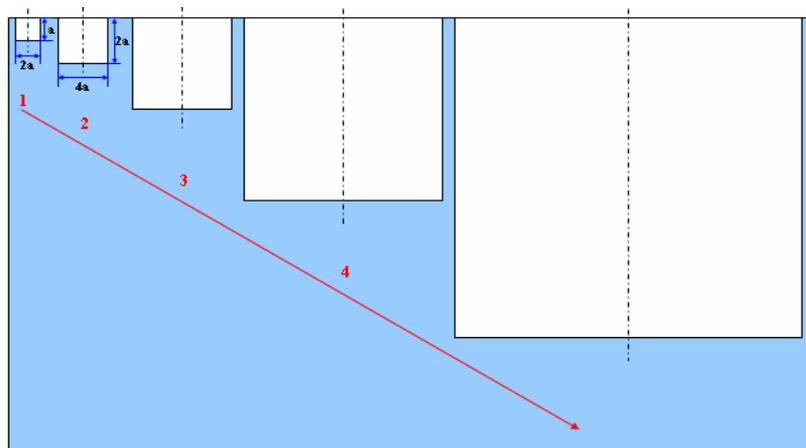


FIGURE IV.20 : Représentation schématique des cavités cylindriques de volume de remplissage croissant.

Le calcul du volume des différentes cavités pour cinq formes différentes correspond aux résultats regroupés dans le tableau VI.6. A titre d'exemple, on suppose dans le cas indiqué dans la figure IV.20, que l'on dispose d'une cavité cylindrique de diamètre et de profondeur de valeurs respectivement égales à a_1 et de volume V égal à πa_1^3 . Le volume des autres cavités homothétiques, est de 2 à 10 fois le volume initial de la première cavité (tableau IV.6) :

Echelle	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
Volume V	V	8V	27V	64V	125V	216V	343V	512V	729V	1000V

TABLEAU IV.6 : Variation des volumes des cavités par rapport à la cavité de référence.

Les équations citées précédemment permettent d'obtenir le temps final de remplissage pour chaque cavité à $t=t_f$ correspond à $X(t)=a_i$. À partir des données théoriques du tableau IV.1 et celles des équations regroupées dans le tableau VI.7, les résultats du temps de remplissage final sont représentés sur la figure IV.21.

Forme de cavité	Temps de remplissage
Hemi- phérique	$t_f = \frac{\alpha n}{2} \left(\frac{3^{(n+1/2)} k}{P_0} \right)^{1/n} \left[1 - \left(1 - \frac{2a^3}{3h_0 R_0^2} \right)^{2/(\alpha+2)n} \right]$
Cylindrique	$t_f = \frac{\alpha n}{2} \left(\frac{3^{(n+1/2)} k}{P_0} \right)^{1/n} \left[1 - \left(1 - \frac{a^3}{h_0 R_0^2} \right)^{2/(\alpha+2)n} \right]$
Conique	$t_f = \frac{\alpha n}{2} \left(\frac{3^{(n+1/2)} k}{P_0} \right)^{1/n} \left[1 - \left(1 - \frac{a^3}{3h_0 R_0^2} \right)^{2/(\alpha+2)n} \right]$
Pyramidale	$t_f = \frac{\alpha n}{2} \left(\frac{3^{(n+1/2)} k}{P_0} \right)^{1/n} \left[1 - \left(1 - \frac{4a^3}{3\pi h_0 R_0^2} \right)^{2/(\alpha+2)n} \right]$
Parallélépipédique	$t_f = \frac{\alpha n}{2} \left(\frac{3^{(n+1/2)} k}{P_0} \right)^{1/n} \left[1 - \left(1 - \frac{4a^3}{\pi h_0 R_0^2} \right)^{2/(\alpha+2)n} \right]$

TABLEAU IV.7 : Temps final du remplissage pour différentes formes de cavités.

La figure IV.21 représente l'évolution de la valeur du temps de remplissage final en fonction de la taille des cavités pour différentes formes. D'un point de vue géométrique, la durée de remplissage est une fonction croissante de la taille de la micro-cavité : plus la taille de géométrie est élevée, plus son temps de remplissage est important. De plus, nous constatons que les valeurs du temps final de remplissage sont nettement plus élevées dans le cas d'une cavité de forme parallélépipédique que dans le cas d'une cavité de forme conique pour les raisons citées précédemment. Le temps de remplissage est 5 fois plus élevé dans le premier cas (cavité parallélépipédique de 1 mm de profondeur) que dans le deuxième cas (conique de même profondeur). En revanche l'allure de ce temps de remplissage est cette fois-ci semblable dans ces cavités de différentes formes.

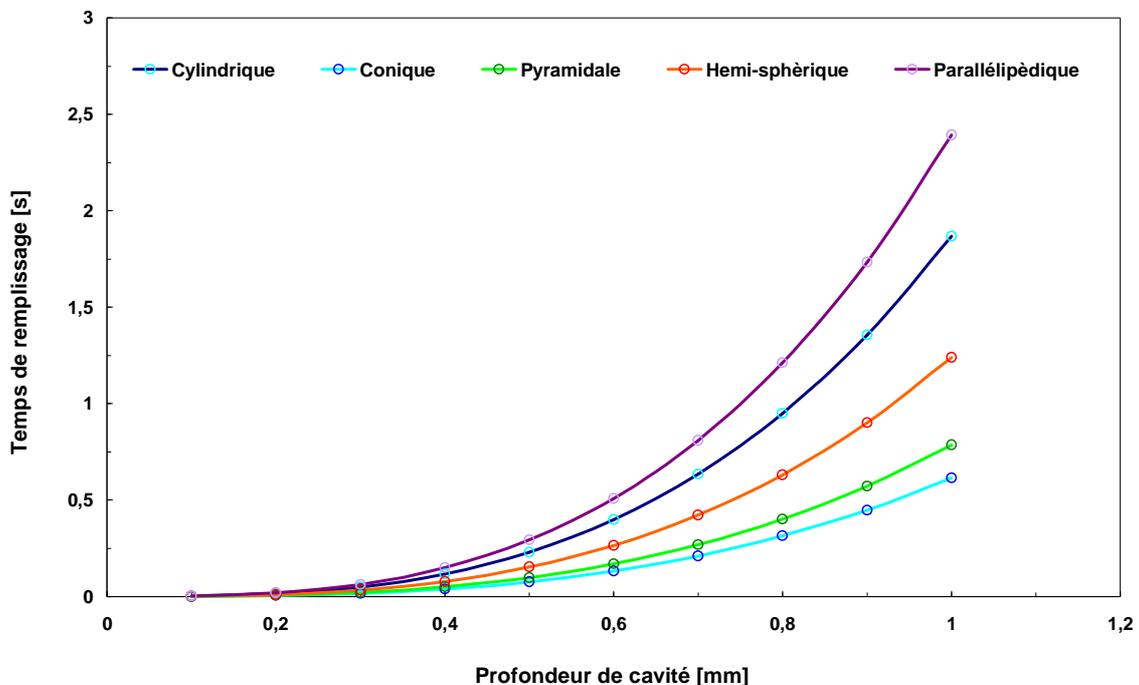


FIGURE IV.21 : Evolution du temps de remplissage final pour différents cavités de taille croissante.

IV.4.4. PROFONDEUR DES MICRO-CAVITES CROISSANTES

L'évolution du temps de remplissage pour des cavités de même section et de profondeurs croissantes (cf.figure.IV.21), lors d'un essai de compression est représentée sur la figure IV.22. Dans cette analyse, on a sélectionné un rapport de 1 à 10 entre la profondeur des cavités (voir tableau IV.8).

a [mm]	0.1									
h_i [mm]	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
h_i/a	10	20	30	40	50	60	70	80	90	100

TABLEAU IV.8 : Echelle de grandeur des tailles de cavités en référence à la première cavité.

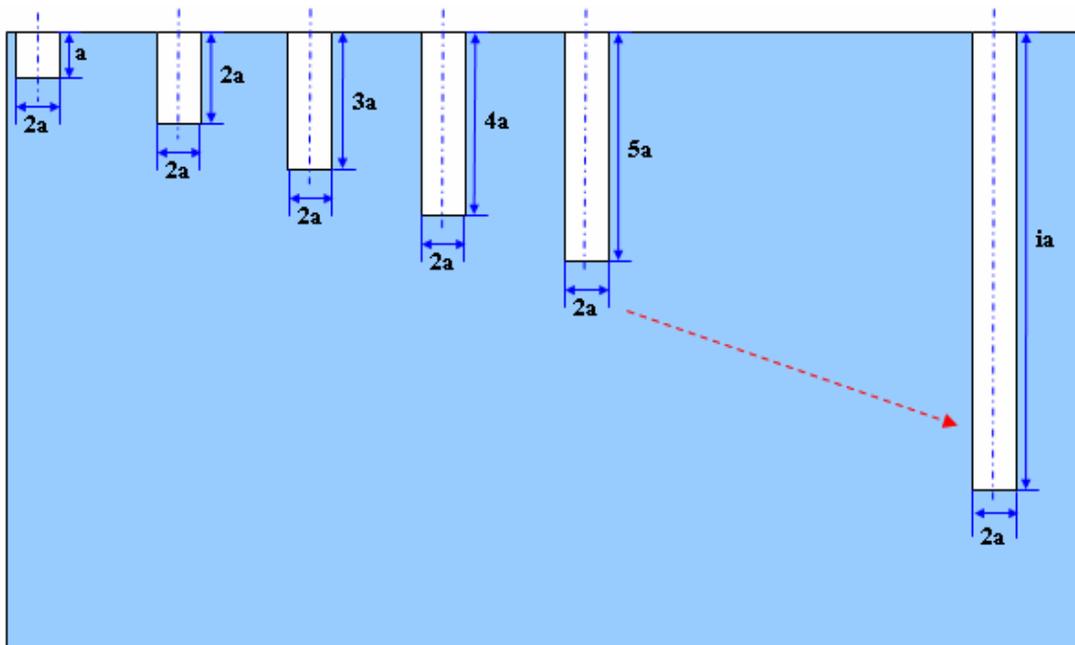


FIGURE IV.22 : Représentation schématique des cavités cylindriques de section identique et de profondeur croissante.

La figure IV.23 illustre le temps de remplissage dans les cavités de forme différente et de section constante pour des différents rapports h_i/a spécifiques. On constate que ce temps est très semblable et ce avec de très faibles valeur de h_i . L'écart Δt augmente cependant très significativement entre les deux formes avec h_i .

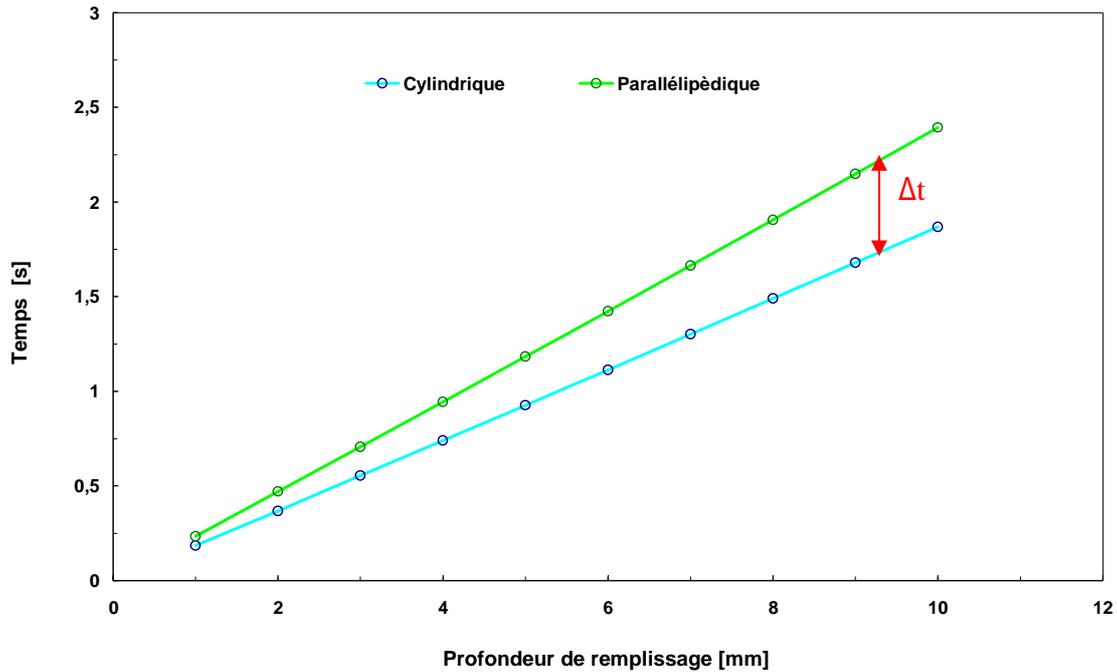


FIGURE IV.23 : Evolution du temps final de remplissage dans deux types de cavités de taille croissante.

IV.5. ESSAI D'ESTMAPAGE À CHAUD

IV.5.1. PROCEDURE ASSOCIEE A L'ESSAI INSTRUMENTE

La presse utilisée lors de cette campagne expérimentale est une presse électrique instrumentée (Instron 6025) avec une cellule de force d'une capacité nominale de 100 kN. La presse est principalement asservie en mode automatique grâce à un ordinateur utilisant le logiciel Test Star[®] II de MTS. On peut réaliser un asservissement en contrôle de force, de déplacement ou de déformation. La machine est équipée de 2 plateaux parallèles axisymétriques de diamètre égal à 60 mm espacés d'une hauteur (h_0). Le plateau inférieur est mobile et le plateau supérieur maintenu en position fixe. Ce dernier comporte ou non une seule cavité de dimensions respectivement égales à (r_0) et (X_0) positionnée au centre du plateau.

Les essais de compression à chaud à force imposée ont été réalisés en utilisant des éprouvettes en matériaux polymères de forme cylindrique dont les dimensions correspondent à 49 mm de diamètre et 8 mm d'épaisseur. Le rapport hauteur/diamètre retenu égal à 6, permet d'éviter le flambement. La température de l'enceinte pendant les périodes de sollicitations est de l'ordre de T_g+30 °C. Un protocole expérimental a été mis au point pour la réalisation des essais de

compression à chaud. La machine a été instrumentée pour réaliser les essais de l'estampage dans les meilleures conditions. Un bon centrage de la tige est très important pour assurer un bon contact de celle-ci à la paroi latérale de l'échantillon et permettre de réaliser des mesures correctes lors de l'essai de compression.

Après avoir placé l'éprouvette entre deux plateaux rigides ainsi que l'indique la figure IV.24, le piston de la presse permet le contact entre l'échantillon et le plateau supérieur. Le bon centrage de l'échantillon est assuré par un positionnement à partir de cercles concentriques présents sur la surface des deux plateaux.

Le système de mesure des déformations radiales est constitué d'un seul extensomètre linéaire LVDT au lieu de trois positionnées à 120° autour de l'éprouvette (problème d'encombrement). Il est installé à l'extérieur de l'enceinte. Une tige cylindrique de diamètre égal à 3 mm assure le contact entre le capteur LVDT et l'échantillon à tester. La figure IV.24 présente la mise en place de l'éprouvette, le système de mesure des déformations radiales et de température avant le démarrage de l'essai.

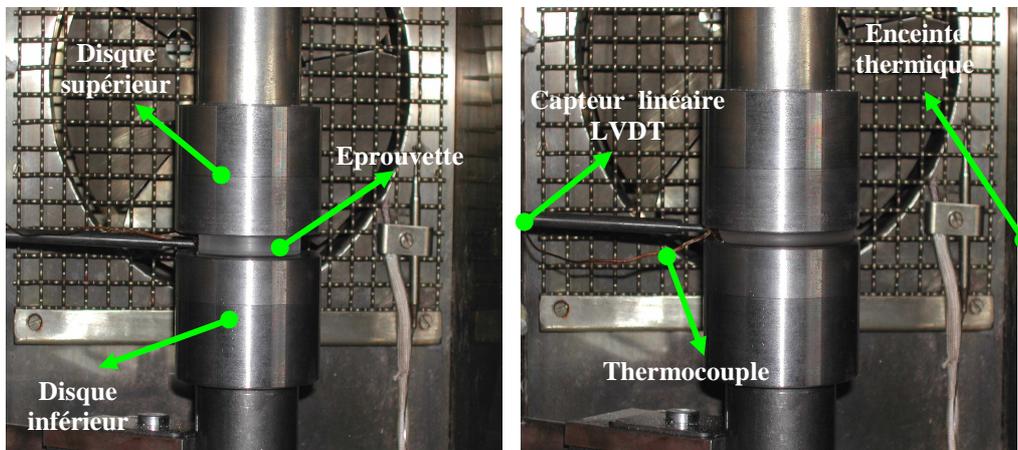


FIGURE IV.24 : Positionnement de l'éprouvette et des systèmes de mesure des déformations et des températures en cours d'essai [128,132].

IV.5.2. MISE EN TEMPERATURE DE L'ÉPROUVETTE

Afin de vérifier l'évolution thermique des deux disques en contact avec l'échantillon, deux sondes thermiques de surface ont été utilisées. Ces sondes sont collées sur la surface des deux plateaux rigides. Après l'installation de l'éprouvette, du système de

mesure de déformation radiale et le collage des sondes thermiques, l'enceinte thermique est fermée. La température de l'enceinte est régulée par un système de contrôle de l'enceinte. Il est important de conserver la force appliquée sur l'échantillon à une valeur non nulle durant la mise en température afin d'assurer le contact entre échantillon et plateaux avant de commencer l'essai.

Les évolutions des températures mesurées pendant un cycle complet de compression à chaud sont représentées sur la figure IV.25. Ces évolutions permettent de vérifier le bon fonctionnement ou non de l'échauffement des deux plateaux et autorisent le transfert de la chaleur par conduction vers l'éprouvette de façon homogène.

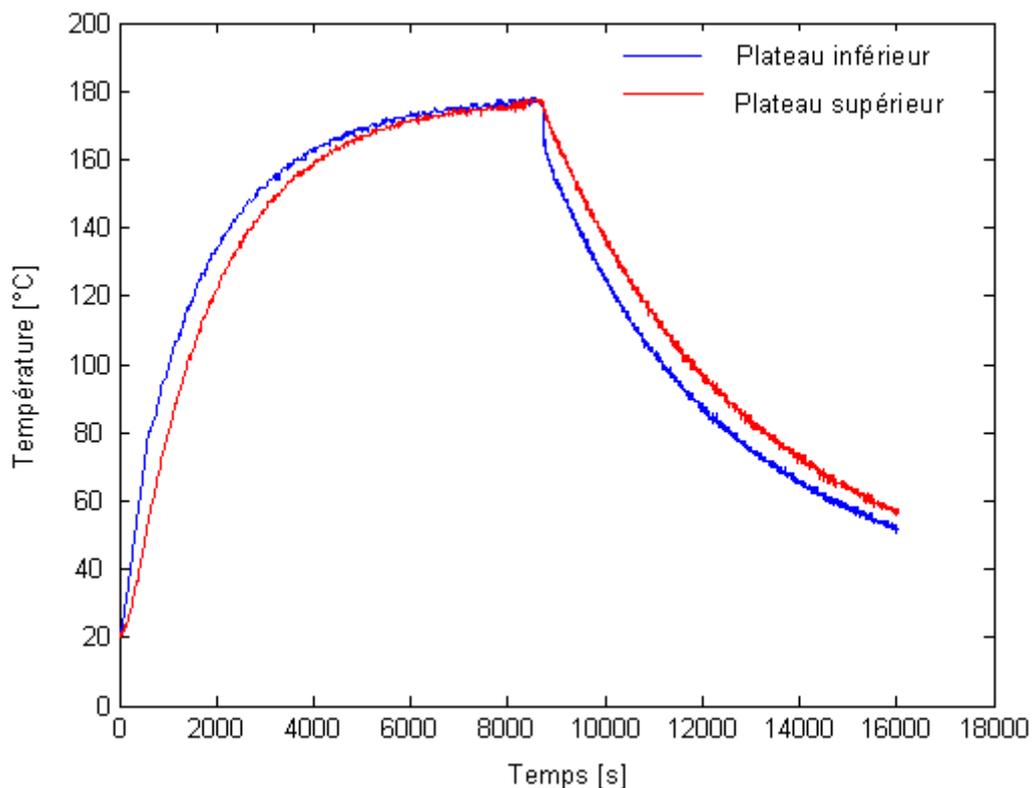


FIGURE IV.25 : Evolution de températures des plateaux rigides durant un cycle complet d'un essai de compression à chaud du polymère COC 5013 ($T_{\text{chauff.}}=180\text{ °C}$; $T_{\text{refroi.}}=60\text{ °C}$).

La compression de ces échantillons s'effectue à charge constante ($P_0=4\text{ bar}$) jusqu'à un taux de compression de 60 % lors des essais [132]. L'enregistrement des grandeurs suivantes est réalisé :

- force appliquée et déplacement vertical de la traverse,
- déplacement radial pendant la mise en forme,

- températures des plateaux en contact avec l'échantillon au cours de sa déformation pendant la compression.

IV.5.3. MATERIEL ET METHODES

Les polymères soumis à ces tests sont ceux décrits aux chapitres II et III.

IV.5.3.1. Données expérimentales

Deux exemples d'écoulement ont été traités dans cette partie pour vérifier d'une part si la présence d'une cavité influe sur le mode d'écoulement, et d'autre part si le rapport entre les vitesses de déformations transversales et radiales est égal à -2 dans une configuration simple sans cavité et différente de -2 à la présence de celle-ci. Dans cet objectif, des essais ont été réalisés afin de comparer les évolutions de rayon des disques en polymère en fonction du temps de compression en ce tenant compte de l'effet de la fluidité des polymères sur l'écoulement. Ces données sont obtenues pour une température $T_g + 30 \text{ °C}$ pour tous les polymères étudiés.

Les figures IV.26 et IV.27 présentent des comparaisons entre les évolutions du rayon R du disque à partir d'un essai de compression à chaud dans deux configurations différentes : sans et avec cavité.

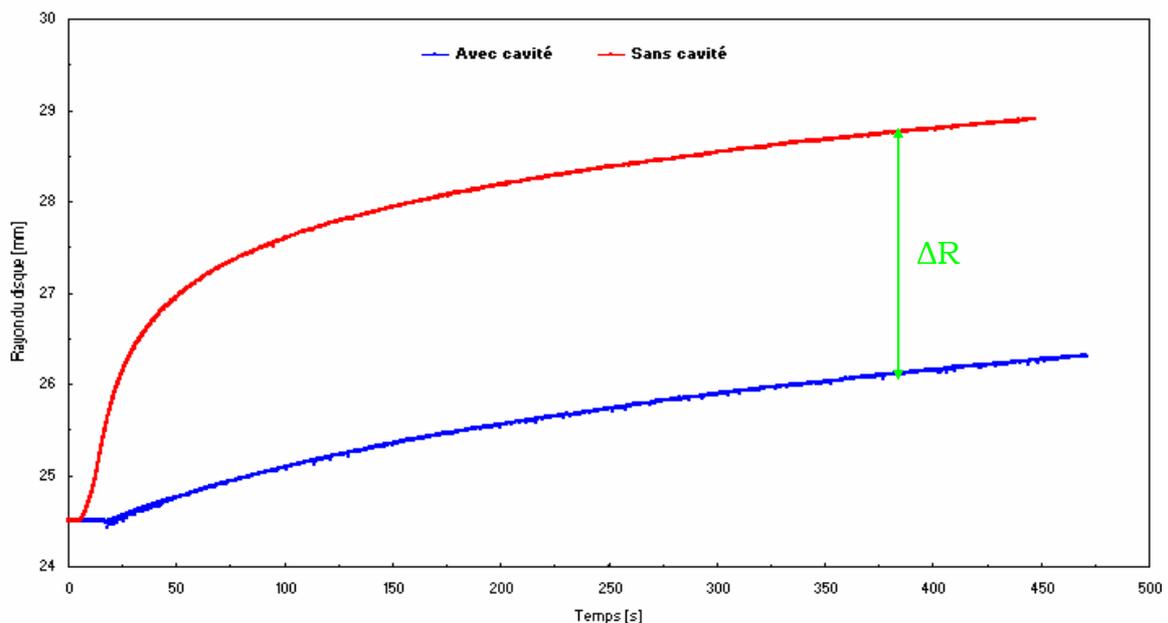


FIGURE IV.26 : Evolution temporelle du rayon du disque en polymère COP 480 en fonction du temps, à une température de 170 °C.

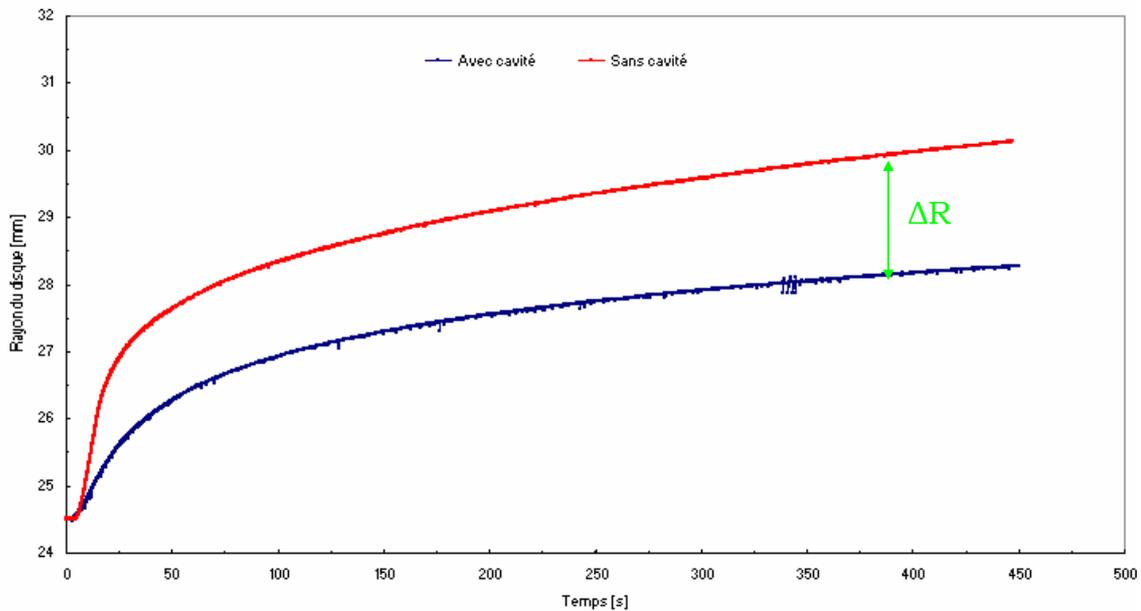


FIGURE IV.27 : Evolution temporelle du rayon du disque en polymère COC6013 en fonction du temps, à une température de 170 °C.

Les résultats concernant la compression à chaud en présence ou non des cavités montrent clairement la présence d'un écart ΔR entre les deux configurations. En effet, l'écoulement de compression est sensible à la présence ou non des cavités à la surface des disques (cf.figure.IV.8).

Il est à noter que l'écart entre l'évolution du rayon des disques en polymère amorphe pendant les tests de compression avec ou sans cavité évolue pour un même temps d'écoulement (350 min) avec l'indice de fluidité (MFI) des polymères (cf.figure.IV.28). On rappellera que l'indice de fluidité obtenu n'est pas obtenu dans des conditions identiques à celles imposées par la norme conseillée par AFNOR et que de plus la viscosité mesurable est définie pour des températures supérieures à celles caractérisant les tests de remplissage. On voit d'une part que les données sont corrélables aux différentes valeurs d'indice de fluidité et que d'autre part la présence d'une cavité modifie les écoulements.

La hiérarchisation retenue dans le graphe de la figure IV.28 est conforme à celle des résultats obtenus par rapport l'indice de fluidité d'une part et d'autre part en rapport avec le module complexe présenté dans les chapitres II et III. On retiendra en pratique qu'il est possible d'accélérer le remplissage en choisissant un polymère à indice élevé, tous autres paramètres par ailleurs similaires.

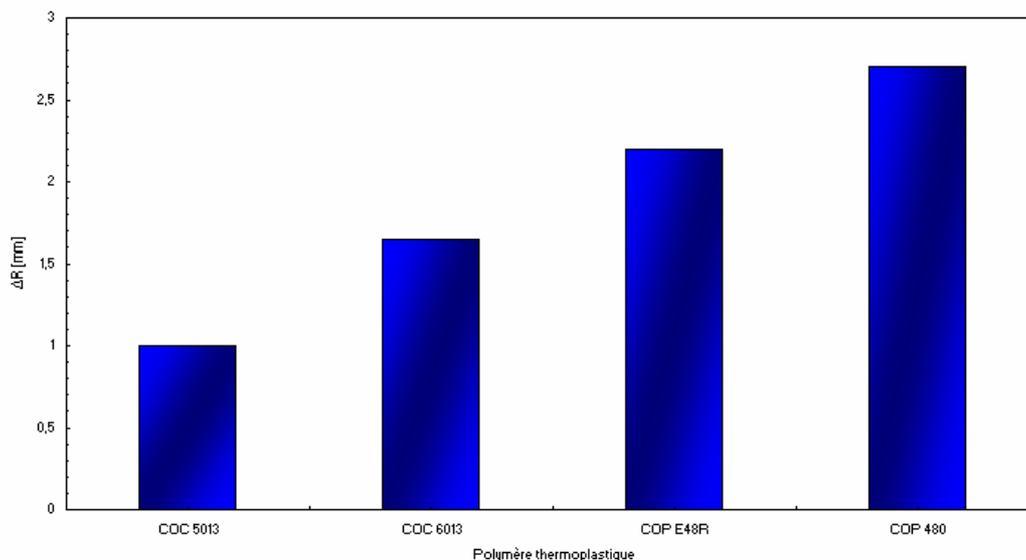


FIGURE IV.28 : Evolution temporelle de l'écart ΔR caractérisant l'écrasement différentiel du disque en présence ou non d'une cavité pour différents polymères à 170 °C.

Sur la figure IV.29, on constate que les écarts ΔR des échantillons d'indice de fluidité identique (20 g/10 min à 280 °C sous 2,16 kg) varient dans des proportions très voisines. Ces résultats concordent avec les analyses rhéologiques réalisées dans le chapitre III.

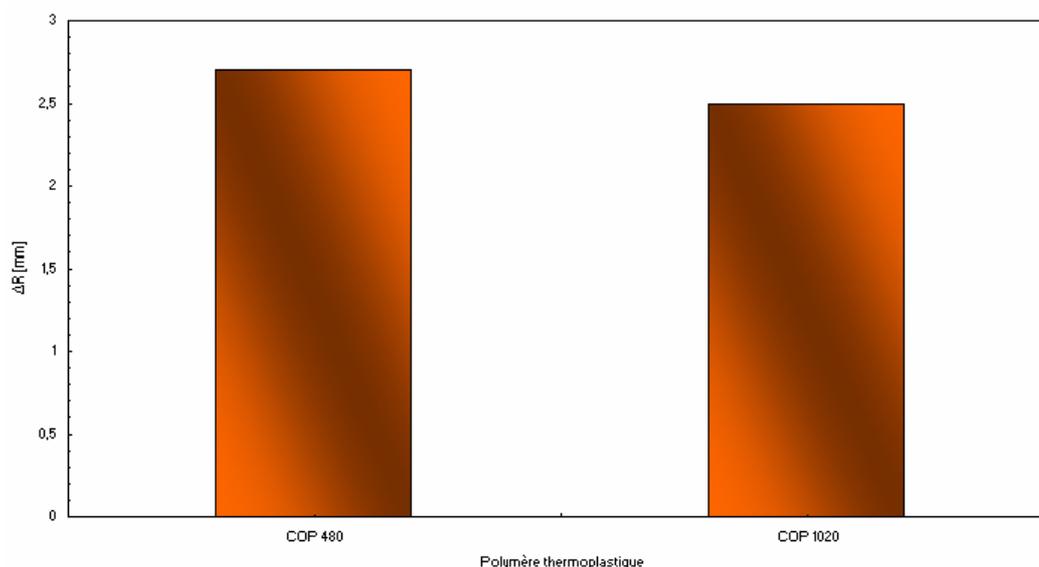


FIGURE IV.29 : Evolution temporelle de l'écart ΔR caractérisant l'écrasement différentiel du disque en présence ou non d'une cavité à $T_g + 30$ °C pour deux polymères d'indice de fluidité identique et de T_g différenciés.

Si on examine maintenant les courbes de la figure IV.30, on constate une nette diminution de l'évolution du rayon du disque polymère lorsque l'indice de fluidité est plus faible, comme c'est le cas du matériau COP 480.

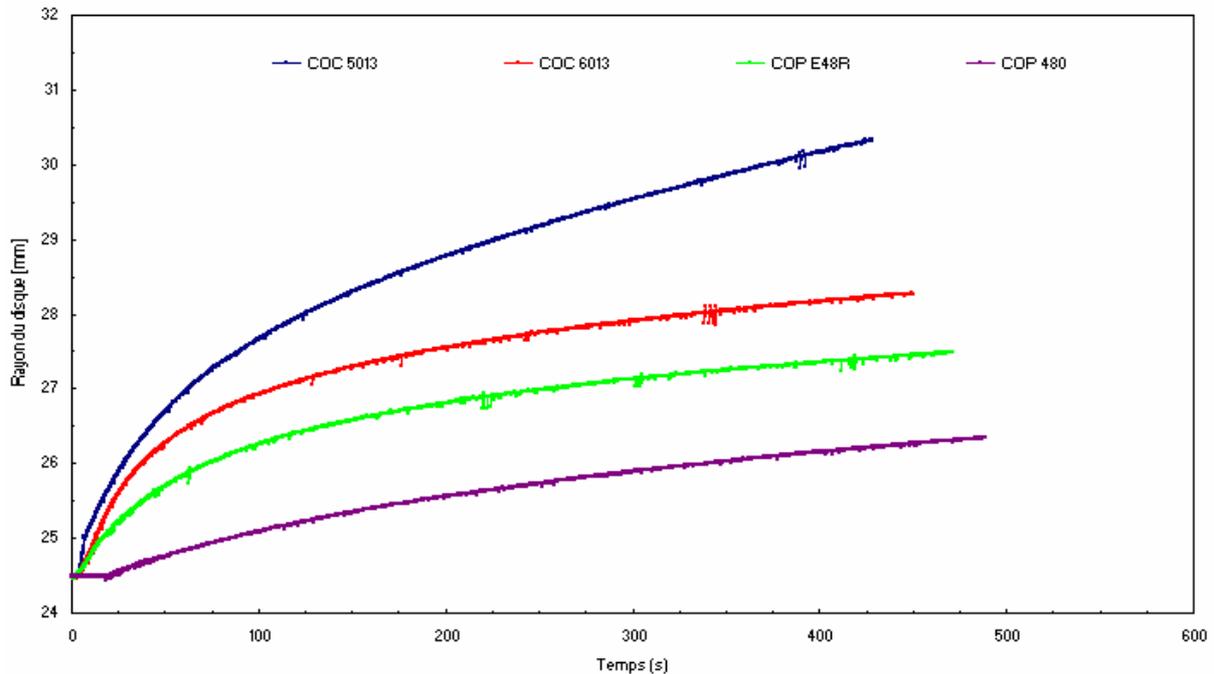


FIGURE IV.30 : Evolution du rayon du disque sous une force constante fonction du temps pour différents polymères dans une configuration avec cavité.

IV.5.3.2. Validation expérimentale

Après avoir réalisé des essais de compression à chaud et obtenu différentes courbes expérimentales, il faut vérifier la pertinence des corrélations entre l'approche expérimentale et la modélisation.

La Figure IV.31 montre les vitesses de déformations axiale et radiale mesurées en compression à chaud à 170 °C sous force imposée pour une configuration sans cavité sur un polymère COC 5013. Elle représente une droite de régression de pente égale à -2 pendant quasiment toute la durée de l'essai. Cette valeur dite coefficient de remplissage (α) est donc très proche de celle formulée par l'hypothèse.

La courbe de l'évolution de la vitesse de déformation transversale en fonction de la vitesse de déformation radiale est présentée dans la figure IV.34 pour un essai de compression à chaud de polymères visqueux sous force imposée en présence de cavité.

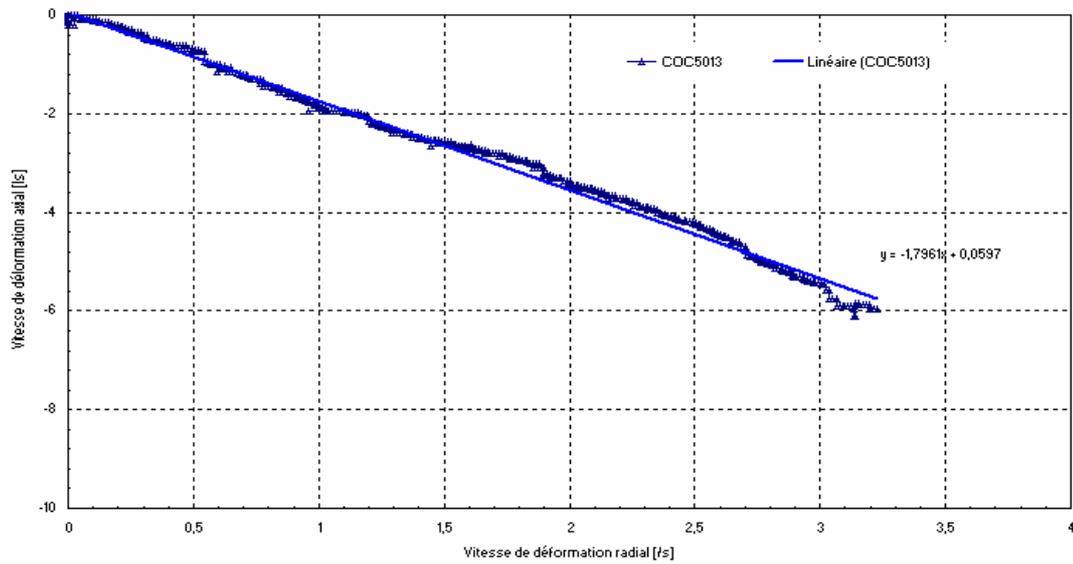


FIGURE IV.31 : Evolution de la vitesse de déformation axiale fonction de la vitesse de déformation radiale lors de l'essai de compression sans cavité à 170 °C du COC 5013 (MFI=48g/10min)

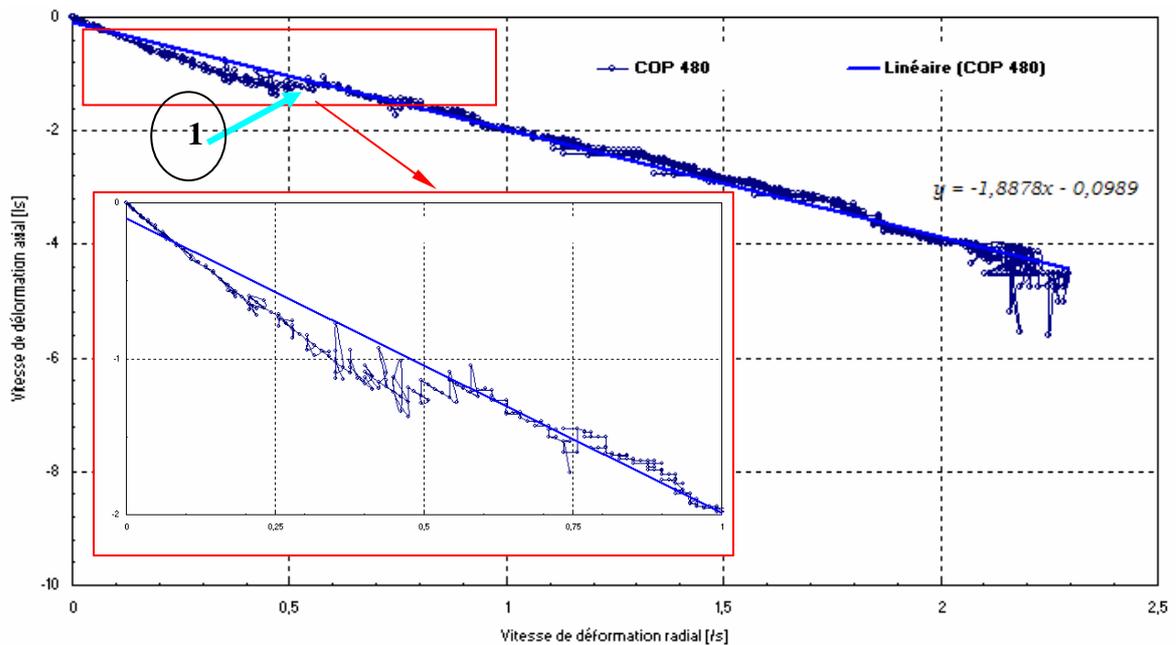


FIGURE IV.32 : Evolution de la vitesse de déformation axiale fonction de la vitesse de déformation radiale lors de l'essai de compression avec cavité à 170 °C du COP 480 (MFI=20g/10min)

On peut constater que dans le cas d'un écrasement avec cavité, l'écoulement est modifié en raison de la présence de la cavité. On distingue clairement deux zones d'écoulement (cf.figure.IV.32). La valeur de α suit la droite tangente de pente égale à -3 mais cette valeur varie dès que le remplissage est presque achevé. Elle retrouve la valeur de -2, signe de fin de remplissage de la cavité. Cette différence incite à mettre l'efficacité de l'approche pour la détermination de la durée de remplissage et celle de l'évolution des dimensions du disque pendant le remplissage. En effet, l'approche modélisée pour la prédiction de durée de remplissage de cavité est associée au fait que le coefficient de remplissage α est supposé constant. Or cette hypothèse n'est pas confirmée par ces essais où il est vérifié que α est différent de -2. La valeur de α est supposée être identique durant le remplissage alors que expérimentalement α varie durant le remplissage.

Dans les mêmes conditions d'essai, nous avons observé qu'au point 1 (voir figure IV.32) pour lequel la valeur du coefficient de remplissage α prend la valeur de -2, se déplace en fonction du polymère utilisé. Cette valeur décroît avec l'augmentation de la fluidité du polymère. C'est le cas du matériau référence COC 5013 où la première zone est quasiment inexistante. Il est également constaté que la détermination de ce coefficient α est très délicate voire impossible dans certains cas (cavités de forme pyramidale par exemple).

IV.6. CONCLUSION

Ce chapitre porte sur l'étude expérimentale et la modélisation du formage négatif des polymères par estampage. Différents matériaux thermoplastiques ont été testés avec des comportements viscoplastiques identiques caractérisés par le même indice d'écoulement. L'étude expérimentale a consisté essentiellement à tester les matériaux lors d'un essai de compression à chaud via un protocole expérimental détaillé.

Les mesures expérimentales réalisées lors des essais de compression à chaud avec cavité (formage négatif par estampage) ou non ont permis :

- la réalisation d'un ensemble d'essais de compression à chaud en mode force imposée instrumentés;

- la mise en évidence des effets des paramètres rhéologiques, de la pression appliquée, celle des dimensions de l'échantillon et des cavités ainsi que la forme des cavités, sur le mode d'écoulement et le remplissage de celles-ci.

Un modèle analytique permettant de calculer le temps de remplissage et d'évaluer l'influence de chaque paramètre a été mis en place. Le modèle prend en compte les paramètres rhéologiques du polymère utilisé, la pression exercée pendant la compression à chaud. La description de la modélisation est relativement simple car elle ne prend pas en compte les frottements pariétaux. Le modèle proposé considère donc l'existence ou non des cavités de forme simple à la surface des plateaux rigides et intègre cette présence à travers l'expression $X(t)$ et du coefficient de remplissage (α).

Les mesures expérimentales sont en partie en accord avec la modélisation théorique et ont permis de faire apparaître la sensibilité de l'écoulement aux paramètres inhérents aux matériaux. D'autre part, la modélisation a permis de mettre en évidence l'importance de la cinétique du mode d'écoulement de la matière en fonction de la présence ou non des cavités. Les calculs ont montré qu'il existe deux modes d'écoulement selon la configuration de compression.

Le travail réalisé a permis de mettre en valeur la capacité des modèles développés pour la prédiction du changement du mode d'écoulement créé par la présence de cavités à la surface des plateaux. Les résultats sont en bon accord avec les observations expérimentales et ils prédisent un mode d'écoulement orienté de l'axe central de la géométrie vers l'extérieur (sans cavité) et dans le cas de cavités multiples un mode d'écoulement à double sens autour des cavités l'un vers cette dernière et l'autre en sens inverse. Les premières estimations sont encourageantes et il serait intéressant de développer le modèle en introduisant des nouvelles fonctions qui prennent en compte une variation du coefficient de remplissage (α) plus proche de la réalité, sans toutefois modifier les hypothèses du modèle.

De plus, pour étudier l'effet de la forme des cavités sur le remplissage, cinq formes ont été retenues : cylindrique, conique, pyramidale, parallélépipédique, hémisphérique, et les taux de remplissage de ces cinq cavités ont été comparés. Il ressort que la forme des cavités à volume de remplissage identique n'affecte pas le temps de remplissage final des cavités et ce quelle que soit leur forme. Seules les propriétés rhéologiques des matériaux, font apparaître un léger écart. Nous avons

montré que la variation de la section des cavités lors d'un essai de compression modifie le taux de remplissage.

Toutefois, un certain nombre de limites ont été mises en évidence. La première est liée aux modèles utilisés pour décrire le remplissage des cavités de différentes formes. Il est possible d'une part que le remplissage ne soit pas correctement prédit par la méthode d'analyse que nous proposons et d'autre part, une meilleure connaissance des valeurs de (α) traduisant le remplissage en fonction de la forme est nécessaire pour évaluer la position et les dimensions des cavités est nécessaire.

Pour conclure, l'instrumentation et les appareillages qui ont été utilisés pour la réalisation des essais d'estampage présentés dans la thèse ont été vérifiés, étalonné et validé. Le chapitre suivant, présente une modélisation analytique fondée sur la mécanique de contact du formage positif par estampage, et les résultats obtenus pour l'analyse des essais seront relatés.

CHAPITRE 5 : MODELISATION ANALYTIQUE DU FORMAGE POSITIF PAR ESTAMPAGE A CHAUD

V.1. INTRODUCTION

Un des inconvénients du procédé d'estampage est lié à sa difficulté pour reproduire des géométries présentant des formes aiguës ainsi que des reliefs formés de flancs de forme abrupte comme illustré figure V.1.

L'anamorphose de reproduction souvent constatée dans ces cas est liée principalement aux contraintes imposées par le moule sur le polymère ; les concepts de la mécanique du contact [133-135] vont donc être utilisés dans notre approche pour modéliser ce comportement particulier qui s'apparente à celui constaté lors de tests d'indentation [136]. Dans un but de simplification, nous prendrons comme indenteur un poinçon cylindrique rigide à base plane. Cette forme permet de décrire le formage dit positif associé au contact indenteur-matériau considéré comme déformable en régime élastique [137].

Cette approche doit de fait permettre de qualifier l'évolution des déformées de surface en fonction des paramètres descriptifs du procédé [138-141] ou des matériaux utilisés pour assurer la réplique de forme.

La validité de notre approche est confortée par des mesures expérimentales réalisées sur machine de traction-compression Instron 6025.

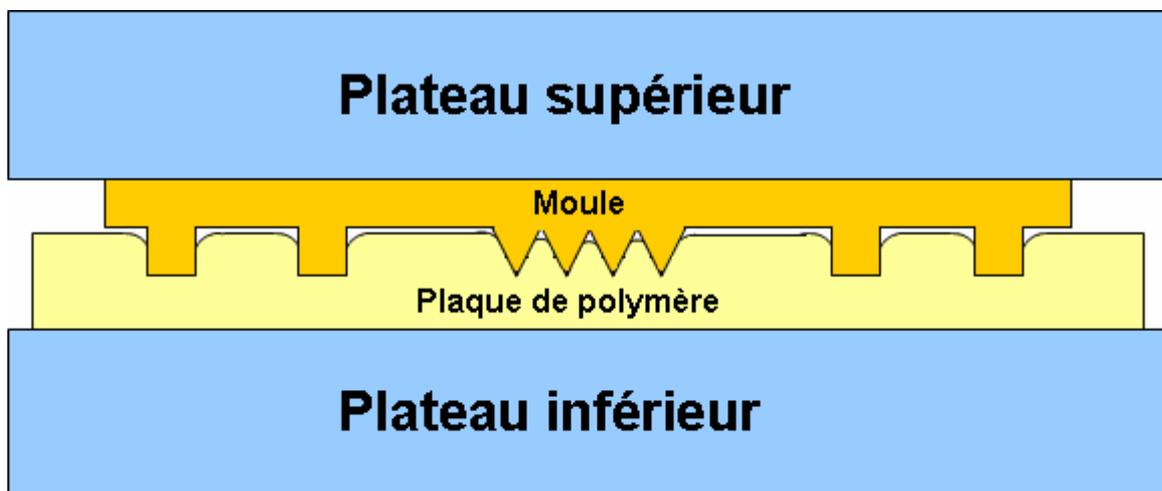


FIGURE V.1 : Représentation schématique du formage positif par procédé d'estampage.

Rappelons en premier lieu que le problème du contact entre deux corps élastiques sphériques a été résolu pour la première fois par Hertz à la fin du dix-neuvième siècle [142]. L'approche suggérée est fondée sur les hypothèses suivantes : l'aire de contact est circulaire, les dimensions de l'aire de contact sont faibles devant les rayons de courbure des deux corps afin de rester dans le domaine des petites déformations, et de plus chaque corps est considéré comme un élastique, homogène et isotrope ; enfin il n'y a pas d'intervention des mécanismes de frottement dans le procédé de mise en forme.

L'approche de Hertz permet d'établir différentes relations reliant les propriétés élastiques et la géométrie de contact à l'effort normal.

Sur ces bases, il est possible de considérer le contact entre un indenteur rigide de forme cylindrique à fond plat de rayon a (cf.figure.V.2), exerçant une force normale F sur une surface plane semi-infinie élastique et d'en déduire la profondeur d'écrasement ($\delta = u_z$) comme cela est clairement réalisé en mécanique du contact [139,143] (voir annexe).

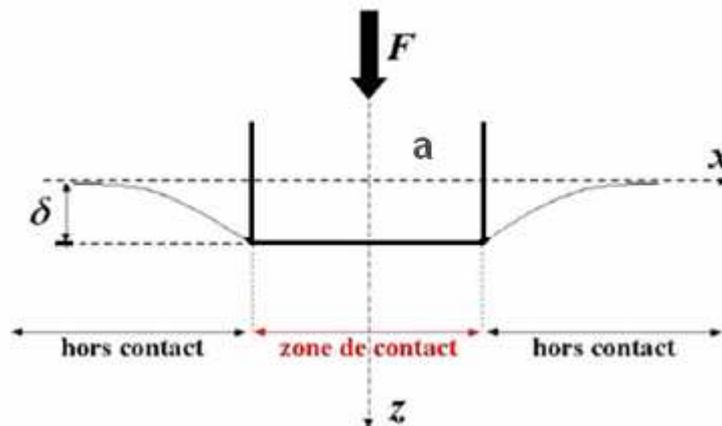


FIGURE V.2 : Déformée de surface. Indenteur à base circulaire est supposé rigide.

V.2. MODELISATION DU FORMAGE POSITIF

Le cas réel à traiter, indiqué sur la figure V.3 correspond à l'étude du comportement local d'un volume de matériau de polymère de dimensions r_0 et h_0 sous l'action de l'enfoncement d'un indenteur de dimension a et X_0 [144].

L'énergie élastique stockée dans le polymère est égale au travail mécanique induit par la force appliquée de laquelle il résulte un déplacement normal de la surface égale à u_z .

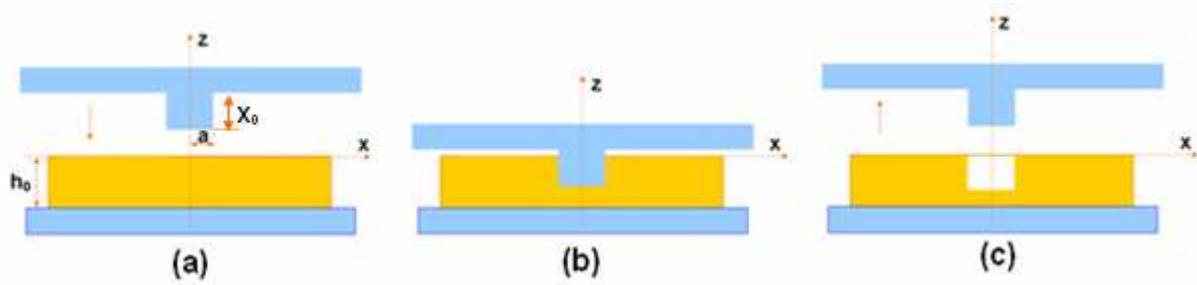


FIGURE V.3 : Représentation schématique de la mise en forme d'un motif cylindrique de rayon a dans une plaque de polymère (a) avant l'impression, (b) pendant l'impression et (c) après le retrait du moule

Pour résoudre le problème posé, il est classique d'introduire la fonction contrainte $\phi(r, \theta)$ qui doit vérifier en particulier [139]:

$$\Delta[\Delta\phi(r, \theta)] = 0 \quad (V.1)$$

La fonction solution prend la forme connue [139] :

$$\phi(r, \theta) = Ar\theta \sin \theta \quad (V.2)$$

La valeur des contraintes résulte des relations classiques suivantes :

$$\sigma_{rr} = \frac{1}{r} \frac{\partial \phi}{\partial r} + \frac{1}{r^2} \frac{\partial^2 \phi}{\partial \theta^2} \quad (V.3)$$

$$\sigma_{\theta\theta} = \frac{\partial^2 \phi}{\partial r^2} \quad (V.4)$$

$$\tau_{r\theta} = \frac{1}{r^2} \frac{\partial \phi}{\partial \theta} - \frac{1}{r} \frac{\partial^2 \phi}{\partial r \partial \theta} \quad (V.5)$$

Ceci permet d'obtenir la contrainte σ_{rr} :

$$\begin{aligned} \sigma_{rr} &= \frac{1}{r} \frac{\partial \phi}{\partial r} + \frac{1}{r^2} \frac{\partial^2 \phi}{\partial \theta^2} = \frac{1}{r} \frac{\partial}{\partial r} (Ar\theta \sin \theta) + \frac{1}{r^2} \frac{\partial^2}{\partial \theta^2} (Ar\theta \sin \theta) \\ &= \frac{1}{r} A\theta \sin \theta + \frac{1}{r^2} \frac{\partial}{\partial \theta} (Ar\theta \cos \theta + Ar \sin \theta) = \frac{1}{r} A\theta \sin \theta + \frac{2}{r} A \cos \theta - A \frac{1}{r} \theta \sin \theta = \frac{2}{r} A \cos \theta \end{aligned}$$

On peut également montrer que la contrainte $\sigma_{\theta\theta}$ et la contrainte de cisaillement $\tau_{r\theta}$ sont nulles. Il en résulte donc au final

$$\sigma_{rr} = \frac{2}{r} A \cos \theta; \quad \sigma_{\theta\theta} = \tau_{r\theta} = 0 \quad (V.6)$$

La constante A peut être déterminée en écrivant que la pression appliquée suivant \overline{Oz} est la somme des contraintes relevées suivant cette même direction [135] soit

$$\sigma_{rr} = \frac{3F}{2\pi r^2} \cos \theta; \quad \sigma_{\theta\theta} = \tau_{r\theta} = 0$$

Comme $r = \sqrt{x^2 + z^2}$; $\sin \theta = \frac{x}{\sqrt{x^2 + z^2}}$; $\cos \theta = \frac{z}{\sqrt{x^2 + z^2}}$ les coordonnées cartésiennes peuvent être déduites de σ_{rr} ; soit :

$$\begin{aligned} \sigma_{xx} &= \sigma_{rr} \sin^2 \theta = \frac{3F}{2\pi} \frac{x^2 z}{(x^2 + z^2)^{5/2}} \\ \sigma_{zz} &= \sigma_{rr} \cos^2 \theta = \frac{3F}{2\pi} \frac{z^3}{(x^2 + z^2)^{5/2}} \\ \tau_{xz} &= \sigma_{rr} \sin \theta \cos \theta = \frac{3F}{2\pi} \frac{xz^2}{(x^2 + z^2)^{5/2}} \end{aligned} \quad (V.7)$$

Si l'on s'intéresse également aux contraintes en un point A(x,z) résultant d'une distribution de pression, celles-ci sont faciles à obtenir à partir des expressions précédentes en remplaçant x par (x-s) (cf.figure.V.4).

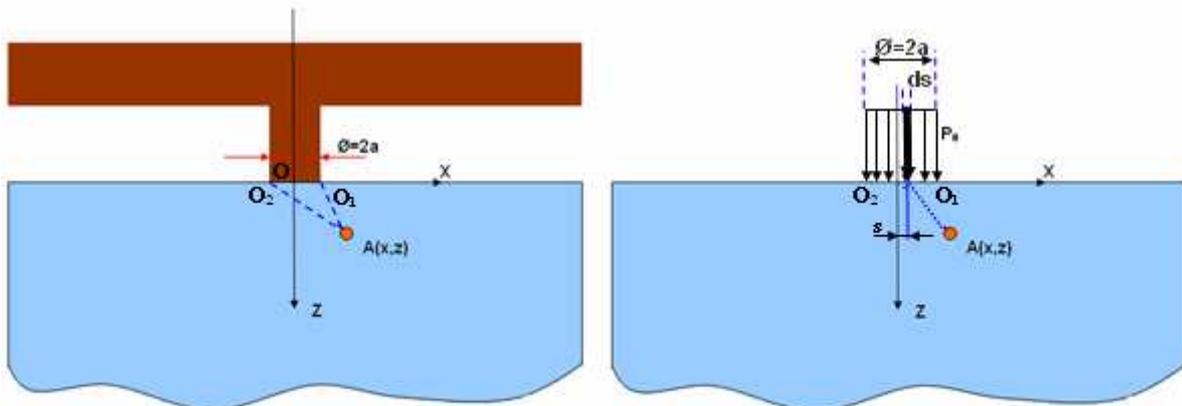


FIGURE V.4 : Représentation schématique d'une distribution de pression constante P_0

Ces contraintes s'expriment simplement sous la forme :

$$\begin{aligned}
 \sigma_{xx} &= 3P_0 \int_0^a \frac{zs(x-s)^2}{((x-s)^2 + z^2)^{5/2}} ds \\
 \sigma_{zz} &= 3P_0 \int_0^a \frac{sZ^3}{((x-s)^2 + z^2)^{5/2}} ds \\
 \tau_{xz} &= 3P_0 \int_0^a \frac{z^2 s(x-s)}{((x-s)^2 + z^2)^{5/2}} ds
 \end{aligned} \tag{V.8}$$

On posera $X=x-s$ et $ds=-dX$, pour aboutir à :

$$\begin{aligned}
 \sigma_{xx} &= 3P_0 z \int_{x-a}^x \frac{X^2(x-X)}{(X^2 + z^2)^{5/2}} dX \\
 \sigma_{zz} &= 3P_0 z^3 \int_0^a \frac{x-X}{(X^2 + z^2)^{5/2}} dX \\
 \tau_{xz} &= 3P_0 z^2 \int_0^a \frac{X(x-X)}{(X^2 + z^2)^{5/2}} dX
 \end{aligned} \tag{V.9}$$

Les valeurs des contraintes σ_{xx} , σ_{zz} et τ_{xz} peuvent être obtenues par intégration des équations ci-dessus sur la surface de contact. On peut alors obtenir les déformations associées, par application des relations contraintes-déformations en élasticité linéaire, ce qui permet d'exprimer :

$$\varepsilon_{xx} = \frac{P_0}{E} \left[\begin{aligned} & \frac{x^4}{z(x^2 + z^2)^{3/2}} - \frac{x(x-a)^3}{z((x-a)^2 + z^2)^{3/2}} + \frac{2z}{(x^2 + z^2)^{1/2}} \\ & - \frac{2z}{((x-a)^2 + z^2)^{1/2}} + \frac{zx^2}{(x^2 + z^2)^{3/2}} - \frac{z(x-a)^2}{((x-a)^2 + z^2)^{3/2}} \\ & - \frac{3\nu x^2}{z(x^2 + z^2)^{1/2}} + \frac{3\nu x(x-a)}{z((x-a)^2 + z^2)^{1/2}} + \frac{\nu x^4}{z(x^2 + z^2)^{3/2}} \\ & - \frac{\nu x(x-a)^3}{z((x-a)^2 + z^2)^{3/2}} - \frac{\nu z^3}{(x^2 + z^2)^{3/2}} + \frac{\nu z^3}{((x-a)^2 + z^2)^{3/2}} \end{aligned} \right] \tag{V.10}$$

$$\varepsilon_{zz} = \frac{P_0}{E} \left[\begin{aligned} & \frac{3x^2}{z(x^2+z^2)^{1/2}} - \frac{3x(x-a)}{z((x-a)^2+z^2)^{1/2}} - \frac{x^4}{z(x^2+z^2)^{3/2}} \\ & + \frac{x(x-a)^3}{z((x-a)^2+z^2)^{3/2}} + \frac{z^3}{(x^2+z^2)^{3/2}} - \frac{z^3}{((x-a)^2+z^2)^{3/2}} \\ & - \frac{\nu x^4}{z(x^2+z^2)^{3/2}} + \frac{\nu x(x-a)^3}{z((x-a)^2+z^2)^{3/2}} - \frac{2\nu z}{(x^2+z^2)^{1/2}} \\ & + \frac{2\nu z}{((x-a)^2+z^2)^{1/2}} - \frac{\nu x z^2}{(x^2+z^2)^{3/2}} + \frac{\nu z(x-a)^2}{((x-a)^2+z^2)^{3/2}} \end{aligned} \right] \quad (V.11)$$

Il est enfin possible de décrire les déplacements u_x et u_z sous la forme :

$$u_x = \frac{P_0}{E} \left[\begin{aligned} & \frac{(1-2\nu)x^3 + (5+2\nu)xz^2}{2z(x^2+z^2)^{1/2}} + \frac{9}{2} z \ln \frac{((x-a)^2+z^2)^{1/2} + (x-a)}{(x^2+z^2)^{1/2} + x} \\ & + \frac{(2\nu-1)(x-a)^3 - (5+2\nu)xz^2 + 2a(2\nu-1)(x-a)^2 + (4\nu+1)az^2}{2z((x-a)^2+z^2)^{1/2}} \end{aligned} \right] + f(z) \quad (V.12)$$

$$u_z = \frac{P_0}{E} \left[\begin{aligned} & (1-2\nu)(x^2+z^2)^{1/2} + (2-\nu)x \ln \frac{((x-a)^2+z^2)^{1/2} + (x-a)}{(x^2+z^2)^{1/2} + x} \\ & + \frac{(2\nu-1)(x^2-z^2) - (2\nu-1)ax + (2-\nu)a(x-a)}{((x-a)^2+z^2)^{1/2}} \end{aligned} \right] + g(x) \quad (V.13)$$

La déformée de surface associée à cette configuration (cf.figure.V.5) est représentée par l'expression suivante :

$$\bar{u}_z \Big|_{z=0} = (2-\nu) \frac{P_0}{E} \left[x \ln \frac{(x-a)}{a} + a \right] + g(x) \quad (V.14)$$

où $g(x)$ est une fonction d'intégration que l'on choisit pour simplifier le modèle, telle que $g(x)=\text{constante}$.

De plus, sur la figure V.5, la déformée est tracée en supposant que $u_z=0$ quand $x=\pm c$.

$$\bar{u}_z \Big|_{z=0}^{x=c} = (2-\nu) \frac{P_0}{E} \left[c \ln \frac{(c-a)}{a} + a \right] + g(c) = 0 \quad (V.15)$$

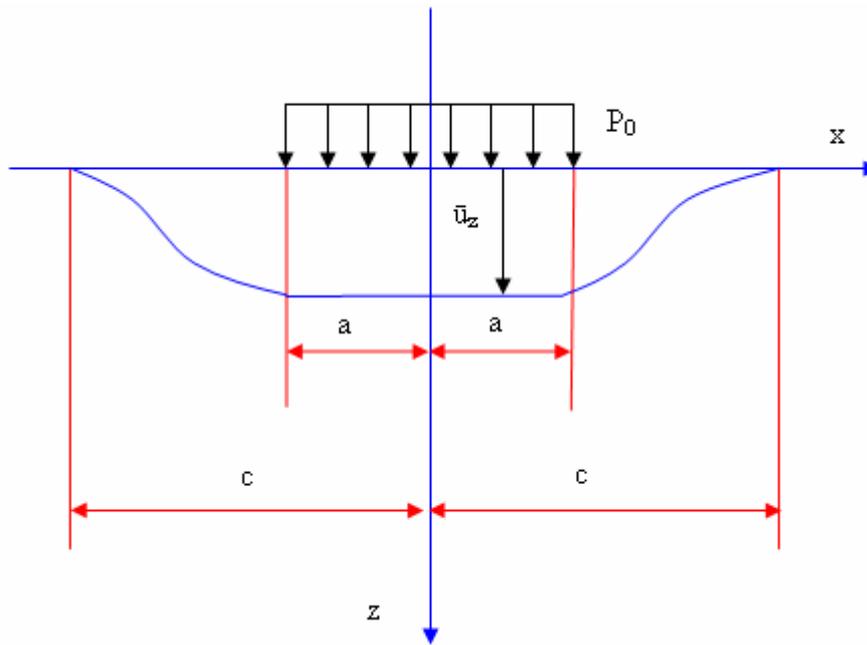


FIGURE V.5 : Représentation schématique du demi-espace élastique sous l'action d'une pression normale constante

V.3. DONNEES ISSUES DE LA MODELISATION

La déformée de surface ($z=0$) est donc donnée par l'expression générale :

$$\bar{u}_z \Big|_{z=0} = (2-\nu) \frac{P_0}{E} \left[x \ln \frac{(x-a)}{a} - c \ln \frac{(c-a)}{a} \right] \quad (V.16)$$

On constate que les paramètres décrivant les propriétés mécaniques (E, ν) sont présents dans l'expression (V.16). Ce qui signifie que cette relation ne traduit pas seulement une relation purement géométrique.

Les valeurs E, ν associées aux polymères étudiés sont rappelées dans le tableau V.1. Elles vont permettre de tracer les courbes de la déformée de surface en fonction du module d'Young pour ces polymères, en prenant comme paramètre qualifiant la pression appliquée pendant la mise en forme par estampage.

Le module d'Young des échantillons à une température égale à $T_g+30 \text{ }^\circ\text{C}$ est extrait d'essais viscosimétriques présentés au chapitre II.

Matériaux polymères	Température de transition vitreuse T_g (°C)	Module d'Young E (MPa)	Coeff. de poisson (ν)
COC 5013	136	28	0.4
COC 6013	140	46	0.4
COP 480	138	79	0.4
COP E48R	139	66	0.4
COP 1020R	102	50	0.4
PMMA	105	35	0.35

TABLEAU V.1 : Paramètres caractéristiques des polymères thermoplastiques étudiés

V.3.1. EFFET DU MODULE D'YOUNG

La figure V.6 représente les résultats obtenus concernant l'effet du module d'Young sur la déformée de surface, pour une pression initiale de mise en forme appliquée de 100MPa. Elle montre que l'allure de cette déformée est quasiment semblable quelle que soit la valeur de E, et seule la profondeur maximale calculée à partir du modèle proposé diminue lorsque la valeur du module d'Young du polymère thermoplastique augmente.

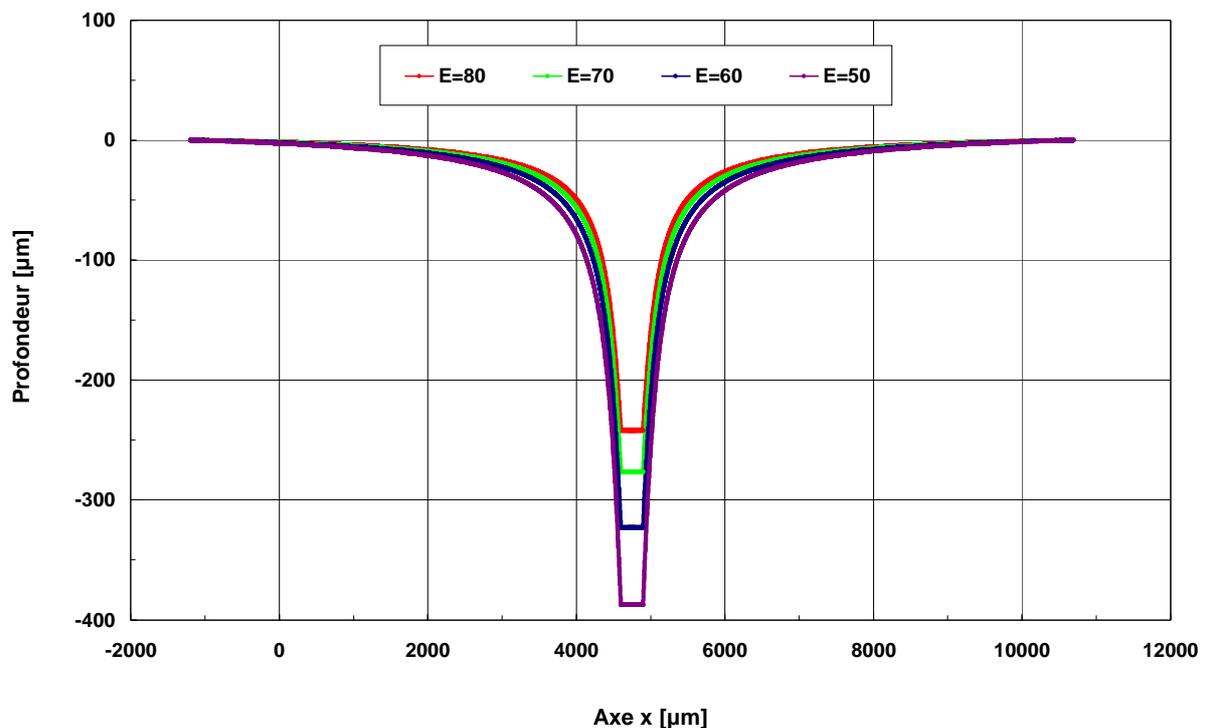


FIGURE V.6 : Evolution de la déformée de surface pour différentes valeurs du module d'Young

V.3.2. EFFET DE LA PRESSION DE MISE EN FORME

La figure V.7 représente les résultats théoriques obtenus concernant l'évolution de la déformée de surface calculée en fonction de la valeur de la pression appliquée, respectivement égale à 100 MPa, 150 MPa, 200 MPa et 250 MPa et ce pour une valeur de module d'Young de 60 MPa. On constate que la surface de l'échantillon la plus déformée est par ailleurs la plus sollicitée.

De plus, on peut constater que la profondeur maximale augmente lorsque la pression de mise en forme augmente.

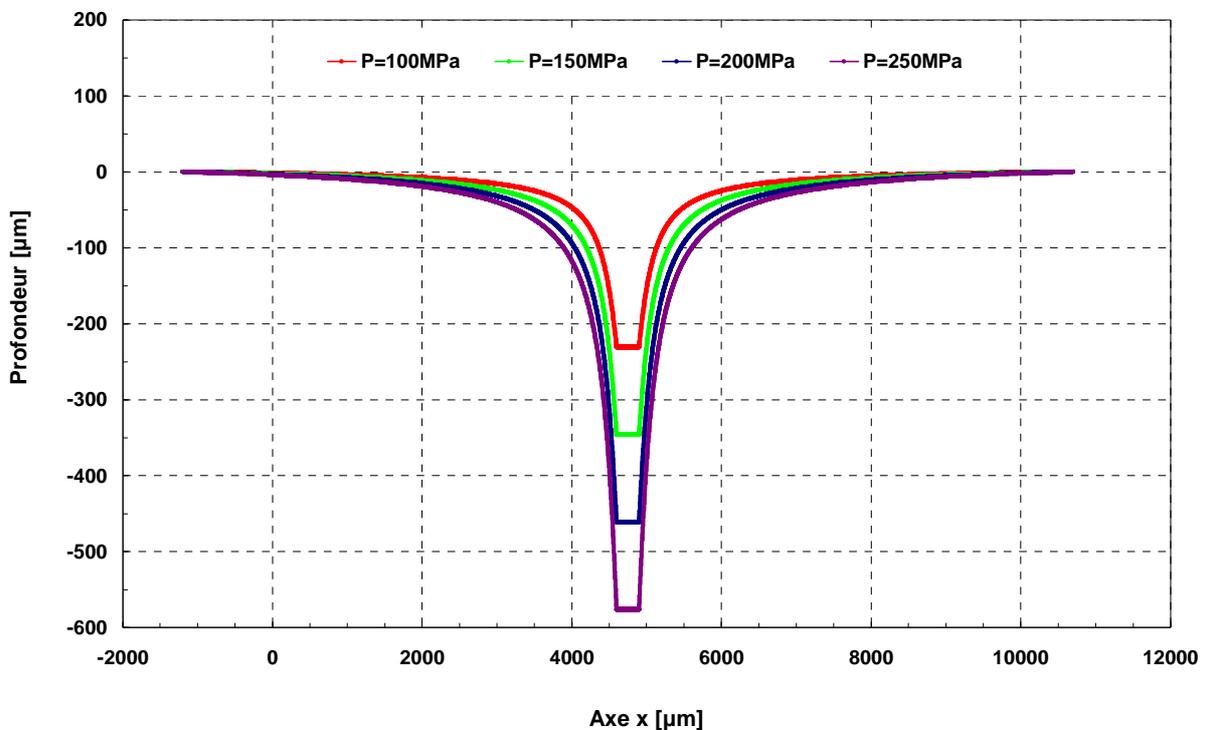


FIGURE V.7 : Evolution de la déformée de surface pour différentes valeurs de pression de mise en forme

V.4. DONNEES ISSUES DE L'EXPERIMENTATION

Toutes les valeurs reportées dans ce paragraphe ont été réalisées en prenant comme valeurs du module d'Young et de coefficient de Poisson celles indiquées dans le tableau V.1.

V.4.1. PROCEDURE EXPERIMENTALE

L'estampage à chaud des polymères amorphes a été réalisé sur la presse chauffante du LMARC. La température a été mesurée en utilisant des thermocouples positionnés à la surface des plateaux rigides de la presse (cf.fig.V.8).

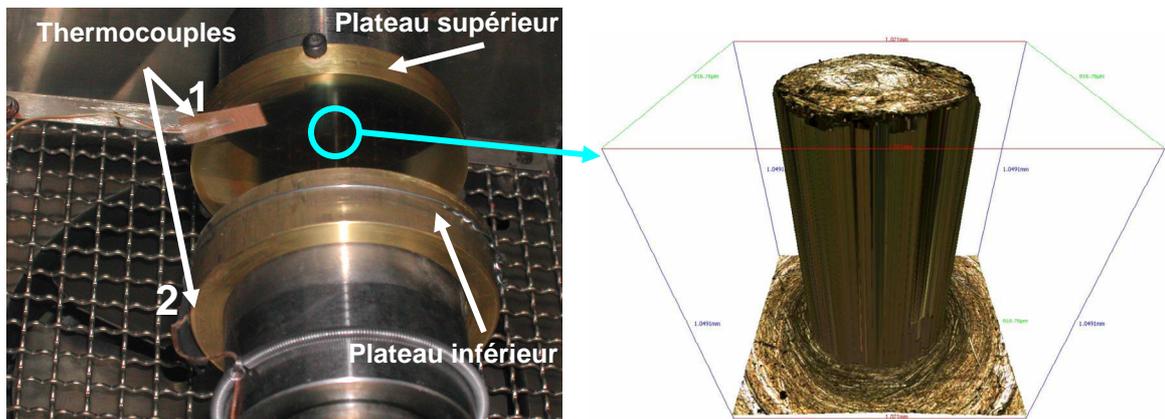


FIGURE V.8 : Montage expérimental adopté pour la mise en forme : (a) emplacement des thermocouples (b) agrandissement du motif [144].

Trois cales d'épaisseur de 2,6 mm positionnées sur le plateau inférieur à 120° autour de l'éprouvette, permettent de limiter à une valeur de 400 μm la pénétration maximale du plot cylindrique dans le polymère. La représentation schématique du protocole retenu est illustrée figure V.9.

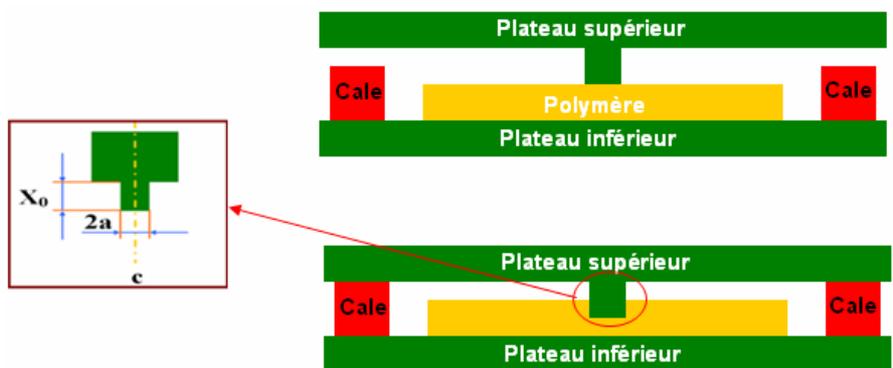


FIGURE V.9 : Représentation schéma du montage adopté

Ces essais ont été réalisés à force constante. Les éprouvettes en forme de disque de diamètre $\Phi 20$ mm et d'épaisseur 2 mm ont été découpées à partir d'une même plaque de polymère d'épaisseur 2 mm. Les polymères choisis pour conduire ces

essais de réplifications sont les Cycloooléfines polymères (COP). Ces polymères se présentent sous forme de plaques obtenues par extrusion. La taille du motif imprimé est de 800 μm de diamètre (a) et de 1 mm de hauteur (X_0). Les différents grades de polymères COP correspondant à différents modules d'Young et températures de mise en forme ont été pris comme variables lors de cette étude.

L'estampage à chaud a été réalisé à une température de mise en forme comprise entre 150 et 170 $^{\circ}\text{C}$, avec une pression maximale d'environ 100 MPa afin d'atteindre la profondeur maximale attendue (400 μm). La pression a été réduite à 80 MPa et maintenue constante durant 20 min. En fin d'essai, la pression a été réduite à zéro et la presse ouverte lorsque la température est devenue proche de l'ambiante. La température a été mesurée à l'aide de thermocouples placés en positions 1 et 2 (cf.fig.V.8). Ces essais ont permis de tracer le profil de la développée de surface afin d'effectuer des comparaisons avec les résultats issus du modèle numérique.

Le cycle d'estampage à chaud comprend deux étapes (cf.fig.V.10). La première étape commence par un chauffage à $T_1 = T_0 + 30$ $^{\circ}\text{C}$ (± 5 $^{\circ}\text{C}$) avec une vitesse de montée en température de 1.5 $^{\circ}\text{C}\times\text{min}^{-1}$ ($\pm 0,5$ $^{\circ}\text{C}\times\text{min}^{-1}$). A cette température, un palier isotherme de 10 minutes est effectué. Cette première étape se termine par l'application d'une pression de 80 MPa. La seconde étape correspond à un refroidissement du moule, sous pression de 80 MPa, jusqu'à température ambiante en 4 heures et demie environ. Dès que cette température est atteinte, l'échantillon est démoulé.

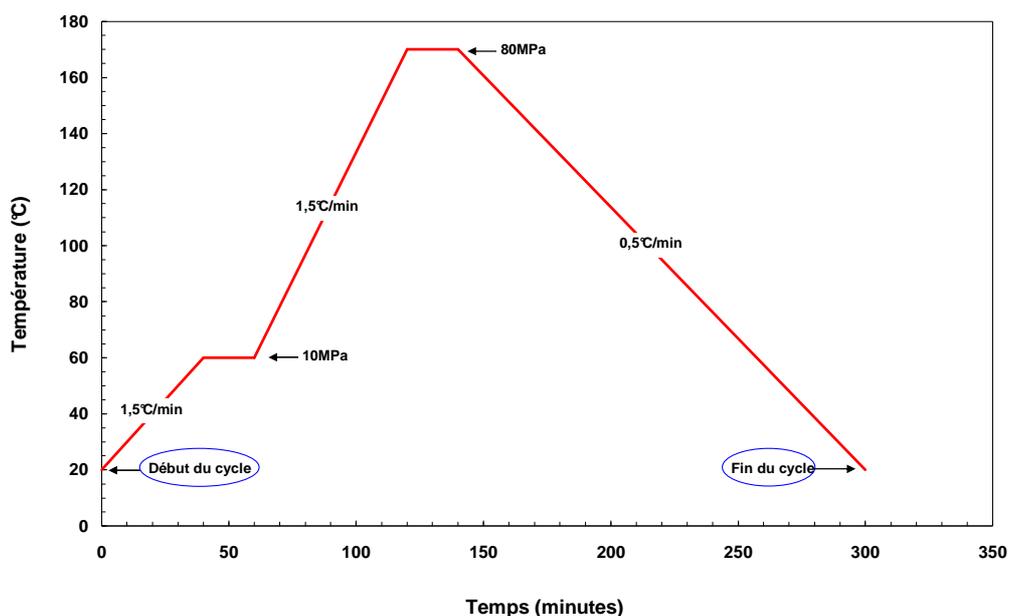


Figure V.10 : Représentation schématique du cycle de compression retenu dans nos essais.

V.4.2. DONNEES ISSUES DE L'EXPERIMENTATION

V.4.2.1. Effet du module d'Young

La figure V.11 précise l'évolution de la déformée de surface mesurée par microscopie mécanique à balayage (MMB) en fonction de la valeur du module d'Young caractérisant les trois polymères retenus, présentant des valeurs respectivement égales à $E_{COP1020R}=50$ MPa, $E_{COP480}=80$ MPa et $E_{COPE48R}=66$ MPa et ce pour une température de T_g+30 °C. Les courbes correspondant aux essais présentent des profils pour les différents polymères dont le diamètre correspond bien au diamètre des motifs du moule. Leur profondeur en fond de cavités et dans les mêmes conditions dépend du polymère utilisé. Il apparaît donc que la valeur du module d'Young associé à chaque polymère influence le résultat final de la réplcation. Cet effet a été expliqué par le modèle théorique présenté au paragraphe V.4.1.1.

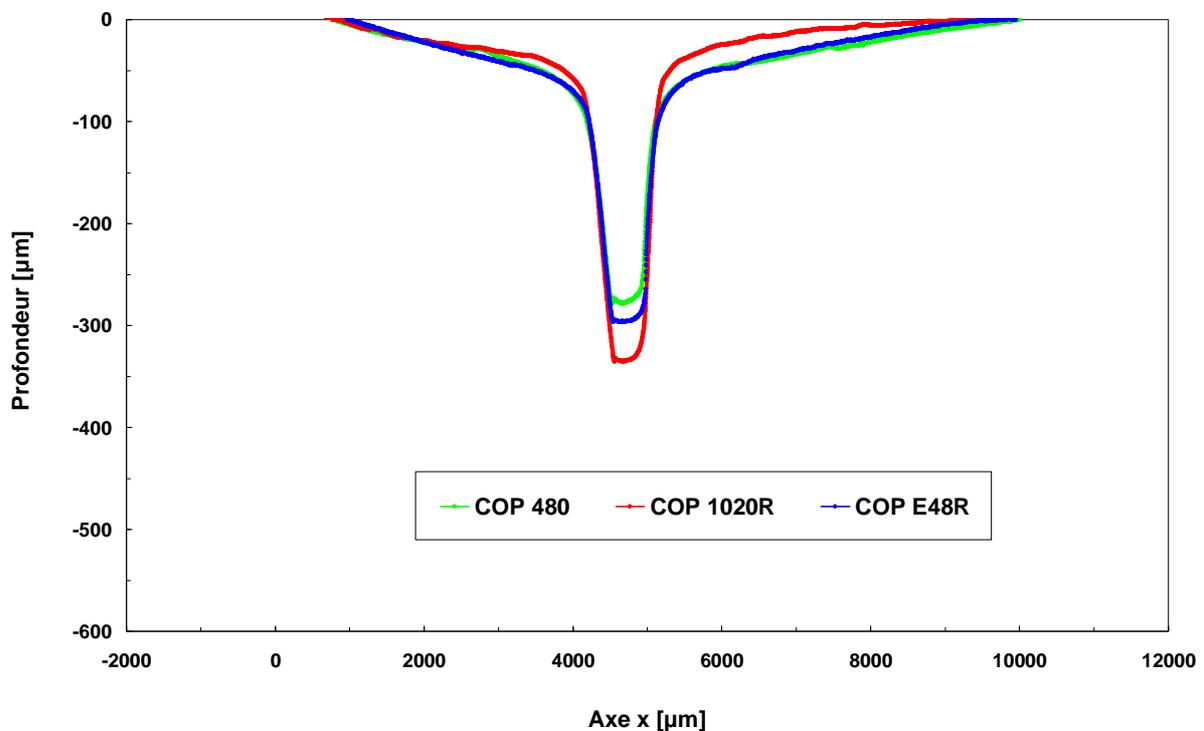


FIGURE V.11 : Déformée de la surface sous une pression normale constante pour différents polymères (COP) à 170 °C

V.4.2.2. Effet de la température de mise en forme

La figure V.12 représente l'influence de la température de mise en forme sur la déformée de surface. Les résultats obtenus correspondent aux mêmes conditions expérimentales pour deux températures distinctes : (a) 150 °C et (b) 170 °C.

Si l'on représente pour un matériau thermoplastique (voir figure V.13) sur un même graphique les déformées de surface en fonction de la température réalisée, on remarque que la déformée de surface est fortement dépendante de la valeur de la température de mise en forme et que le fait d'augmenter la température aboutit à des valeurs de module d'Young très faibles.

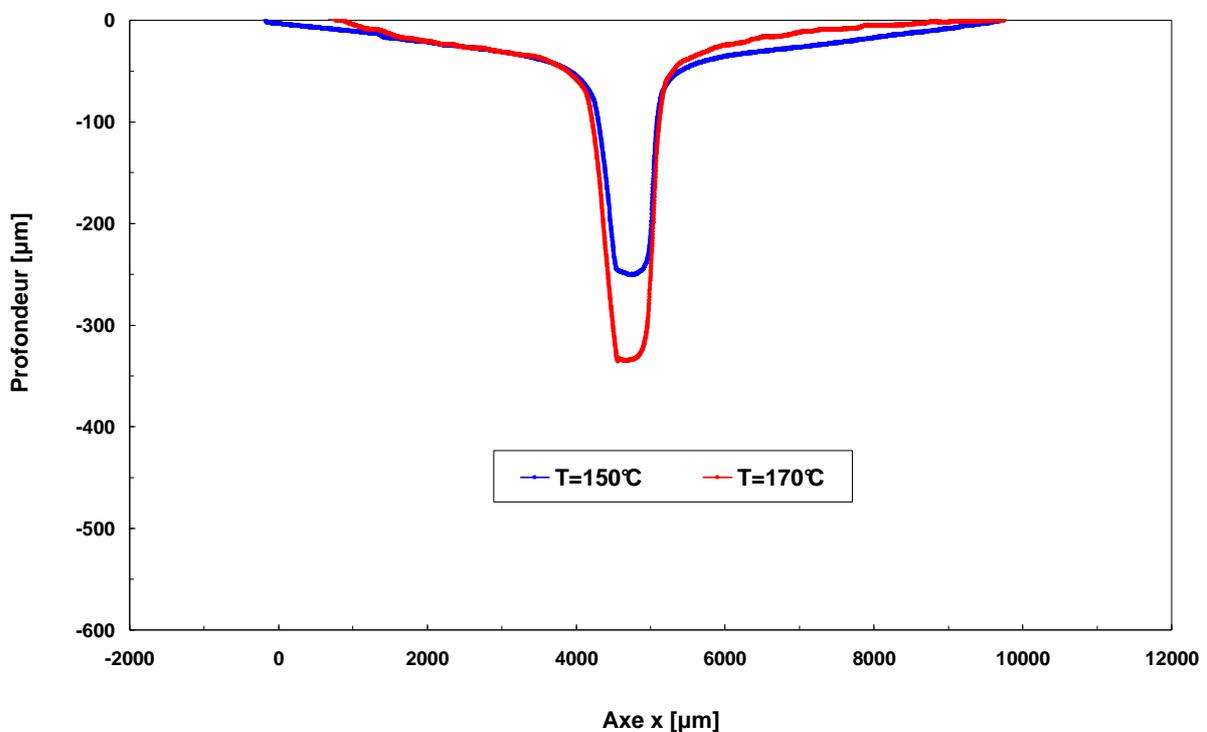


FIGURE V.12 : Déformée de la surface sous une pression normale constante pour le polymère COP1020R à différentes températures.

V.4.3. CORRELATION MODELE – DONNEES EXPERIMENTALES

Les résultats issus du modèle sont comparés avec les résultats expérimentaux obtenus pour différents grades de polymères (cf.fig.V.13 à V.15).

Les résultats montrent que les valeurs calculées évoluent dans le même sens que les données expérimentales, et sont donc associées à une bonne concordance du modèle analytique avec les résultats expérimentaux. On constate également aux abords de la surface libre que la modélisation a tendance à sous estimer les déformations.

En comparant les valeurs expérimentales et numériques, on note que la modélisation estime bien les profondeurs mesurées quel que soit le polymère étudié. En effet, les calculs effectués prévoient respectivement pour ces polymères, des profondeurs égales à 250, 300 et 350 μm pour les polymères COP480, COP E48R et COP1020R respectivement, alors que les profondeurs mesurées expérimentalement par microscopie mécanique à balayage sont de 253, 296 et 355 μm . Ceci confirme bien la bonne corrélation compte tenu des erreurs expérimentales estimées à $\pm 2 \mu\text{m}$.

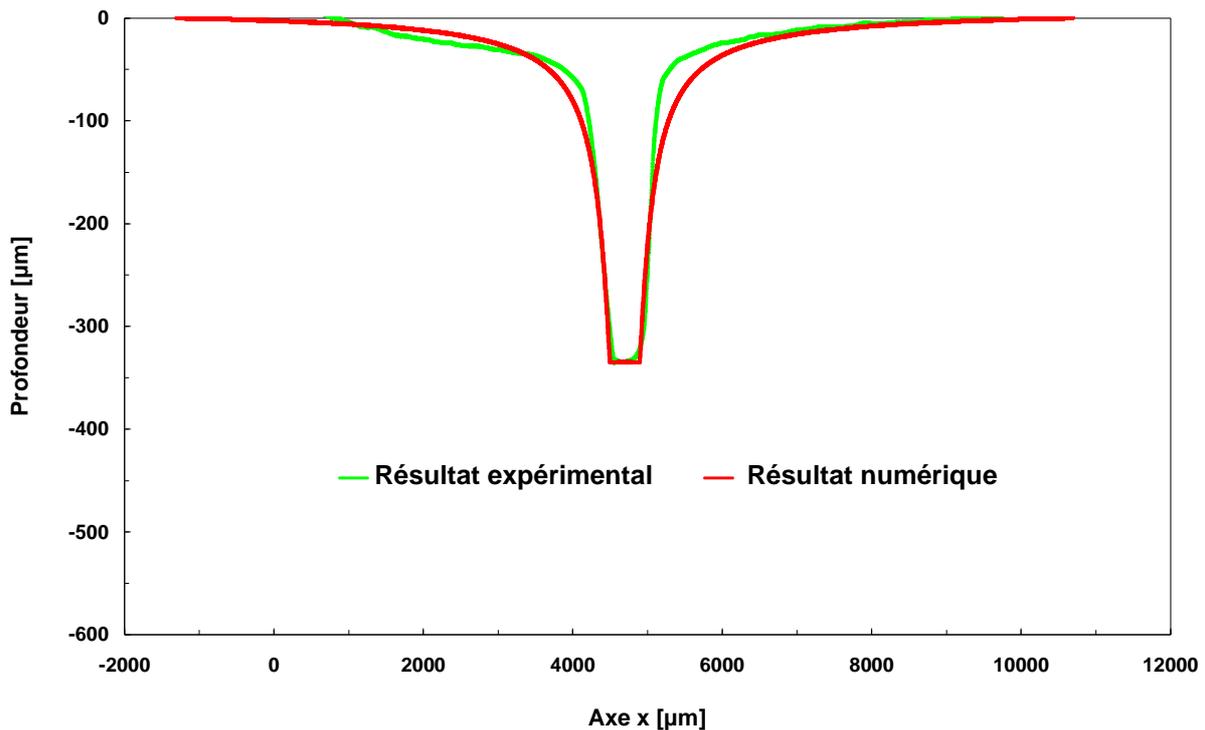


FIGURE V.13 : Déformée de la surface sous une pression normale constante pour le COP 1020R

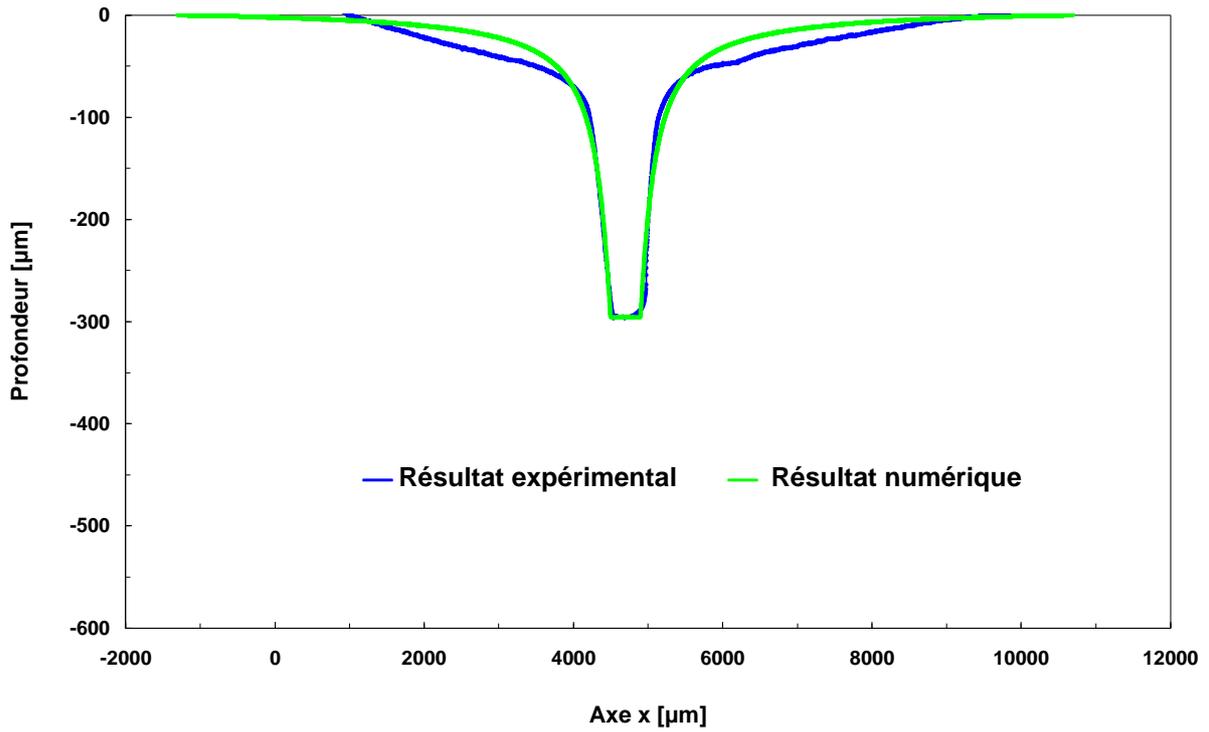


FIGURE V.14 : Déformée de la surface sous une pression normale constante pour le COP E48R

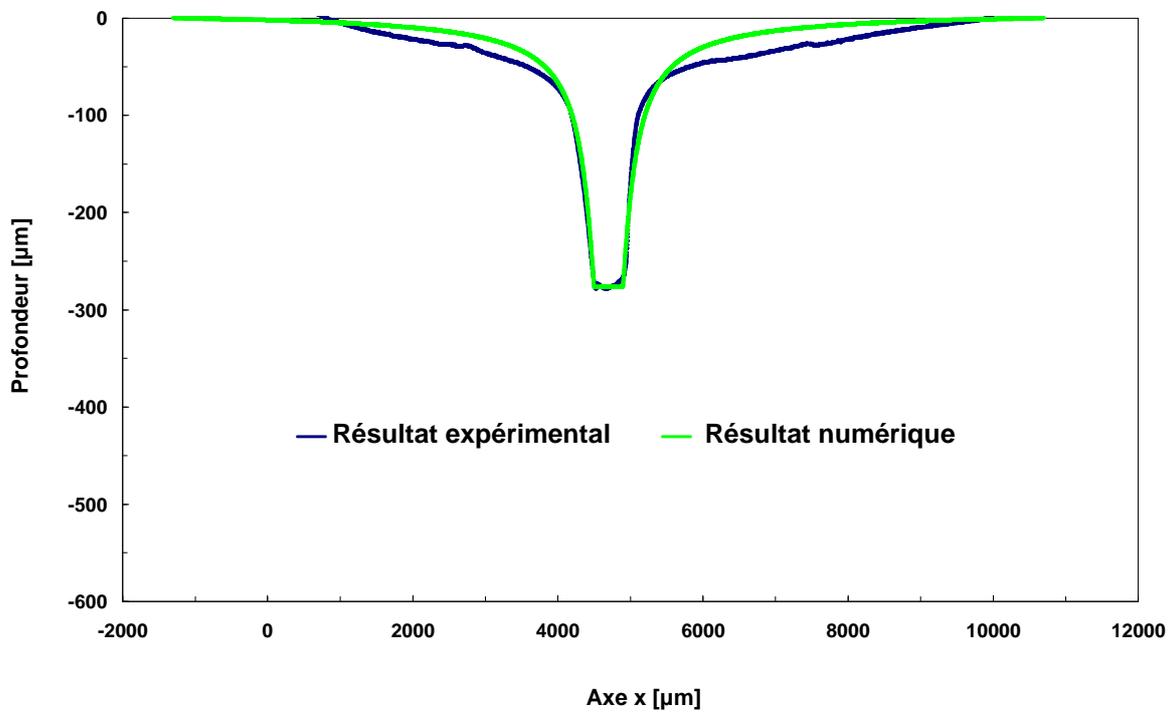


FIGURE V.15 : Déformée de la surface sous une pression normale constante pour le COP 480

V.5. CONCLUSIONS

Ce chapitre est dédié à l'étude du formage positif des polymères en utilisant un modèle classique de mécanique du contact. L'importance de la prise en compte des propriétés mécaniques des polymères sélectionnés ainsi que la valeur de la force de mise en forme appliquée est donnée par la modélisation.

La réalisation d'essais expérimentaux conforte ces constatations. Pour cela, plusieurs polymères présentant des caractéristiques physiques et mécaniques différentes ont été utilisés. Des études morphologiques ont permis de décrire les déformées obtenues sous différentes conditions de mise en forme.

De plus, des essais de validation ont été réalisés pour tenter de confronter les résultats théoriques avec les résultats expérimentaux obtenus pour différents grades de polymères. Les résultats ont montré que la profondeur de la cavité varie peu d'un polymère à l'autre. Une bonne corrélation entre les modélisations et les résultats expérimentaux a été observée. Toutefois lors de la modélisation du procédé de hot embossage positif, le modèle surestime légèrement une partie de la déformée de surface proche du niveau zéro. Ceci est le résultat d'un choix de la fonction $g(x)$. Globalement les résultats de la modélisation sont satisfaisants car assez proches des mesures expérimentales. En effet, les évolutions de la déformée de surface sont cohérentes avec l'expérience.

Finalement, l'estimation des valeurs de la déformée de surface en chaque point permet d'obtenir une bonne approximation de leur ordre de grandeur au cours de la mise en forme par estampage.

En conclusion, l'effet de la contrainte normale, ainsi que les propriétés mécaniques du substrat polymère sur la déformée de surface, sont prédominantes dans le cas de la mise en forme par estampage. Une machine de traction a dû être instrumentée en presse chauffante pour obtenir les résultats présentés, car nous avons souhaité mener ces essais dans des conditions se rapprochant des expériences par rapport aux travaux antérieurs effectués par d'autres auteurs.

CHAPITRE 6 : SIMULATION NUMERIQUE DE L'ESTAMPAGE A CHAUD DES POLYMERES

VI.1. INTRODUCTION

La modélisation physique et la simulation numérique du procédé de mise en forme, et en particulier de l'estampage à chaud des polymères, apparaissent comme essentielles pour caractériser les écoulements de matière, et en particulier les aptitudes à la réplique de motifs ou encore au remplissage de cavité de surface. On notera cependant que la plupart des travaux concernant l'estampage à chaud des polymères, sont surtout focalisés sur des analyses expérimentales à l'exception de quelques études récentes reposait sur des simulations numériques.

Dans les travaux présentés dans ce chapitre, la simulation numérique des écoulements associés à l'estampage à chaud des polymères, permet en premier lieu de vérifier la possibilité ou non de remplir les cavités ou motifs, et donc de réaliser des répliques précises.

Dans cette optique, les développements présentes se proposent d'analyser l'écoulement d'un disque de polymère comprimé à chaud, grâce à la simulation numérique par éléments finis, réalisée à l'aide du logiciel LsDyna[®]. La validation des résultats numériques par rapport à l'expérimentation permet par ailleurs d'affirmer la pertinence des résultats de la simulation.

Dans l'approche présentée, les plateaux de compression sont supposés parallèles, rigides indéformables, tandis que le disque polymère peut suivre un comportement viscoélastique, viscoplastique voire même caoutchoutique en fonction des conditions de mise en forme. Cette modélisation utilise des lois de comportement du matériau déjà présente dans la base des données associée au logiciel LsDyna[®].

Pour décrire les applications du procédé de l'estampage à chaud, quelques exemples seront illustrés en particulier ceux qui permettent d'illustrer conformément aux travaux présentés dans les chapitres IV et V :

- la contribution des effets pariétaux avec déformée en tonnelet des bords libres du matériau (cf.figure.VI.1),
- le mode de remplissage des dénivelées de surface en creux ou en relief.

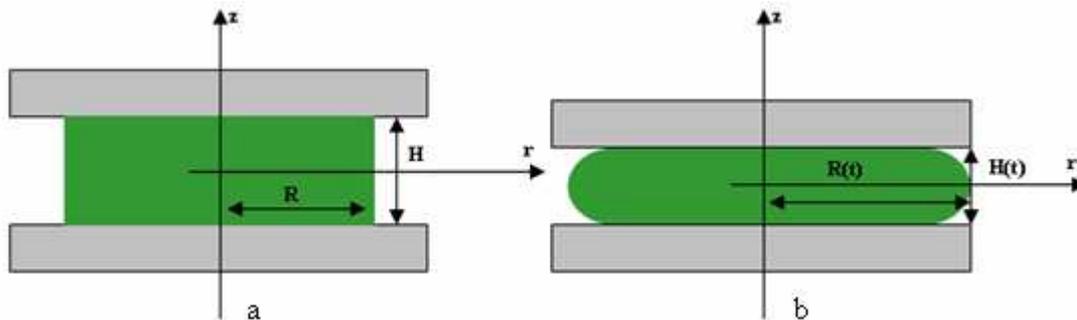


FIGURE VI.1 : Compression à volume constant : (a) avant écrasement; (b) après écrasement.

Plusieurs études ont été menées au cours des dernières années pour étudier les comportements des écoulements associés au procédé de " lithographie nano-impression " (NIL) [145,148]. Il a été en particulier suggéré que les propriétés viscoélastiques du polymère peuvent avoir un effet sur le processus de mise en forme. Hirai et al. [149,150] ont utilisé la méthode des éléments finis pour étudier la résistance à la déformation du matériau durant sa phase de mise en forme, et un modèle de comportement hyperélastique caoutchoutique a été retenu pour cette étude.

Young [151] a modélisé le procédé de " lithographie nano-impression" en sélectionnant un modèle viscoplastique pour prédire le comportement de l'écoulement du polymère lors de la mise en forme. La simulation est basée sur la méthode des éléments finis, bien adaptée aux problèmes non linéaires et thermo-dépendants. Les calculs sont réalisés dans le cas 2D axisymétrique, et les maillages sont de forme d'éléments triangulaires. Il a été constaté que pour un taux de déformation constant, la pression prend des valeurs de plus en plus élevées, dès que le contact entre la base de l'outil et le substrat thermoplastique est réalisé.

Mohamed et al. [152] ont également modélisé l'écoulement par compression de films minces en PMMA dans des nano-cavités dans le but d'optimiser les conditions de mise en forme. Ce travail a été focalisé essentiellement sur le comportement de l'écoulement du matériau poly méthacrylate de méthyle (PMMA), à des températures inférieures à la température de transition vitreuse ($T_g < 105$ °C). Le code de calcul d'éléments finis ABAQUS/CAE été retenu pour simuler la compression afin de

prédire la forme finale. Il a été noté que la résistance à la mise en forme a des températures bien en dessous de la température de transition vitreuse (T_g) est une donnée dépendante des contraintes imposées, de l'épaisseur du film polymère et de la température de mise en forme. Heyderman et al. [153] ont étudié l'écoulement du PMMA en multi-cavités à des températures supérieures à T_g . ils ont par ailleurs développé un modèle d'écoulement 2D pour prédire le temps de remplissage des cavités.

En résumé, de nombreuses méthodes pour modéliser le procédé de l'estampage à chaud des polymères sont disponibles. Beaucoup se limitent à des calculs de la phase de remplissage, via des choix de loi de comportement élastoplastique, et ce en ignorant les frottements pariétaux. De plus, de nombreuses hypothèses ont été faites et dans certains cas seuls la déformation est traitée sans tenir compte de l'analyse thermique associée. Il est donc indispensable d'améliorer ces approches si l'on veut proposer une modélisation correcte du procédé dans son ensemble.

VI.2. LOIS DE COMPORTEMENT UTILISEES

Pour décrire le remplissage des cavités lors d'une mise en forme des polymères par estampage à chaud, une modélisation numérique de la déformée du matériau par éléments finis en 2D axisymétrique a tout d'abord été réalisée, sans tenir compte du couplage thermique et dans un second temps, avec cavités en prenant en compte le comportement caoutchoutique des polymères. La validation de la modélisation a été vérifiée en préalable par rapport à des essais de traction.

La modélisation du comportement mécanique des polymères thermoplastiques doit normalement permettre, d'une part de reproduire l'évolution du comportement au-delà de la température de transition vitreuse, d'autre part de rendre compte des effets viscoélastiques, viscoplastiques au voisinage de la transition et aux effets hyper-élastiques au-delà.

Généralement, l'un ou l'autre de ces aspects est favorisé au détriment des autres comportements, pendant la mise en forme par estampage à chaud à une température bien définie. Des modèles phénoménologiques ont été élaborés selon le degré de reproduction du comportement expérimental souhaité. Les plus fréquents sont les modèles de Mooney-Rivlin [154] et d'Ogden [154,155]. Ces deux modèles sont implémentés dans le code de calcul LsDyna[®]. La réponse de l'un des deux

modèles a été comparée à l'expérience afin de valider le choix d'une loi de comportement approprié en fonction de la base de données expérimentale disponibles. Dans notre travail, le modèle de comportement retenu est celui proposé par Ogden pour un matériau hyper-élastique de type caoutchoutique.

Ogden [156,159] propose de fait un modèle pour reproduire les essais de traction uni-axiale. Il prévoit une relation exprimant la densité de l'énergie de déformation W en fonction des déformations généralisées sous la forme :

$$W = \sum_{i=1}^3 \sum_{j=1}^n \frac{\mu_j}{\alpha_j} (\lambda_i^{\alpha_j} - 1) + \frac{1}{2} K (J - 1)^2 \quad (VI.1)$$

Dans ces équations, les λ_i sont les déformations principales normalisées du tenseur de déformations droit de Cauchy-Green, α_j et μ_j sont les paramètres du matériau, K est le module de compressibilité et J est le volume relatif.

Alternativement, la contrainte $\sigma(t)$ peut s'exprimer en fonction de la déformation $\varepsilon(t)$ selon l'expression :

$$\sigma_{ij} = \int_0^t g_{ijkl}(t-\tau) \frac{\partial \varepsilon_{kl}}{\partial \tau} d\tau \quad (VI.2)$$

Les composantes du second tenseur de contrainte de Piola-Kirchhoff, S_{ij} , peuvent être reliés au tenseur des déformations de Green Lagrange E_{ij} sous la forme :

$$S_{ij} = \int_0^t G_{ijkl}(t-\tau) \frac{\partial E_{kl}}{\partial \tau} d\tau \quad (VI.3)$$

où $g_{ijkl}(t-\tau)$ et $G_{ijkl}(t-\tau)$ sont les fonctions de relaxation des différentes contraintes mesurées.

L'expression de la contrainte de Cauchy pour le modèle d'Ogden prend aussi la forme suivante :

$$\sigma(t) = \varepsilon \left(\sum_{i=1}^3 \frac{G_i}{\beta_i} (1 - e^{-\beta_i t}) \right) \quad (VI.4)$$

où :

$$\beta_i = \frac{\nu_i}{(1 - 2\nu_i)} \quad (VI.5)$$

Le potentiel d'Ogden peut décrire les grandes déformations de matériaux très compressibles comme les mousses de polymère. Les raisons du choix d'un potentiel modifié d'Ogden est que ce modèle est réputé comme étant un des plus adaptés à la modélisation des grandes déformations, Mills [160].

L'ensemble des simulations a été réalisé en utilisant des lois de comportements disponibles dans le code de calcul LsDyna®. Dans un premier temps, une loi de comportement élastique dont la courbe contrainte/déformation est interpolée par une approximation linéaire (cf.figure.VI.2) de type: «MAT_PLASTIC_KINEMATIC» a été utilisée dans un but de valider la simulation d'un essai de traction à l'ambiante par une simple comparaison entre la réponse obtenue par cette simulation et l'expérimental. Les paramètres du polymère COC 5013 se caractérisent par : une densité égale à 1.02, un module d'Young $E=3200$ MPa, un module tangent $E_T=1700$ MPa, un coefficient de Poisson $\nu =0.43$ et une limite élastique $\sigma_y = 46$ MPa. La même modélisation est réalisée en utilisant un autre matériau polymère ayant une densité de 1.02 et un coefficient de Poisson $\nu=0.43$. Les paramètres du potentiel d'Ogden d'un matériau caoutchoutique virtuel sont $\mu_1=0.02658$ MPa, $\alpha_1=2$, $\mu_2=-0.00526$ MPa et $\alpha_2=-2$ ont été proposés sur LsDyna®. Ce matériau a été testé afin de voir sa capacité de prédire partiellement ou totalement la réponse réelle du polymère sans tenir compte de la thermique.

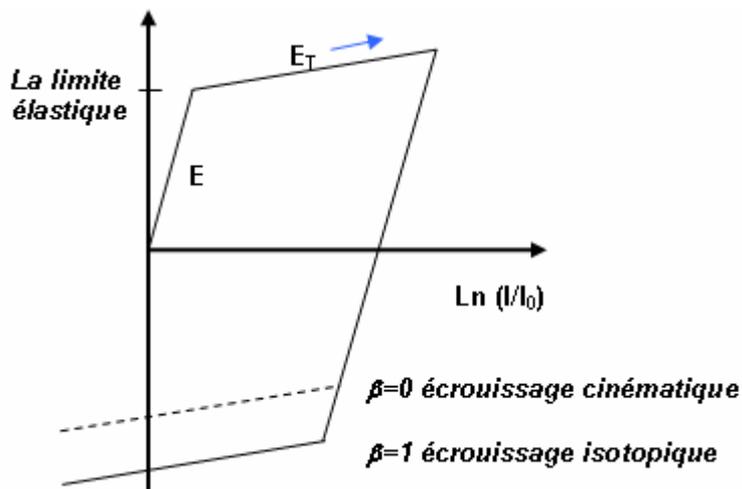


FIGURE VI.2 : Comportement élastique/plastique avec écrouissage cinématique ou isotropique où l_0 et l sont les longueurs initiale et finale de l'éprouvette dans un essai de traction uni-axial.

Afin de prendre en compte le couplage thermomécanique, l'exemple 2D de l'éprouvette en traction a été utilisé. Il est proposé de comparer les résultats obtenus en utilisant un couplage thermo-mécanique. Le modèle mis en place décrit un comportement thermo-élasto-viscoplastique. La loi de comportement associée est : MAT_ELASTO_VISCO_PLASTIQUE disponible dans le code LsDyna®. Les paramètres rhéologiques et thermiques sont choisis tels que : densité égale à 1.02,

module d'Young $E=3200$ MPa, coefficient de Poisson $\nu =0.43$, limite élastique $\sigma_y = 46$ MPa. De plus, la chaleur spécifique choisie est $C_v=1700$ J/Kg°C, le coefficient de conductivité est $K=0.17$ W/°C. La géométrie de l'éprouvette est donnée sur la figure VI.3 et la température initiale durant cet essai est de 25 °C.

VI.3. SIMULATION DE L'ESSAI DE TRACTION

VI.3.1. HYPOTHESES DE SIMULATION

Nous avons réalisé en préalable à nos travaux sur l'estampage à chaud une simulation numérique de l'essai de traction en déformation plane avec le logiciel LsDyna® à vitesses de traverse constantes dans le but d'une comparaison entre les résultats obtenus par simulation numérique et les valeurs expérimentales issues d'un essai de traction. Certaines hypothèses pour la modélisation des conditions aux limites ont été proposées. Tout d'abord l'éprouvette est supposée encastree à sa partie haute alors qu'un déplacement est imposé à la partie basse. Durant la sollicitation, la vitesse du déplacement imposée, initialement nulle, varie proportionnellement au cours du temps. En final, elle est constante et égale à la vitesse souhaitée. De plus, il a été considéré un matériau polymère élastique et une éprouvette de traction comportant 1088 éléments sollicitée en déformation plane. La géométrie de l'éprouvette ainsi que les conditions aux limites du problème sont représentées sur la figure VI.3.

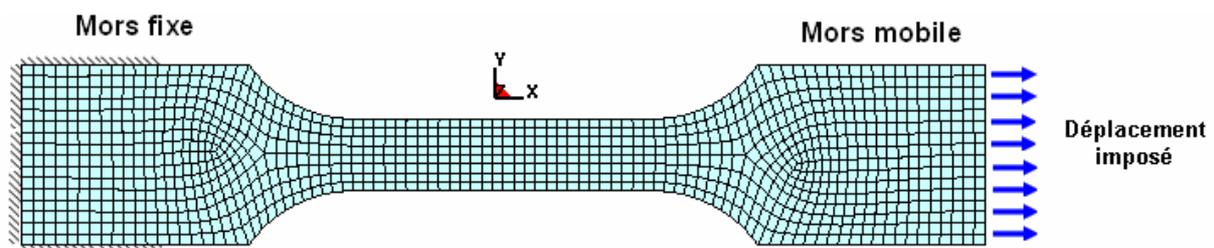


FIGURE VI.3 : Configuration de l'éprouvette utilisée lors du test de traction – maillage de l'éprouvette et conditions aux limites.

VI.3.2. RESULTATS DE LA SIMULATION

On se propose de valider le modèle de comportement du matériau en confrontant les résultats obtenus par la simulation avec les résultats expérimentaux. L'éprouvette

utilisée est celle de la figure VI.3, les paramètres rhéologiques correspondant au comportement du matériau ont été donnés précédemment. Le logiciel LsDyna® permet d'obtenir l'évolution des contraintes en fonction des déformations en tout point de la structure déformée. Les résultats obtenus sont reportés sur les figures VI.4 et 7 en termes d'isovaleurs de contrainte et sur les figures VI.6 et 8 en termes d'évolution de la contrainte σ_{yy} en fonction de la déformation. Les résultats sont conformes en ce qui concerne les évolutions géométriques des éprouvettes en cours de déformation.

La simulation d'un essai de traction sur une éprouvette de COC 5013 à 25 °C et 5 mm/s, est présentée sur la figure VI.4. La durée de l'essai est de 320 μ s. Les champs de contraintes sont donnés pour trois temps différents.

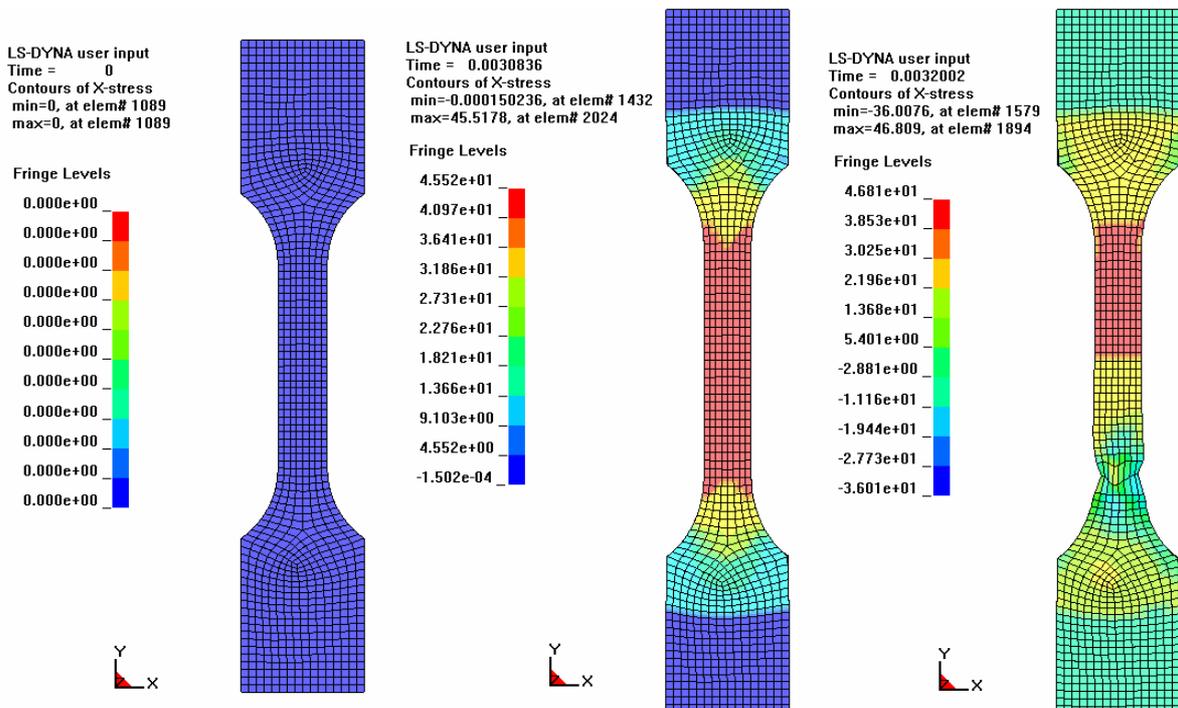


FIGURE VI.4 : Simulation d'un essai de traction, représentation de la contrainte dans la direction de sollicitation à 25°C (sans couplage thermique).

La figure VI.5 relate une comparaison qualitative entre les résultats numériques (cf.figure.VI.5a) et les résultats expérimentaux (cf.figure.VI.5b), où l'on constate le même faciès de rupture avec striction. On note que cette simulation reproduit bien les différentes étapes de chargement de l'éprouvette. On note en particulier la présence de striction localisée qui apparaît clairement sur la figure VI.5.

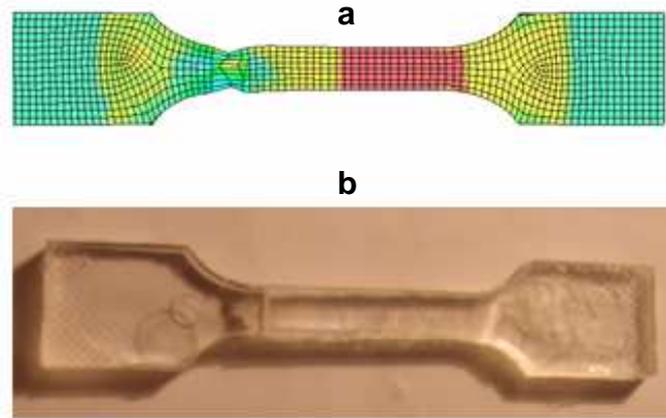


FIGURE VI.5 : Comparaison calcul numérique (a) et expérience (b) lors d'un essai de traction

Comme l'indique la figure IV.6, la simulation réalisée avec le COC 5013 indique un bon accord avec l'expérience en termes d'évolution de la contrainte en fonction de la déformation. Seule la limite d'élasticité semblent être légèrement surestimée par la simulation, le reste de la courbe étant quasiment équivalent à l'expérience. On peut donc admettre que ces résultats sont corrects.

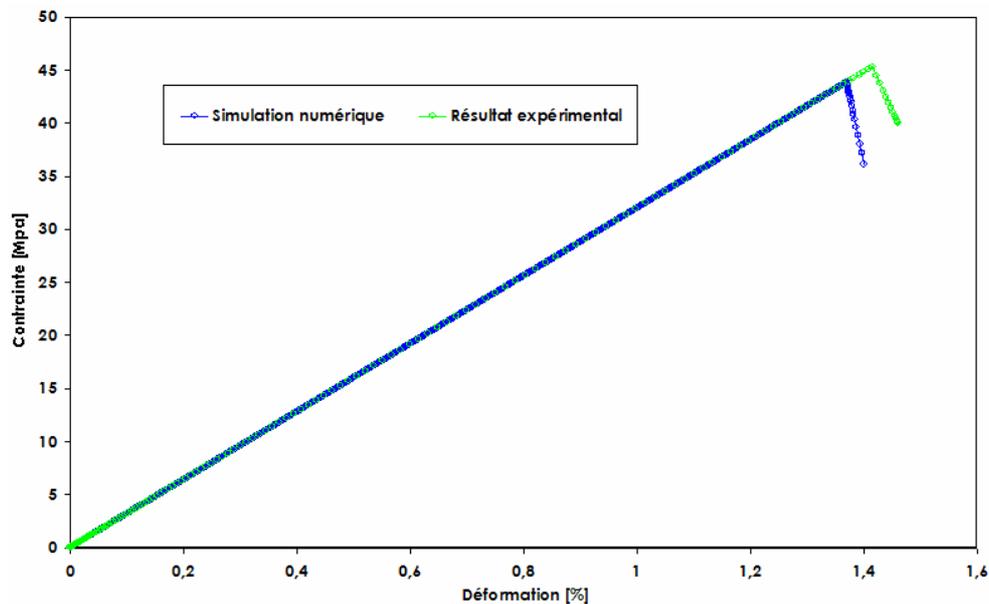


FIGURE VI.6 : Comparaison des réponses contrainte/déformation pour un calcul numérique avec résultats expérimentaux

Les courbes numériques et expérimentale contrainte/déformation de l'essai de traction ont donc pu être comparées. Les résultats sont présentés sur la figure.VI.8. Un écart entre ces courbes expérimentales et numériques est constaté puisque ces

courbes se superposent bien aux temps courts mais la valeur des contraintes de la courbe modélisée diverge ensuite avec la déformation. Il reste tout de même important de mettre en évidence dans ces essais, l'effet de la thermique qui n'a pas été pris en considération dans les simulations numériques. La valeur des contraintes mesurées montre qu'un modèle thermo-élasto-viscoplastique rendrait mieux compte de la réalité et prédire bien le comportement des polymères étudiés.

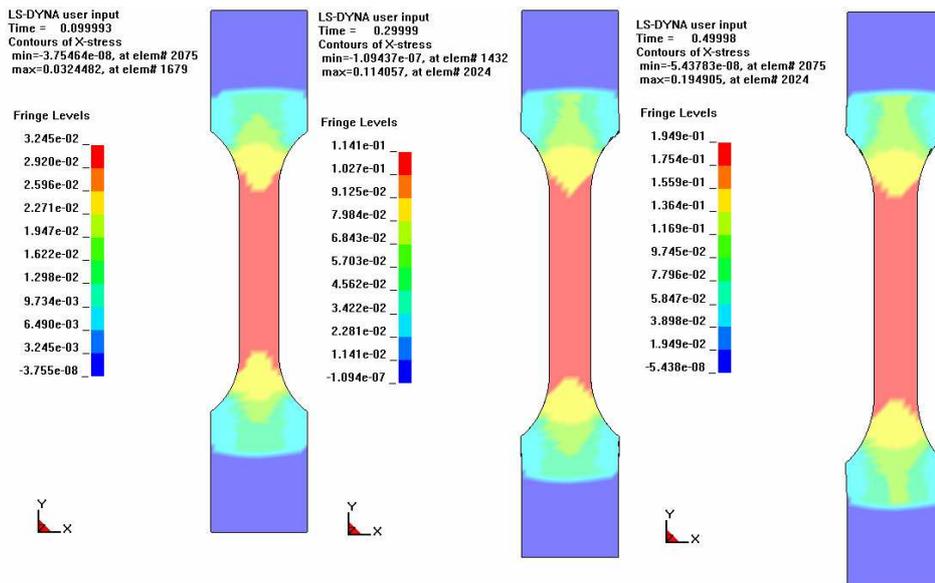


FIGURE VI.7 : Isovaleurs des contraintes dans la direction de sollicitation (sans couplage thermique).

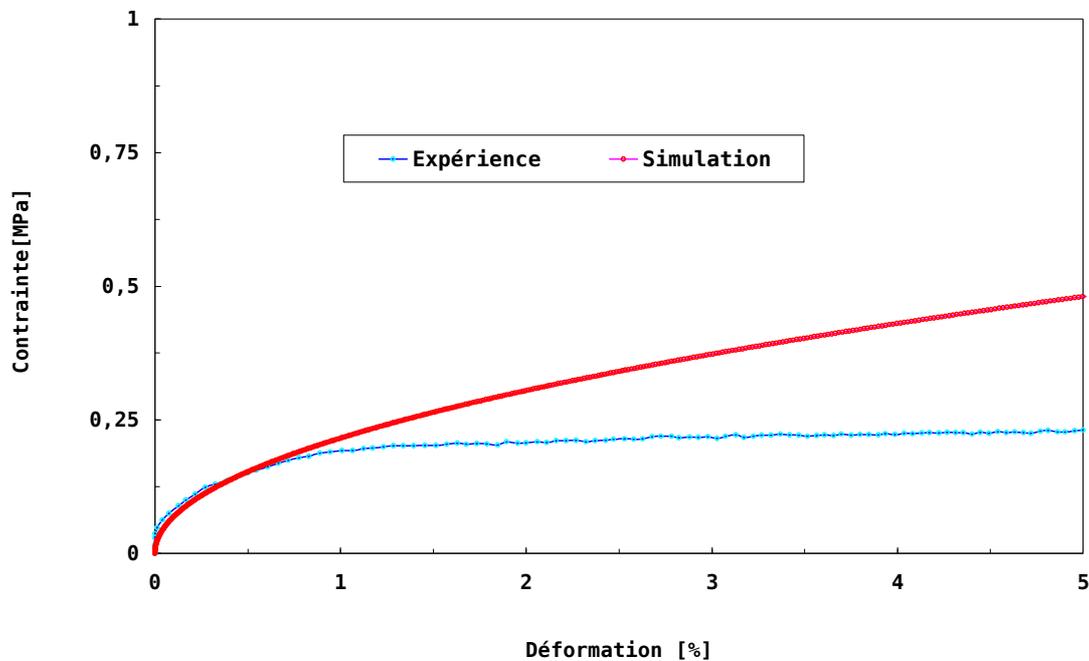


FIGURE VI.8 : Comparaison des courbes de contrainte/déformation expérimentales à 140 °C et celles obtenues en simulation à l'aide de Lsdyna® pour le COC 5013 (essais à vitesse de déplacement constante).

La figure VI.9 relate les distributions de la température pour une vitesse de déformation égale à 5mm/s. on observe une température croissante au centre de la partie utile de l'éprouvette durant l'essai de traction, et une température maximale de 40 °C localisée dans la zone de striction. De plus, les résultats indiquant l'influence de la prise en compte du couplage thermique sur les contraintes σ_{yy} . On note que le couplage thermomécanique accroît la ductilité du matériau.

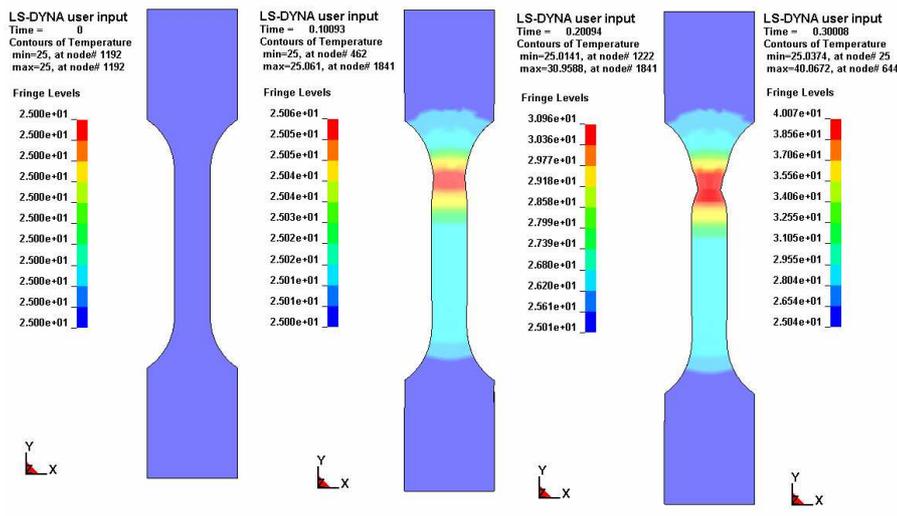


FIGURE VI.9 : Simulation de l'essai de traction, représentation de l'évolution de la température dans l'éprouvette de traction.

La figure VI.10 illustre l'influence de la température sur les contraintes durant l'essai de traction. On note que cette l'influence n'est pas négligeable. En effet, le fait de prendre en compte le couplage thermomécanique provoque un adoucissement localisé ou se produit ensuite la striction de l'éprouvette.

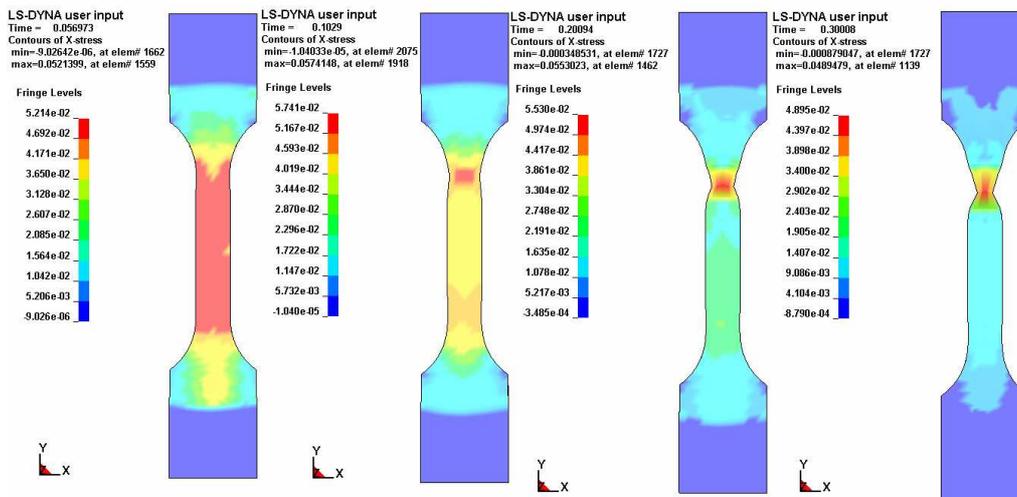


FIGURE VI.10 : Simulation de l'essai de traction, représentation de la contrainte dans la direction de sollicitation avec couplage thermomécanique.

Des courbes d'évolution de la température au cours de l'essai pour différents points caractéristiques peuvent être représentées. Le premier point noté 608 est situé dans le centre de la zone utile, le deuxième point 1014 appartient à la partie supérieure mobile, le troisième point 1003 est un point appartenant à l'autre partie fixe et enfin le dernier point 644 est un nœud situé dans la zone endommagée (cf.figure.VI.11).

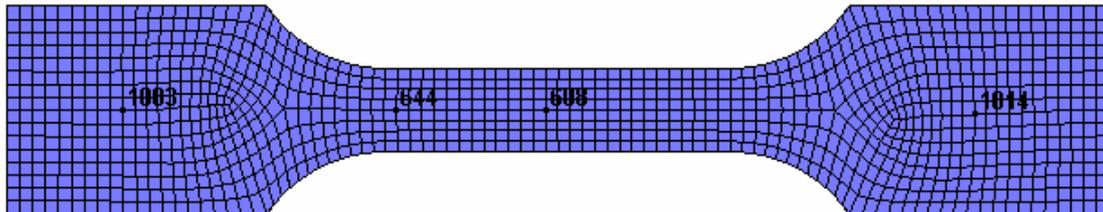


FIGURE VI.11 : Positionnement des points considérés pour l'analyse comparative des évolutions de la température.

La figure VI.11 indique que la température reste constante pour les quatre points, tant que la valeur de la contrainte σ_{yy} est inférieure à la limite élastique σ_e , et tant que le champ de déformation est homogène. Au-delà, on peut remarquer une nette augmentation de la température des points appartenant à des zones de l'éprouvette très sollicitée (le nœud 608 et 644). Ces résultats sont généraux et l'élévation de la température dans les zones endommagées en particulier est cohérente.

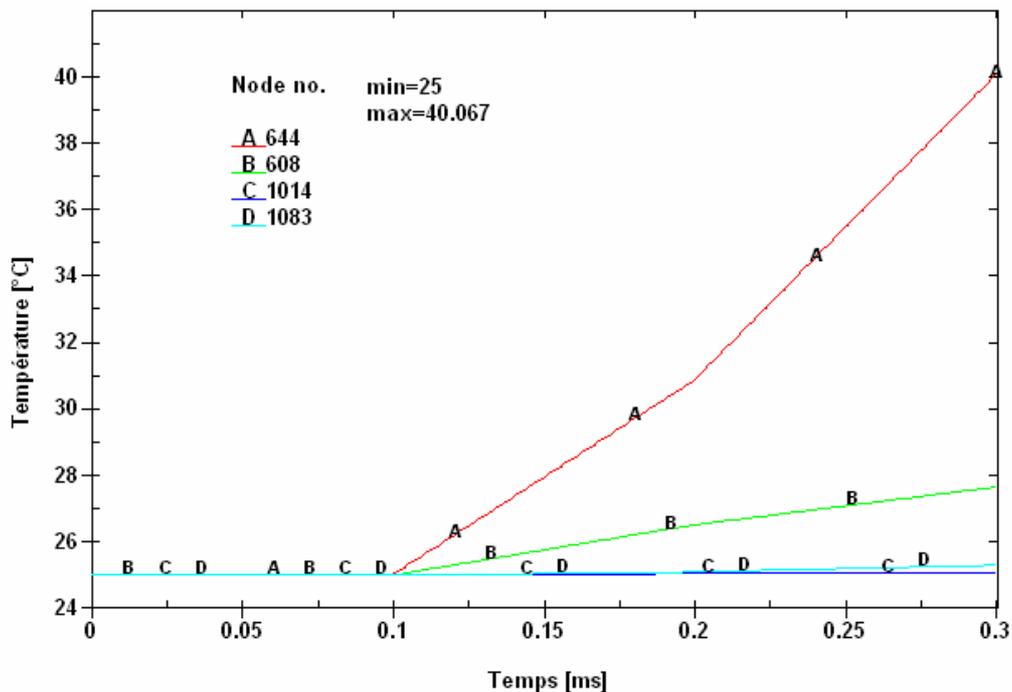


FIGURE VI.12 : Evolution des températures des points cités dans différentes zones de l'éprouvette pendant un essai de traction.

VI.4. MODELISATION DU PROCEDE D'ESTAMPAGE A CHAUD

VI.4.1. ECRASEMENT D'UN DISQUE POLYMERE ENTRE DEUX PLATEAUX RIGIDES

En se basant sur les données matérielles précédentes, on considère l'écoulement de compression à volume constant d'un disque de polymère de comportement viscoélastique entre deux plateaux parallèles dans deux conditions de mise en forme possibles a pu être modélisé. Dans un premier cas, on a supposé qu'un des deux plateaux est fixe et l'autre se rapproche sous l'action d'une force de -6 kN, tandis que dans le second cas, les deux plateaux sont en mouvement de compression opposés sous l'action d'une charge de -3 kN. Le caractère axisymétrique du problème permet d'effectuer les calculs en 2D [161]. Les maillages du disque polymère et les deux plateaux sont composés respectivement de 850 et 132 nœuds (cf.figure.VI.13). Les comportements utilisés sont issus des bases de données matériau de LsDyna[®]. Le disque polymère est considéré viscoélastique (module conservatif $E'=740$ MPa, module dissipatif $E''= 170$ MPa), tandis que les plateaux sont supposés rigides ($E= 2,1.10^5$ MPa et $\nu=0.3$). Les contacts entre plateaux rigides et disque polymère sont modélisés par des éléments de contact de type 2D_AUTOMATIC_SURFACE_TO_SURFACE. Le frottement entre ces corps est un frottement de Coulomb, avec $\mu=0.01$.

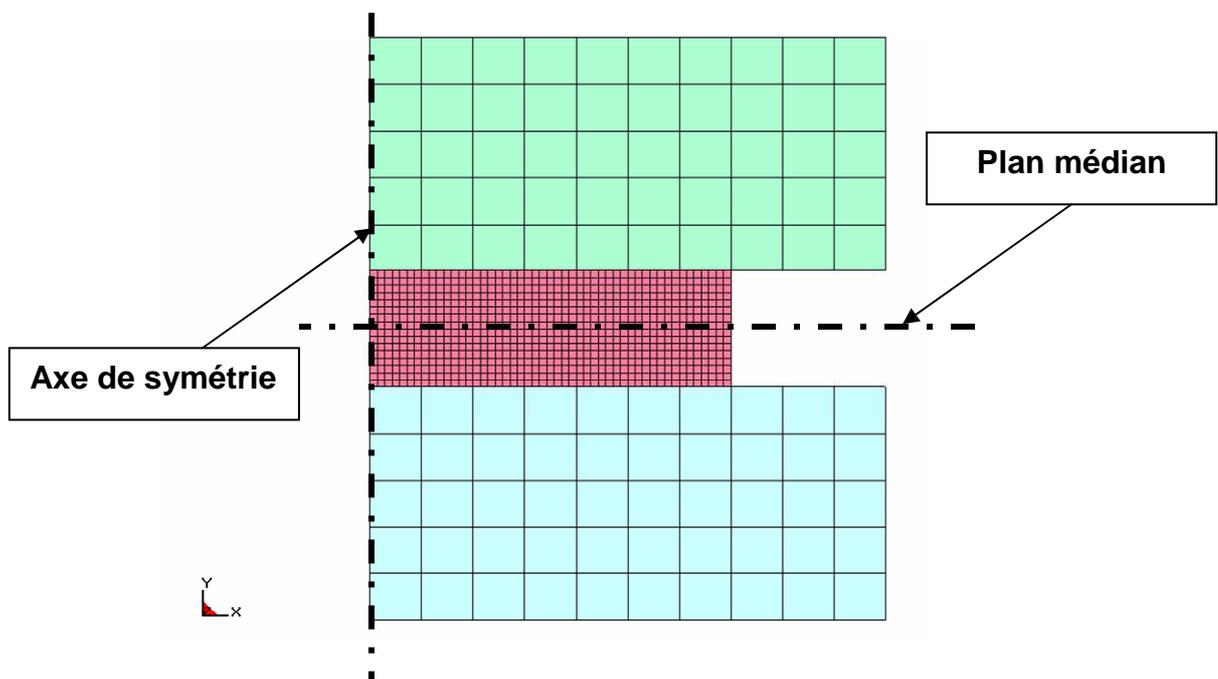


FIGURE VI.13 : Représentation de l'écrasement d'un disque polymère entre deux plateaux indéformables.

VI.4.1.1. Hypothèses de simulation

Le problème présente une symétrie de révolution et une symétrie par rapport au plan médian (cf.figure.VI.13). Cette dernière ne sera pas exploitée car on souhaite également analyser la compression avec présence de micro-cavités disymétriques. De ce fait, un modèle 2D utilisant des éléments axisymétriques nécessite le maillage d'une section méridienne. Les essais sont effectués à efforts de compression imposés ou à vitesses de traverse constante et sont simulés en imposant une force ou un déplacement du plateau rigide. Ces sollicitations sont schématisées sur la figure VI.14.

En raison, du caractère axisymétrique du problème, l'ensemble des nœuds se trouvant sur l'axe de symétrie sont bloqués sauf ceux concernant le déplacement suivant l'axe z. La surface de la plaque de polymère supposée en contact avec les plateaux rigides sont libres de se déplacer librement sur la surface d'appui. Les conditions aux limites sont schématisées au moyen de symboles normalisés (cf.figure.VI.14).

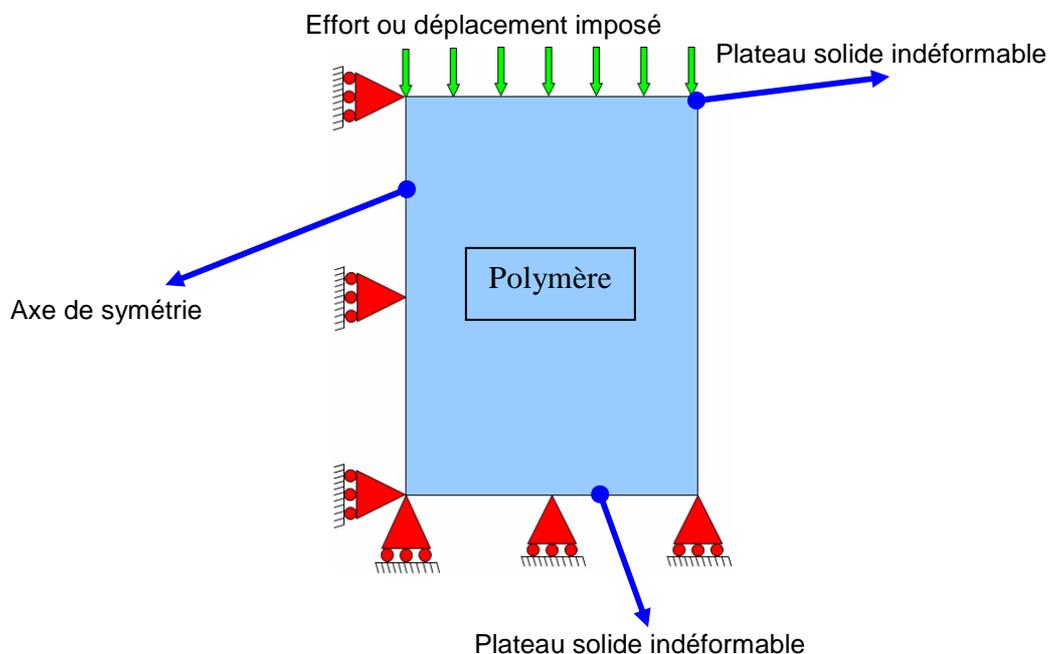


FIGURE VI.14 : Schématisation des conditions aux limites et des conditions de chargement lors de l'essai de compression.

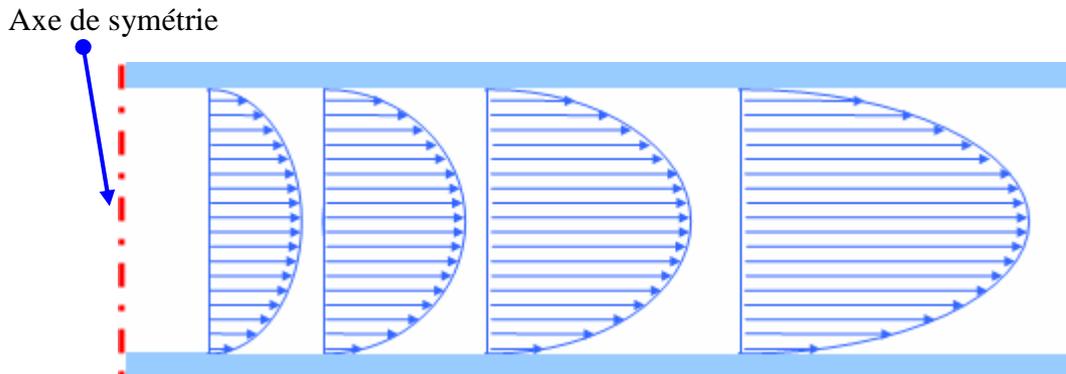


FIGURE VI.15 : Représentation schématique du profil de la composante radiale de vitesse $u(r,z,t)$ à un instant (t) durant l'essai d'écrasement.

De plus, on considère que les deux plateaux rigides restent parallèles pendant la durée de l'essai, ce qui conduit à imposer que la vitesse axiale $w(z,t)$ est uniforme quel que soit le rayon r , et de valeur nulle sur le plateau fixe est maximale sur celui en mouvement. La vitesse radiale $u(r,z,t)$ de forme parabolique, est nulle sur l'axe de symétrie, et maximale aux extrêmes. Cette composante $u(r,z,t)$ s'annule sur les deux plateaux et prend des valeurs maximales sur le plan médian (cf.figure.VI.15).

VI.4.1.2. Résultats de simulation

Pour les simulations réalisées avec un seul plateau mobile, le résultat de l'écrasement est illustré sur la figure VI.16 qui relate respectivement les composantes radiale et axiale de la vitesse d'écoulement. Les vitesses radiales (cf.figure.VI.16a) sont évidemment nulles sur l'axe de symétrie de l'échantillon déformé et maximales dans les bords libres. Une dissymétrie de forme est de plus relevée dans la zone la plus proche du plateau en mouvement (détail x).

Sur la figure VI.16b on note évidemment un gradient de vitesses dans l'épaisseur de l'échantillon ; la valeur la plus élevée étant située au contact du plateau en mouvement tandis qu'elle s'annule au contact du plateau fixe.

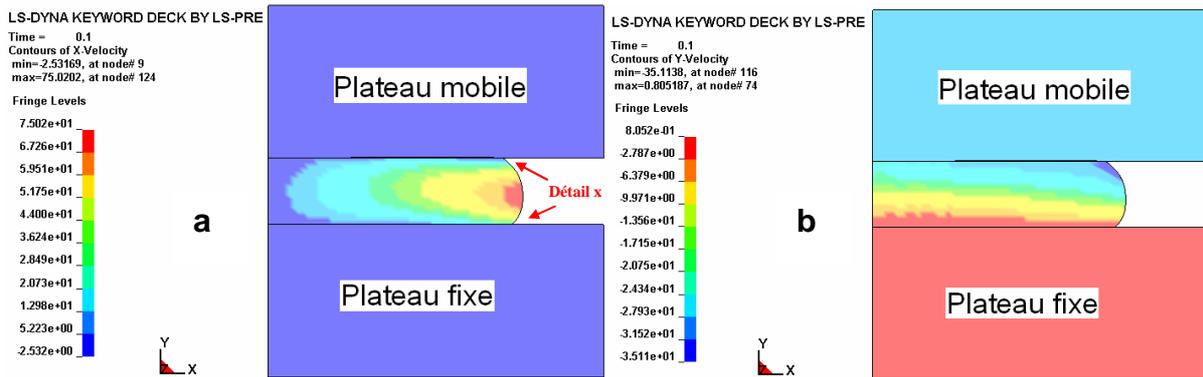


FIGURE VI.16 : Simulation de l'écrasement d'un disque polymère COC 5013 entre plateaux : (a) composante de vitesses radiales (b) composantes de vitesses axiales.

Pour les essais effectués par compression entre deux plateaux mobiles, les résultats obtenus sont indiqués figure VI.17. Dans cette configuration, on constate que les résultats différents du cas précédent, et que les bords libres de l'échantillon comprimé sont maintenant symétriques par rapport au plan médian de l'échantillon.

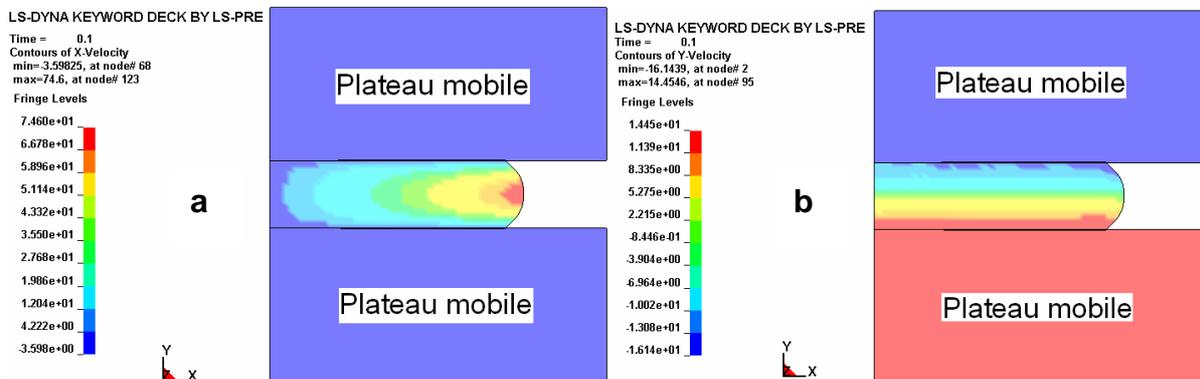


FIGURE VI.17 : Simulation de l'écrasement d'un disque polymère COC 5013 entre plateaux mobiles : (a) composante de vitesses radiales (b) composantes de vitesses axiales.

Les figures VI.18a, b et c illustrent les vecteurs déplacements axiaux, radiaux et leur résultante. Les profils des vitesses indiquent le sens d'écoulement de la matière pendant l'écrasement entre deux disques en mouvement opposé permettant de plus de vérifier les hypothèses formulées. Les minima des vecteurs vitesse sont localisés

à l'axe de symétrie, tandis que les maxima des vecteurs vitesses sont positionnés logiquement à l'extrémité libre du disque polymère. Cette zone est plus large et moins allongée suivant la valeur de module d'Young du polymère pendant l'écrasement. Ces vecteurs s'élargissent progressivement dans le sens d'écoulement quel que soit le mode d'écrasement considéré. L'examen des profils des vitesses résultantes représentées au même moment, conforte ces observations et permet de comparer les intensités des grandeurs entre les deux configurations (cf.figure.VI.18).

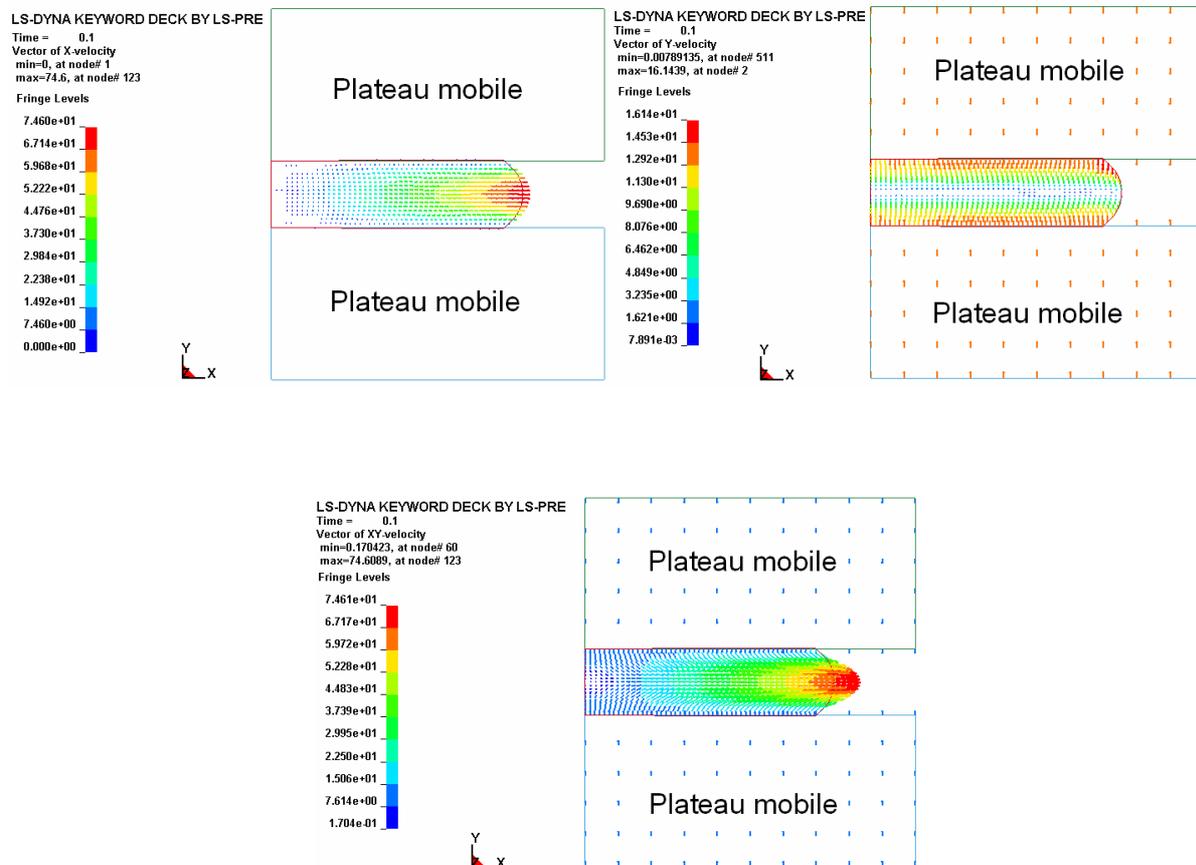


FIGURE VI.18 : Simulation de l'écrasement d'un disque polymère COC 5013 entre plateaux mobiles - vecteur de vitesse de déplacement : (a) radial (b) transversal (c) résultant.

A titre d'illustration complémentaire il est possible de représenter le profil des vitesses résultantes lorsque les deux configurations sont envisagées. Comme on pouvait s'y attendre, on remarque que les déformations dans le cas où il y a symétrie du mouvement des plateaux, est symétrique.

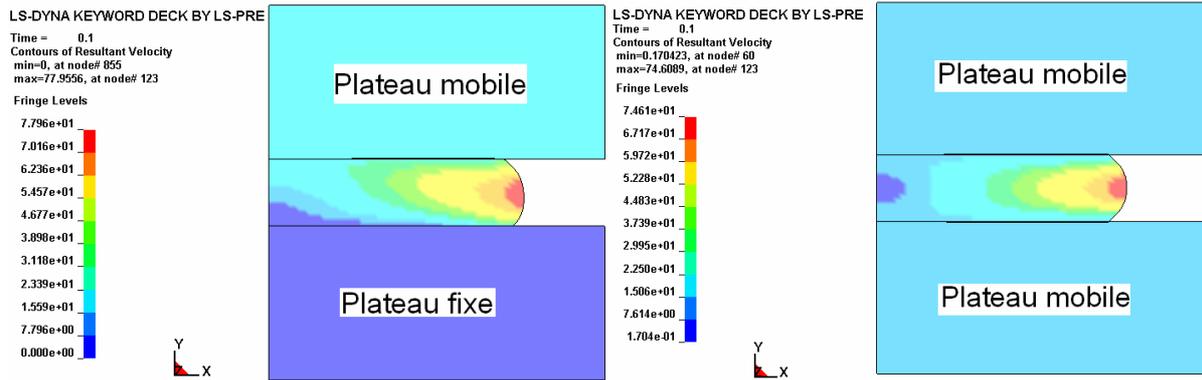


FIGURE VI.19 : Simulation des vitesses résultantes de l'écrasement d'un disque polymère COC 5013 entre plateaux rigides.

VI.4.1.3. Validation expérimentale

Afin de valider les résultats de simulation, des essais de compression à chaud d'un disque cylindrique de même dimension ont été réalisées expérimentalement, et présentées dans le paragraphe IV.2.2 du chapitre IV. La simulation a été validée en comparant les résultats obtenus par rapport aux prédictions expérimentales. Les résultats représentatifs de l'évolution de géométrie et des vitesses de déformation ont été obtenus en prenant en compte les évolutions des différentes vitesses au point de déformée maximale en tonnelet (point1 cf.figure.VI.20) associées à un point proche de l'interface avec le plateau mobile (point 2 cf.figure.VI.20). En ces points, les vitesses radiales et axiales ont pu être calculées expérimentalement.

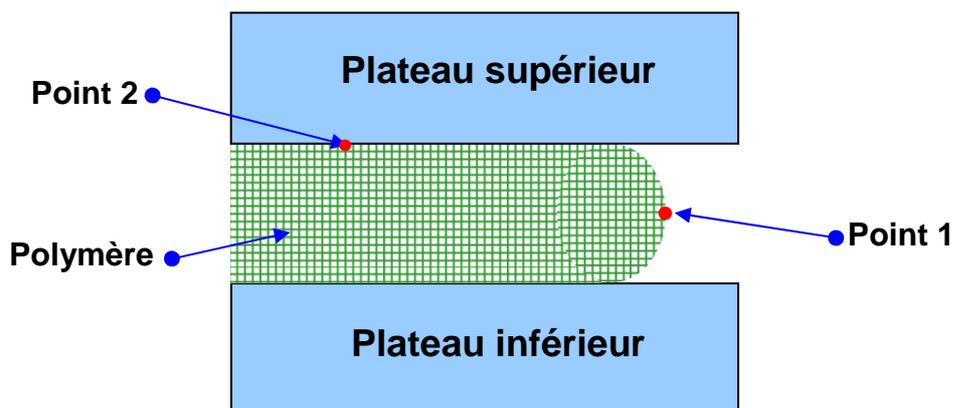


FIGURE VI.20 : Localisation des points de références pour la corrélation de la métrologie des vitesses d'écoulement par rapport aux valeurs obtenues par simulation.

La bonne concordance entre les valeurs expérimentales et les valeurs issues du modèle est illustrée sur la figure VI.21.

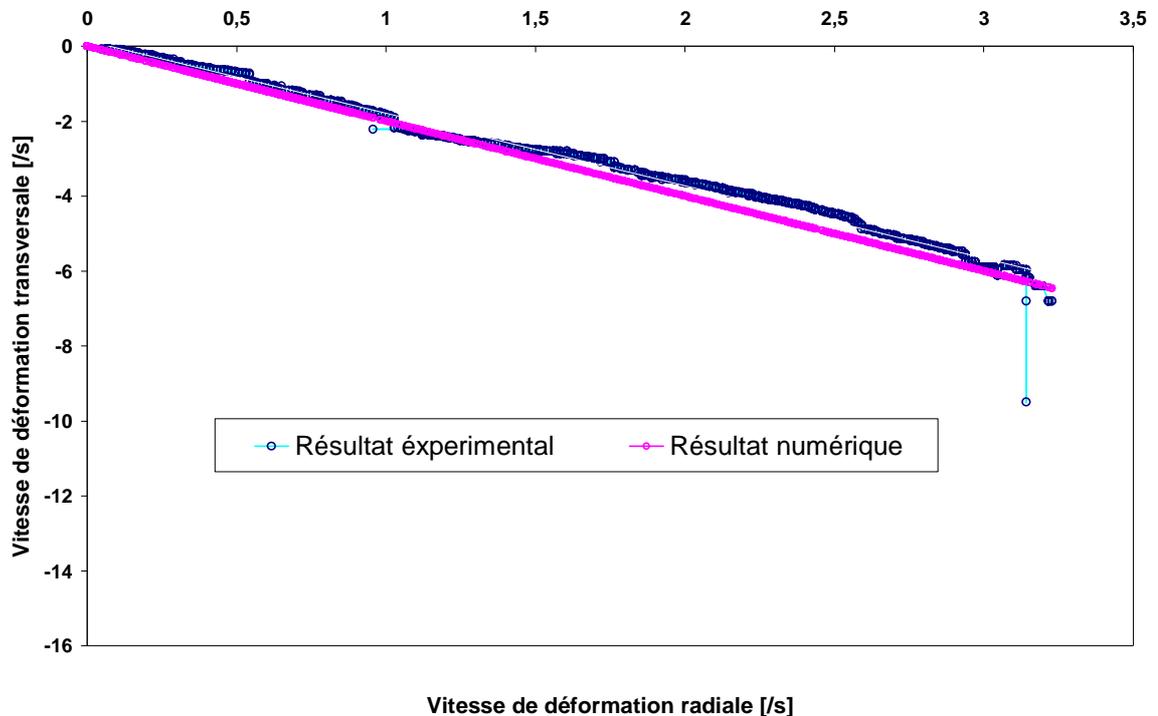


FIGURE VI.21: Évolution comparative des vitesses de déformation expérimentales avec celles issues du modèle (matériau COP 480).

VI.4.2. ÉCRASEMENT D'UN DISQUE POLYMERRE ENTRE PLATEAUX PLANS AVEC CAVITES

La simulation numérique par éléments finis de l'essai de compression a été réalisée avec le code Ls-Dyna[®]. Deux géométries 2D axisymétriques ont été adoptées (cf.Chapitre.IV, V). Un raffinement préalable des maillages a été réalisé dans la zone à proximité soit des cavités soit des formes positives à reproduire. L'élément de maillage 2D est identique pour les deux cas et possède 1712 et 3452 éléments respectivement.

Cette partie se propose d'étudier l'écrasement d'un disque polymère entre deux plateaux plans et parallèles avec présence de cavités sur l'un des plateaux.

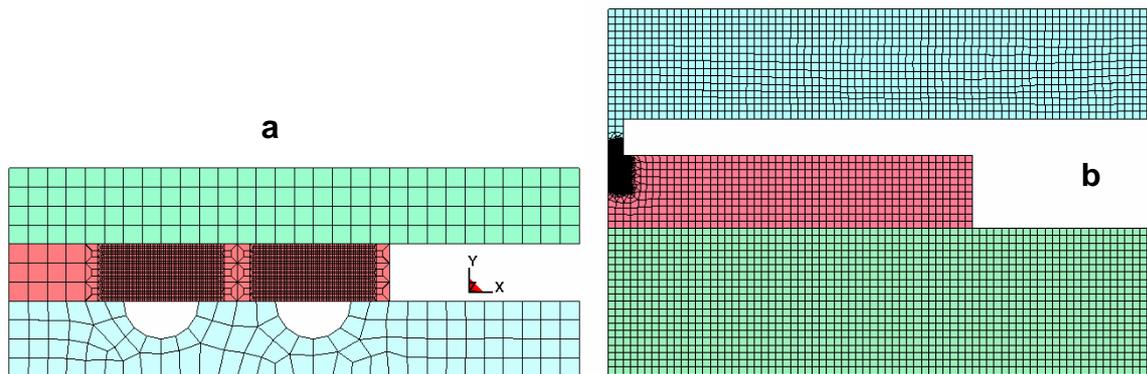


FIGURE VI.22 : Maillage adopté pour les deux configurations de l'estampage à chaud avec le code LsDyna[®] : (a) volume constant, (b) effort constant.

VI.4.2.1. Estampage à chaud à volume constant

Des simulations numériques de l'essai de compression ont été réalisées afin d'évaluer le remplissage des cavités en utilisant les données expérimentales et numériques (courbe contrainte/déformation) issues des travaux présentés précédemment (paragraphe VI.4.2). Les symétries du problème, en termes de géométrie, comportement et sollicitation, permettent de simuler l'essai en 2D. Les deux plateaux sont supposés rigides indéformables avec un module d'Young et un coefficient de Poisson correspondant à ceux d'un acier. L'ensemble plateaux/disque polymère comporte 1712 éléments. Le disque polymère de dimensions égales à 2mm de diamètre et de 200 μm d'épaisseur suit une rhéologie caoutchoutique a été écrasé suivant trois configurations possibles pour lui donner sa forme finale (cf.figure.VI.22a) : Dans un premier temps, le plateau inférieur avec cavité (cf.figure.VI.23) reste immobile tandis que le plateau supérieur descend à une vitesse de 20 mm/s pendant 5 ms (cas 1). Dans un deuxième temps, il a été effectué le même test en alternant les mobilités des deux plateaux. Le plateau supérieur reste immobile tandis que le plateau inférieur monte avec la même vitesse pendant 5 ms (cas2). Enfin, une configuration avec déplacement des deux plateaux en mouvement opposés à une vitesse de 10 mm/s pendant 5 ms a été pris en considération en dernier lieu (cas 3).

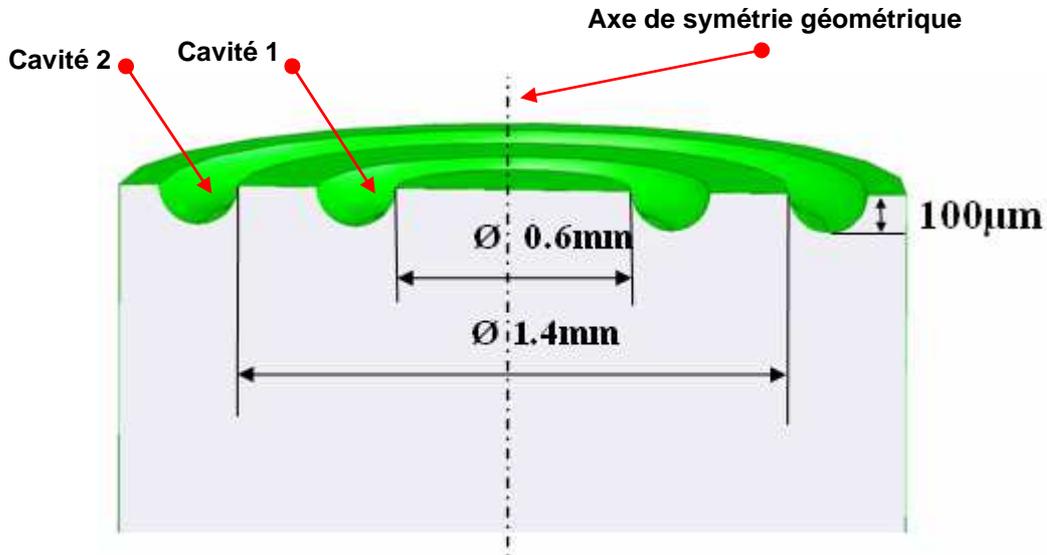


FIGURE VI.23 : Géométrie du plateau rigide inférieur avec présence de cavités.

Ces essais ont été développés afin de vérifier l'effet du déplacement des plateaux rigides et de la répartition des cavités du moule sur le remplissage de celles-ci. Dans le premier cas, on remarque que le remplissage est plus lent pour la cavité la plus éloignée de l'axe de la symétrie géométrique (cavité 2) que pour celle plus proche de celui-ci (cavité 1). Cela est lié d'une part au fait que à la répartition de la matière polymère autour de cette cavité quel que soit le volume à remplir (valable dans des cavités de forme et profondeur identique) et d'autre part à l'effet du bord (cavité 2 très proche du bord libre du disque polymère). Le résultat de l'écrasement est visible sur la figure VI.24 en terme d'isovaleurs de contrainte. On y visualise la contrainte σ_{yy} selon la direction y pendant le remplissage des cavités. Dans la direction de l'écrasement, les contraintes σ_{yy} sont maximales dans les zones proches des cavités et à l'extrémité libre.

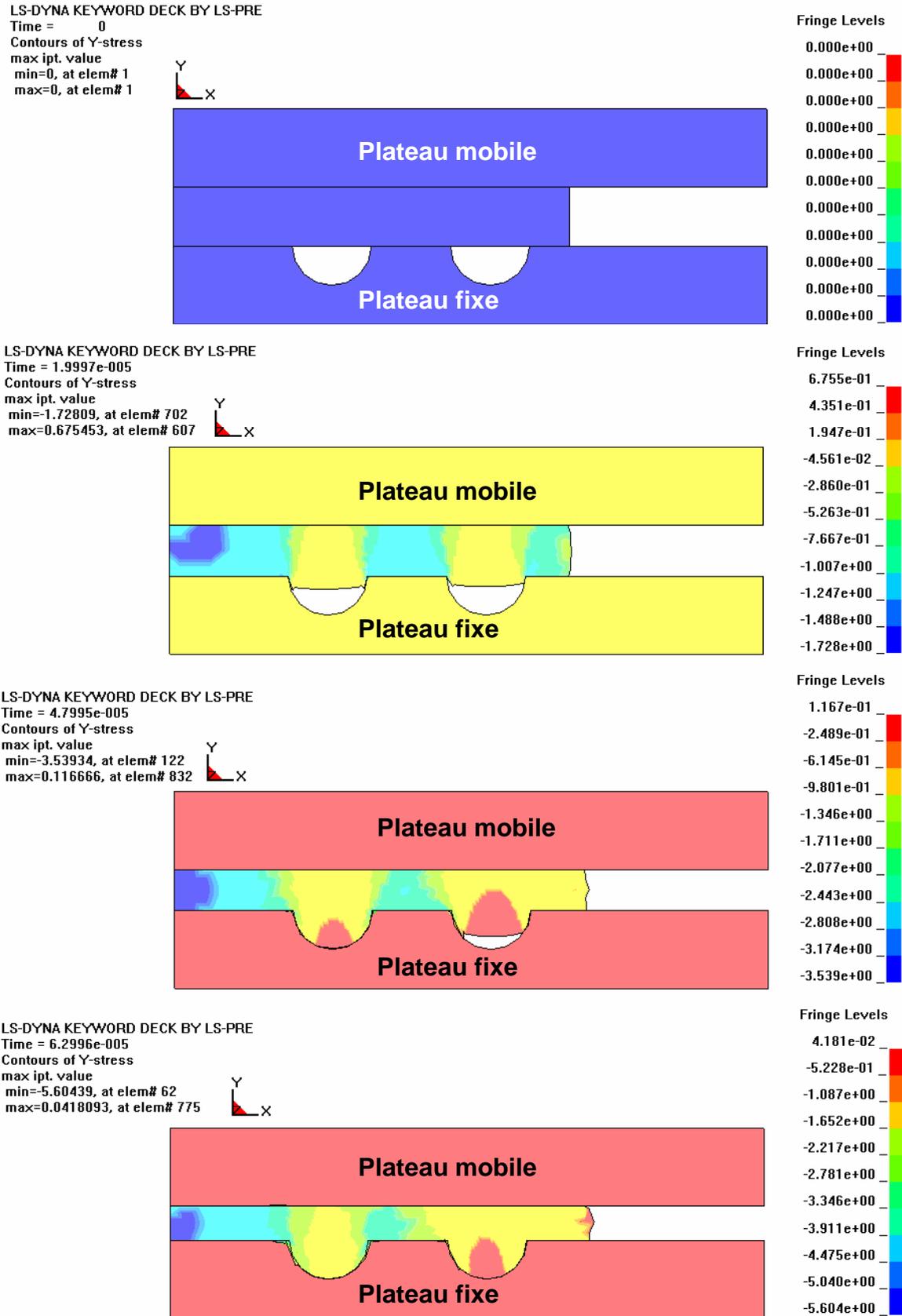


FIGURE VI.24 : Simulation numérique de l'essai de compression avec cavités de forme circulaire.

La figure VI.25 représente les isovaleurs de la contrainte σ_{yy} obtenues durant la compression. On peut comparer les cas 1 et 2 où l'un des deux plateaux est mobile avec celui obtenu pour le cas 3 où les deux plateaux sont en mouvement opposés. On observe les résultats du troisième cas conduisant au remplissage identique à celui obtenu dans le cas de référence. On note aussi que les valeurs de la contrainte axiale sont relativement proches dans les deux premiers cas. La similitude des différentes contraintes met en évidence le fait que la mobilité de l'un des deux plateaux n'influe pas sur le temps de remplissage dans ces deux cas mais légèrement sur la valeur des contraintes. On note que les valeurs des contraintes σ_{yy} dans le cas 3 sont les moins importantes, du fait de la mobilité des deux plateaux. Il semble donc préférable que les essais d'estampage à chaud soient réalisés dans ces conditions.

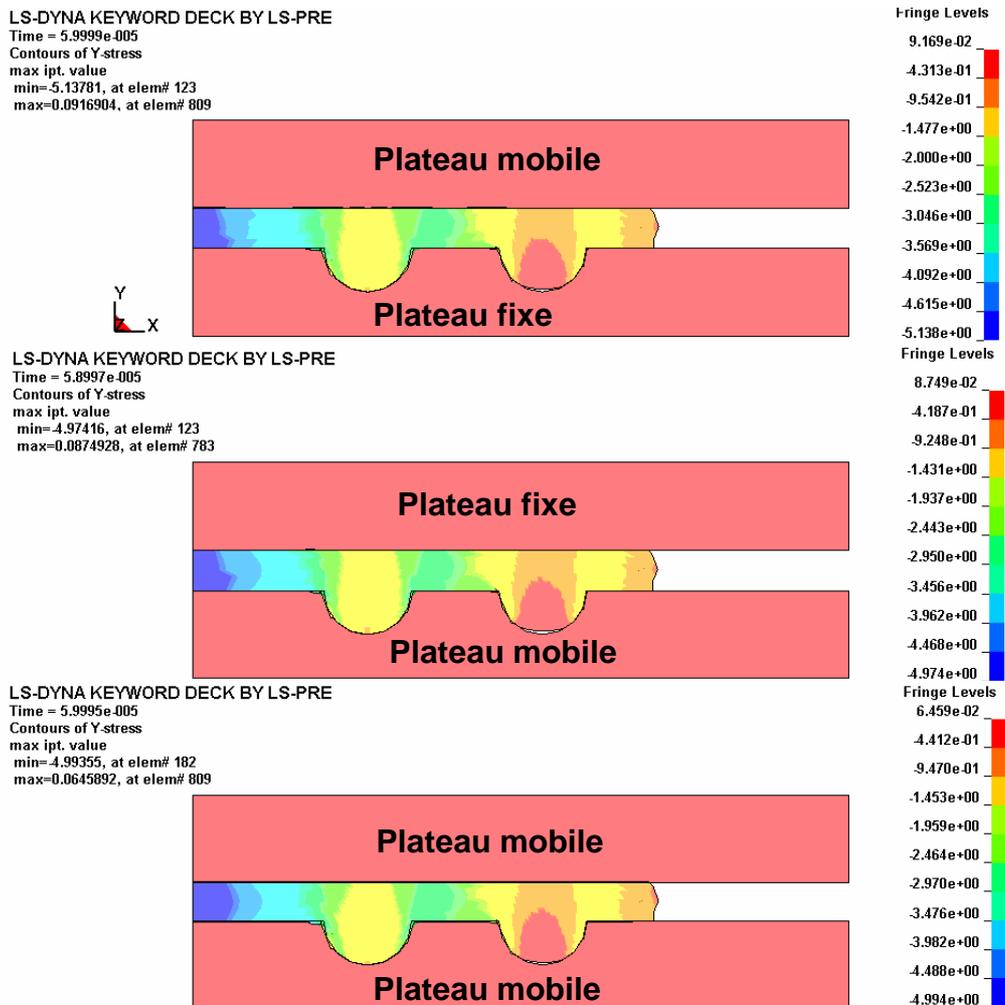


FIGURE VI.25 : Simulation numérique de l'estampage avec plusieurs configurations au niveau de la mobilité des cavités de forme circulaire.

Une étude relatée par Rowland et al. [162], concernant une simulation d'estampage à chaud de polymère visqueux avec des cavités de taille uniforme (rainures circulaires concentriques à section carrée de profondeur identique et largeur différente) avec une répartition irrégulière des espacements ont permis de constater que le remplissage est plus rapide dans les petites cavités que dans les cavités de dimensions plus grandes. Ceci correspond aux conclusions relatées grâce au modèle analytique du chapitre IV. D'autre part, ces auteurs ont montré que pour des volumes de remplissage des cavités identiques, le temps de remplissage final (t_f) dépend de manière systématique de la répartition des espacements entre les cavités du moule.

Dans le même contexte, nous relatons une comparaison entre les résultats obtenus par Rowland et al. [162] et les résultats numériques consignés dans nos travaux. Dans un premier cas, deux cavités de taille différentes ont été retenues où l'une est 1,5 fois plus grande que l'autre. A partir des données rassemblées dans la figure VI.22, on peut noter une différence dans la durée de remplissage.

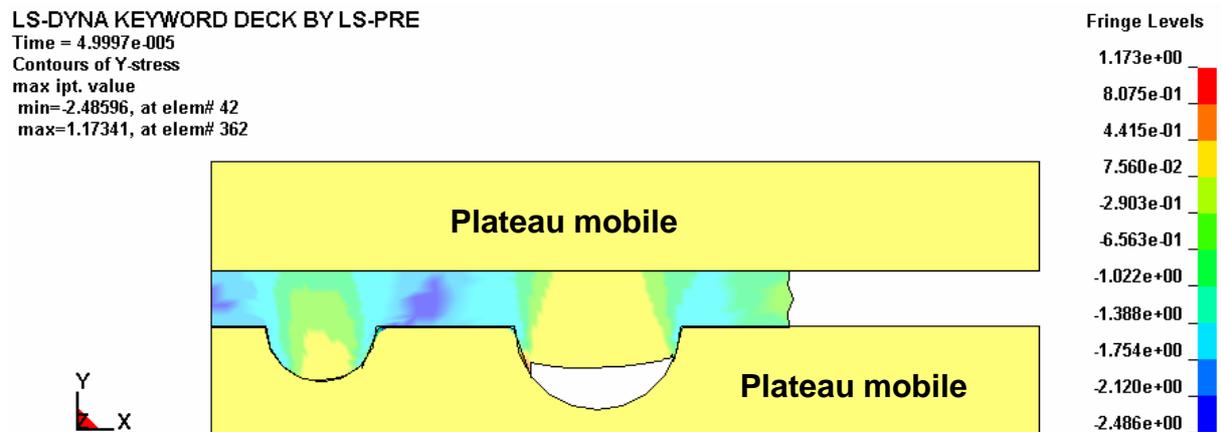


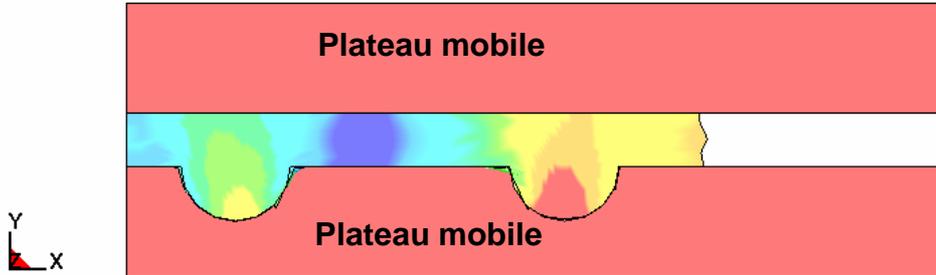
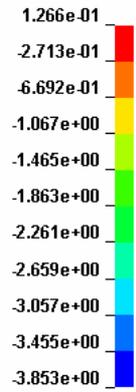
FIGURE VI.26 : Simulation numérique d'estampage à chaud avec cavités circulaires de taille différentes.

Le calcul du temps de remplissage pour des cavités identiques réparties chaque fois d'une façon différente a été de plus évalué. Dans le but de confronter nos observations comparativement à celles du Rowland [162], le temps de remplissage est de fait différent, en raison de la position différente des axes d'écoulement (cf.figure.VI.8 paragraphe VI.1.2.2 du chapitre IV), permettant de révéler des écoulements dans une direction ou dans une autre, ainsi que confirmée par les isovaleurs des contraintes σ_{yy} présentées sur la figure VI.27.

LS-DYNA KEYWORD DECK BY LS-PRE

Time = 5.3998e-005
 Contours of Y-stress
 max ipt. value
 min=-3.85252, at elem# 145
 max=0.126626, at elem# 667

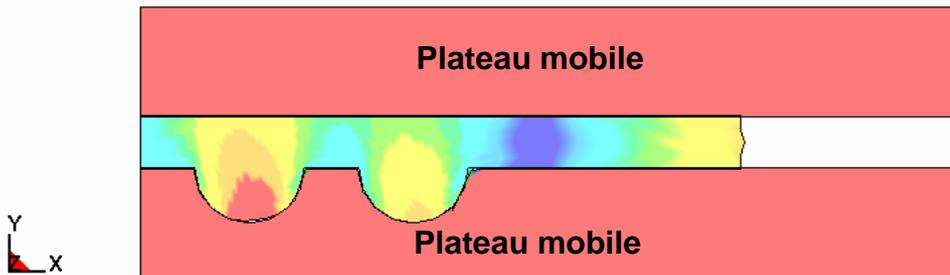
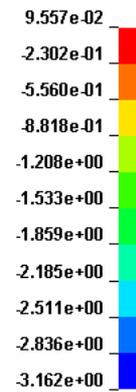
Fringe Levels



LS-DYNA KEYWORD DECK BY LS-PRE

Time = 5.4998e-005
 Contours of Y-stress
 max ipt. value
 min=-3.16217, at elem# 110
 max=0.0955732, at elem# 328

Fringe Levels



LS-DYNA KEYWORD DECK BY LS-PRE

Time = 5.9995e-005
 Contours of Y-stress
 max ipt. value
 min=-4.99355, at elem# 182
 max=0.0645892, at elem# 809

Fringe Levels

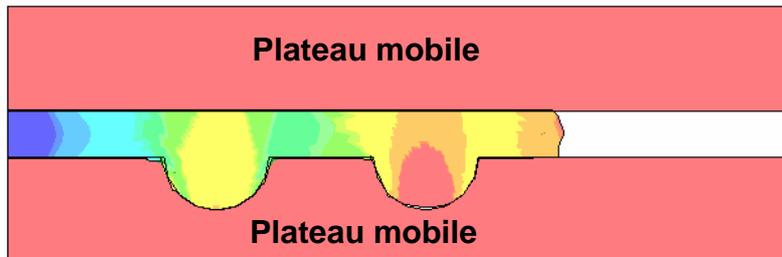


FIGURE VI.27 : Simulation numérique d'estampage à chaud avec cavités de forme circulaires.

A titre complémentaire, trois types de cavité ont été testés : une cavité de forme conique, une cavité de forme cylindrique et enfin une cavité de forme hémisphérique. Les géométries et les maillages 2D de deux des trois modèles sont relatés en figure VI.28. La modélisation a été effectuée avec la même éprouvette de forme cylindrique de dimensions égales à 20mm de diamètre et 2 mm d'épaisseur, maillée exactement de la même manière, le déplacement imposé étant identique quel que soit la géométrie des cavités.

Le nombre d'éléments est de 1969. La taille minimale des éléments pour toutes les simulations est de 0.1 mm. Les deux plateaux sont supposés rigides indéformables. Le plateau inférieur est maintenu fixe alors que le plateau supérieur est animé d'un déplacement vertical à vitesse constante égale à 20 mm/s.

Les figures VI.29 à 31 résultant les résultats de remplissage pour les trois cavités en termes d'isovaleurs des contraintes σ_{yy} pour différents instants afin d'illustrer l'hétérogénéité du champ de contraintes.

LS-DYNA keyword deck by LS-PRE

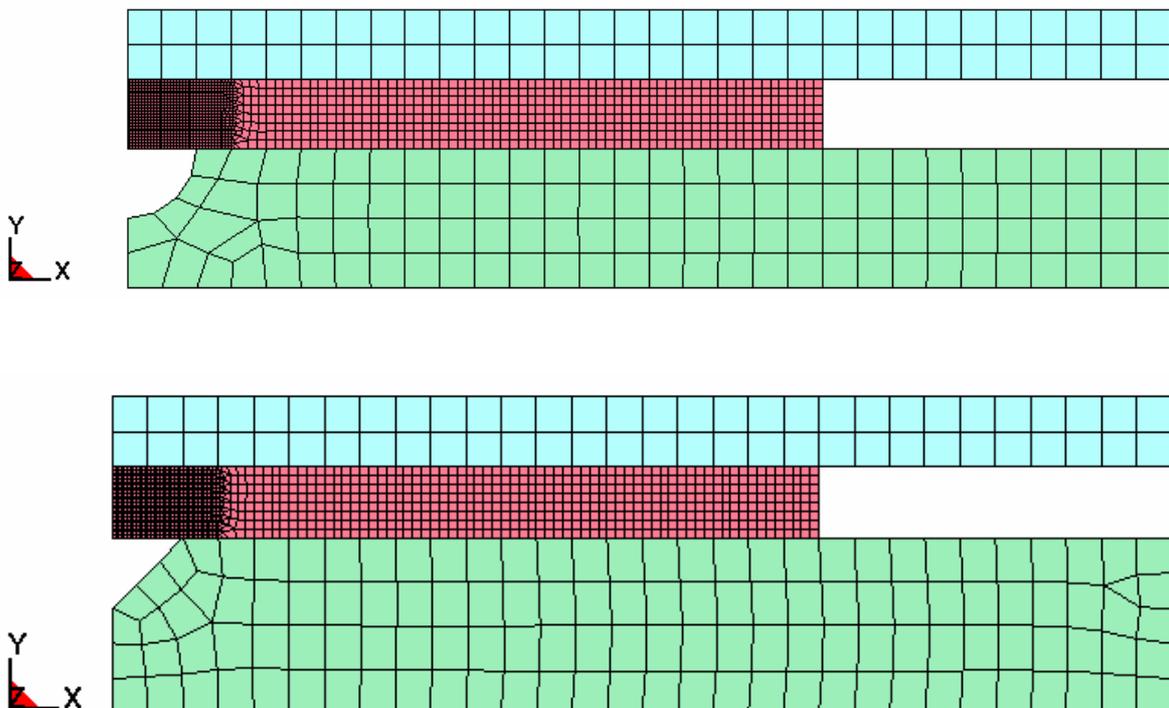


FIGURE VI.28 : Maillage 2D de l'estampage à chaud à volume constant.

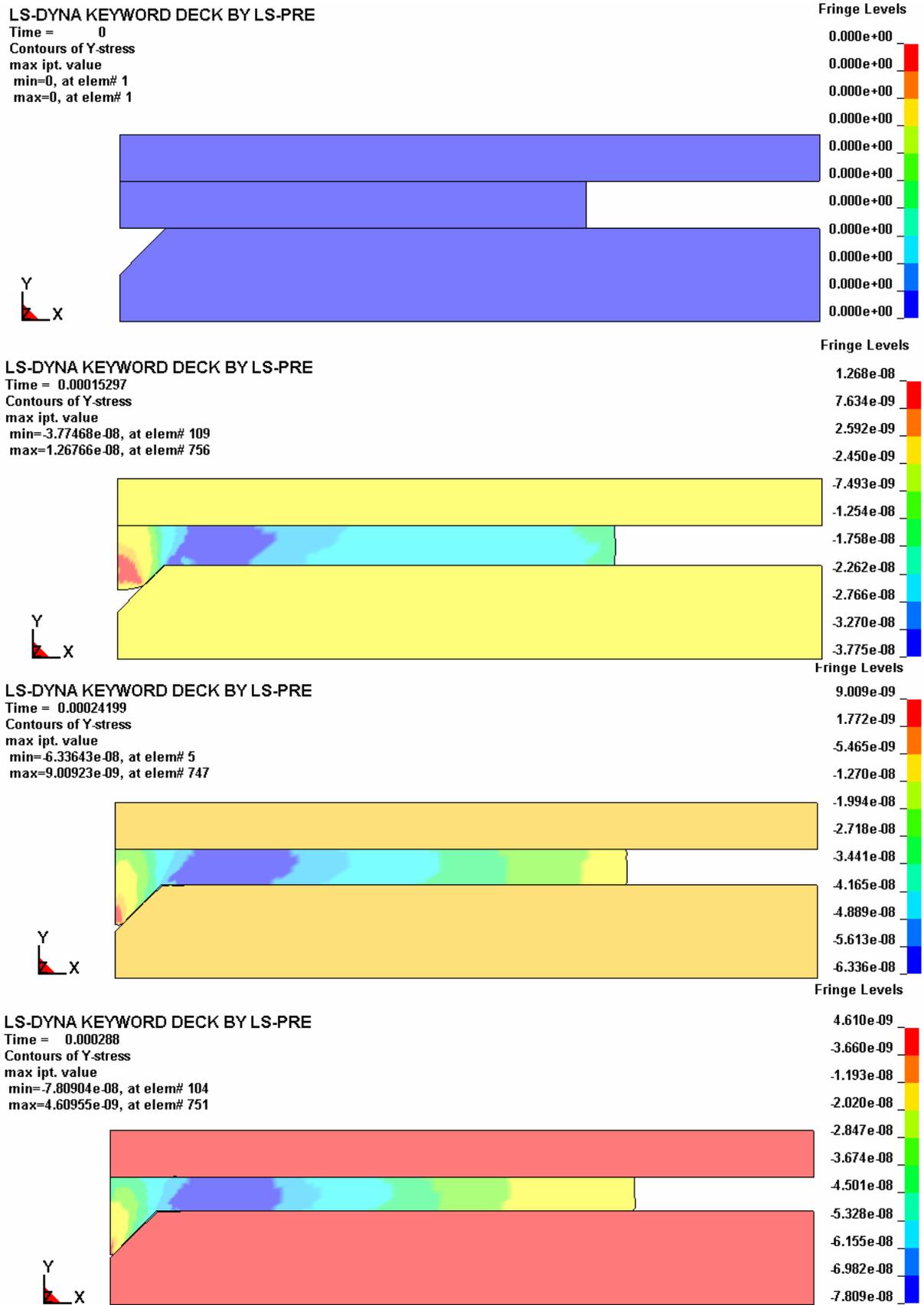


FIGURE VI.29 : Distribution de la contrainte σ_{yy} durant la simulation du remplissage d'une cavité de forme conique par compression d'un disque polymère.

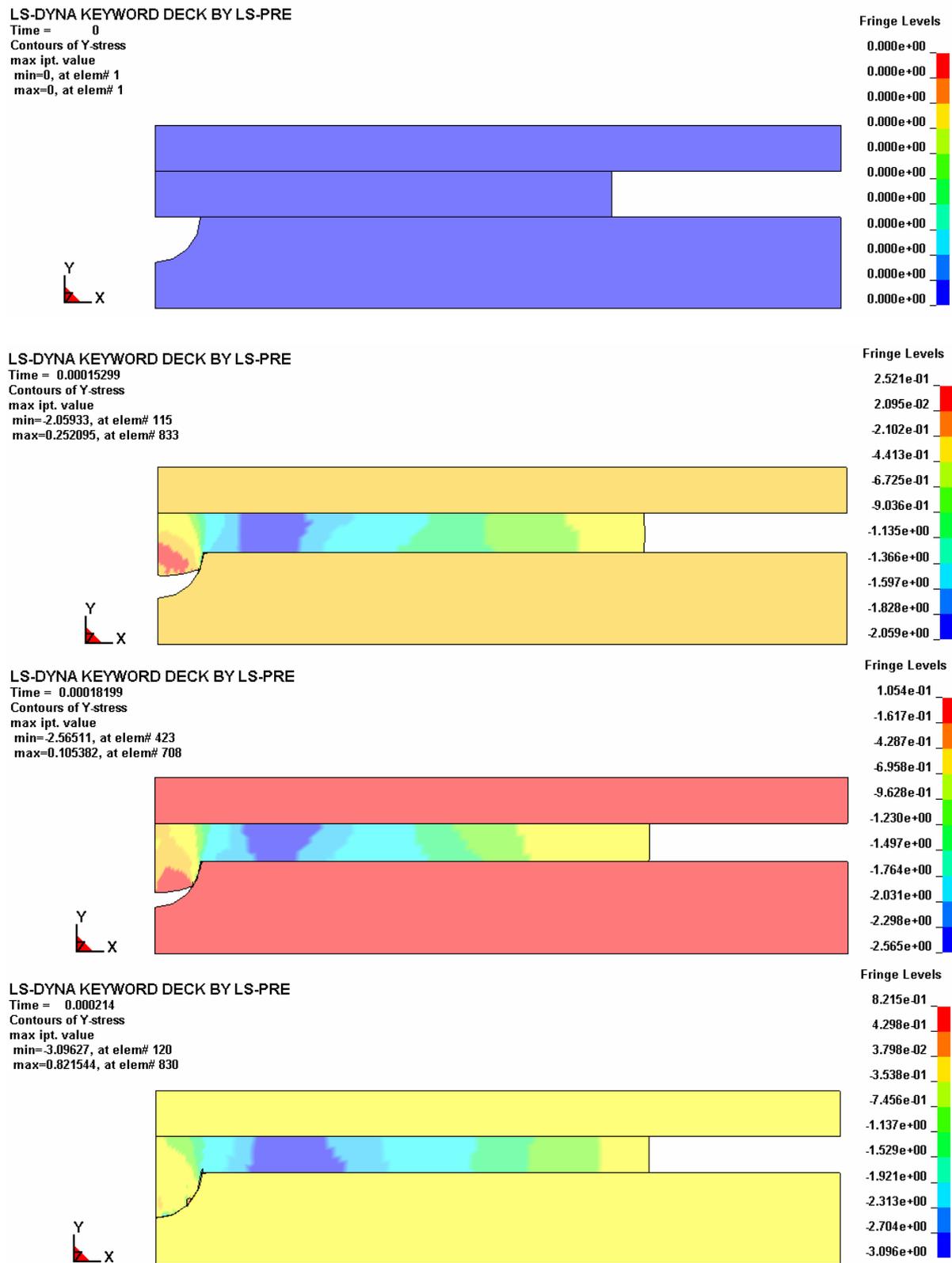


FIGURE VI.30 : Distribution de la contrainte σ_{yy} durant la simulation du remplissage d'une cavité de forme hémisphérique par compression d'un disque polymère.

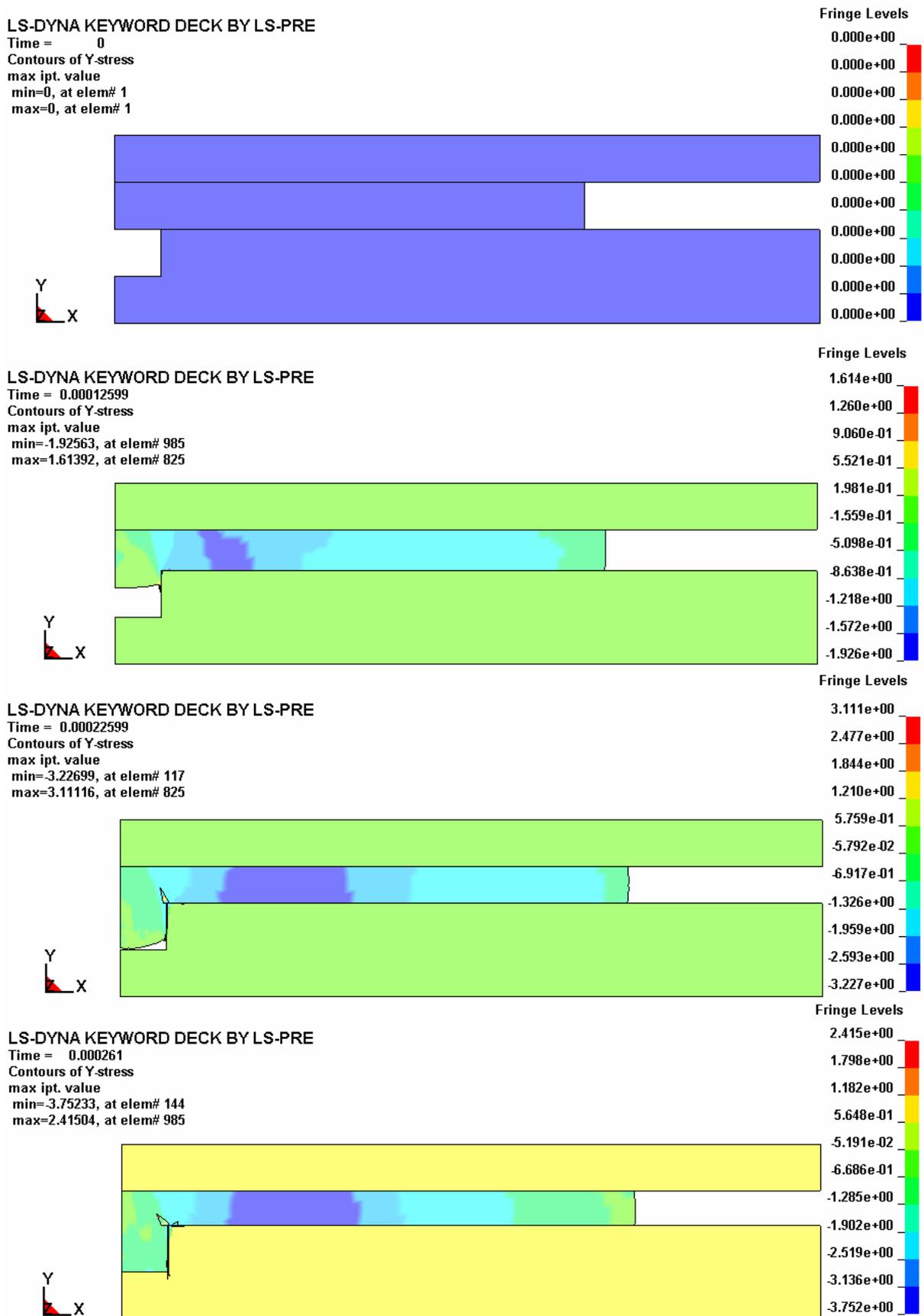


FIGURE VI.31 : Distribution de la contrainte σ_{yy} durant la simulation du remplissage d'une cavité de forme cylindrique par compression d'un disque polymère.

VI.4.2.2. Indentation d'un disque polymère par un poinçon

Cet exemple traite un cas d'indentation d'un disque de polymère entre deux plateaux rigides et parallèles sous pression constante. L'hypothèse des déformations planes est retenue comme dans les cas précédents. Lors de la simulation numérique, un déplacement est imposé à l'indenteur, comme cela est schématisé sur la figure VI.32a. Tous les degrés de liberté des noeuds appartenant à l'axe de symétrie (indenteur et substrat) ont été bloqués, sauf les déplacements suivant l'axe z (une condition d'axisymétrie). Tous les noeuds appartenant à la surface inférieure du substrat ont des degrés de liberté bloqués en translation et en rotation.

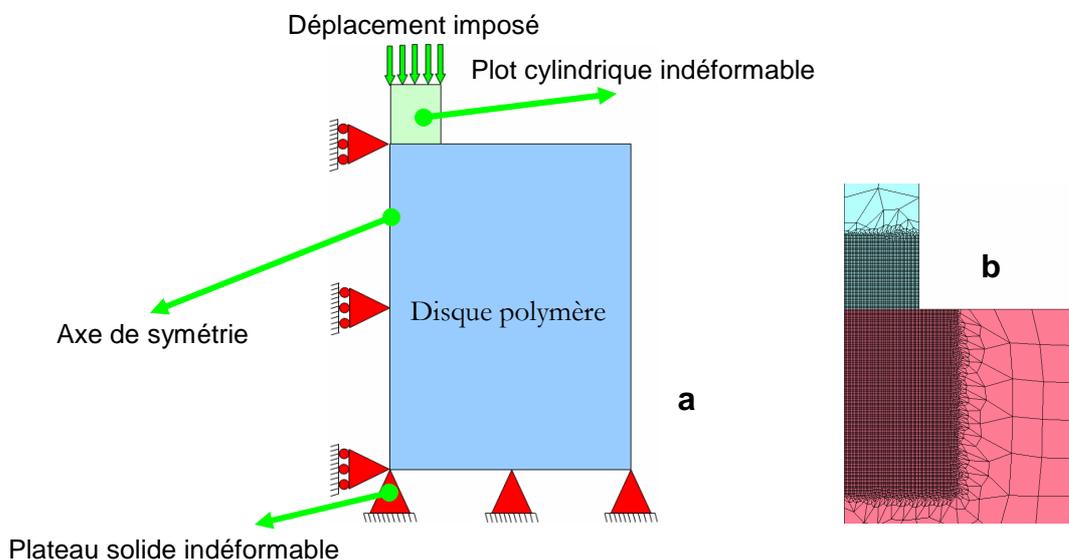


FIGURE VI.32 : Conditions aux limites dans le cas d'indentation : (a) modèle 2D axisymétrique, (b) agrandissement de la zone sous l'indenteur.

Dans le cas d'estampage positif, le disque polymère indenté de dimension égale à 20mm de diamètre et 2 mm d'épaisseur est en contact avec l'indenteur cylindrique à fond plat de 800 μm de diamètre et 1 mm de hauteur. Le disque polymère sera considéré comme un solide déformable. L'indenteur étant en laiton considéré comme étant indéformable.

La figure VI.22b représente le maillage adopté pour la simulation. Le maillage de l'ensemble comprend 3452 éléments. Le maillage est beaucoup plus raffiné sous la base de l'indenteur que loin de celle-ci (cf.figure.VI.32b).

Cette simulation de l'estampage positif a été mise en œuvre en utilisant la même loi de comportement que pour la simulation 2D axisymétrique à volume constant.

Les polymères ont des caractéristiques rhéologiques spécifiques. Deux de ces caractéristiques sont, tout d'abord, une part importante de l'élasticité dans la déformation totale et ensuite, la sensibilité à la vitesse de déformation.

Sur les graphiques de la figure VI.33, on observe des évolutions très similaires de la déformée de surface en fonction du déplacement imposé. Par contre, l'apparition des bourrelets augmente continûment avec le déplacement imposé, ce qui est liée à la sensibilité à la vitesse de déformation chez les polymères.

En fait, le polymère réagit de deux façon différentes à une augmentation de la vitesse de déformation :

- la surface du matériau est modifiée par le passage de l'indenteur, mais il n'y a pas de bourrelet sur les cotés. Le matériau se déforme principalement de façon élastique avec peu de déformation viscoplastique. Ce type de déformation apparaît dans les matériaux viscoélastiques et pour des déformations très faibles imposés par indenteur.
- l'indenteur laisse une empreinte dans la plaque de polymère avec la formation de deux bourrelets latéraux. Le matériau s'écoule plastiquement autour de l'indenteur.

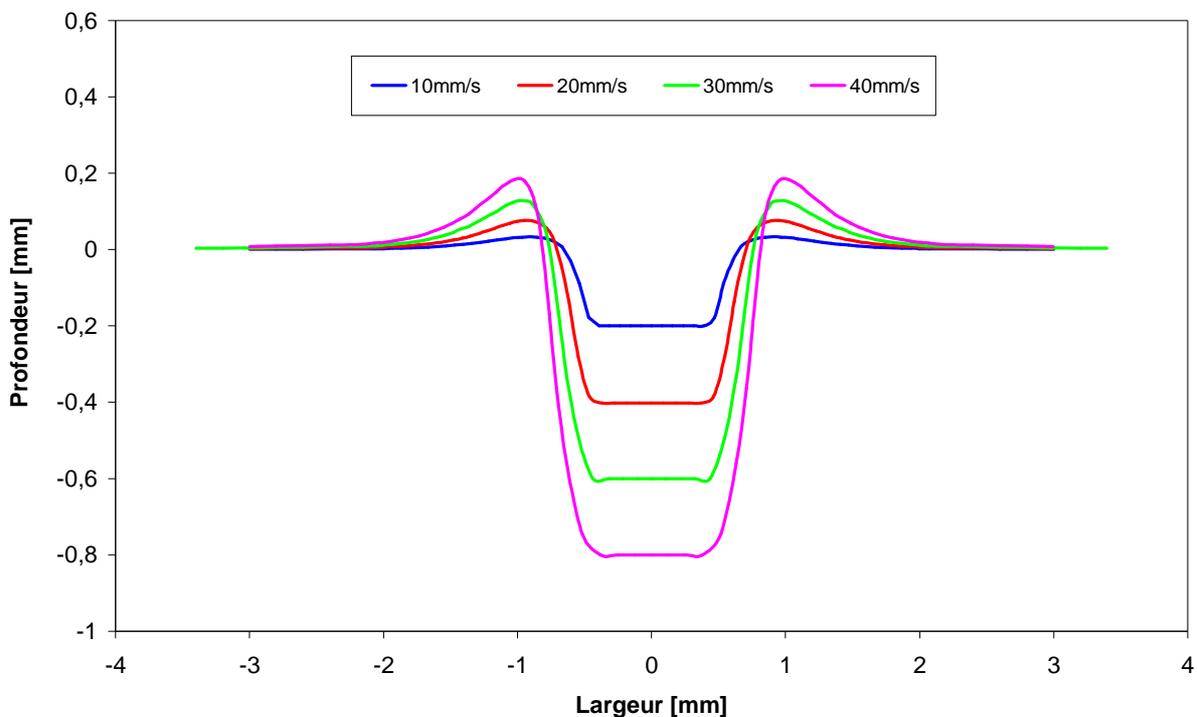


FIGURE VI.33 : Profil de la déformée de surface après indentation avec le poinçon cylindrique à base plane.

Dans les simulations, l'indenteur cylindrique est piloté en déplacement imposé. On impose une vitesse de pénétration constante au cours de la simulation. A partir de ces simulations numériques, on a pu comparer les isovaleurs de vitesse de déplacement concernant plusieurs pénétrations d'un matériau visqueux pendant 2 ms. La zone sollicitée par l'indenteur est en effet plus grande lorsque la pénétration augmente.

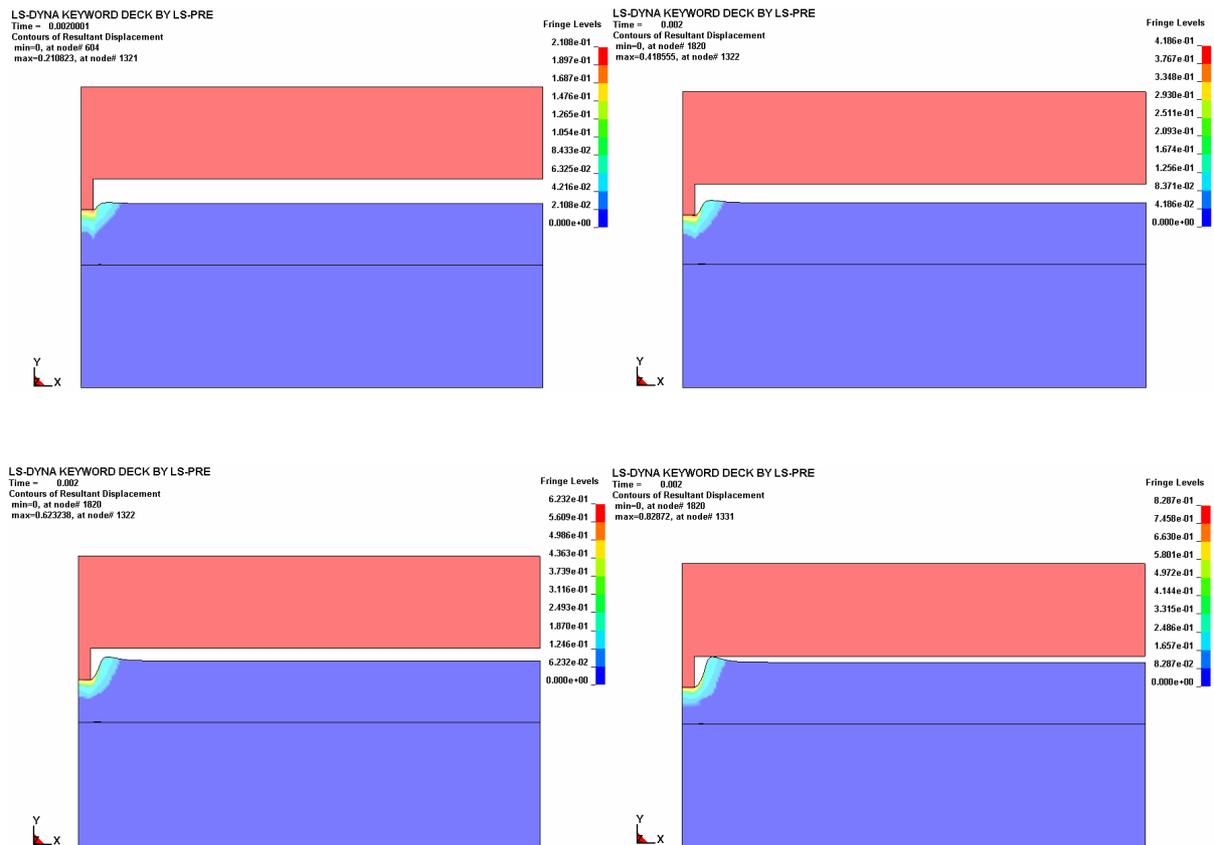


FIGURE VI.34 : Cartes de vitesse de déplacement généralisée obtenues par simulation numérique (modèle 2Daxisymétrique).

La figure VI.35 représente la résultante des vecteurs vitesses des déplacements, et permet de constater que ces vecteurs s'orientent progressivement dans la direction de déplacement du poinçon.

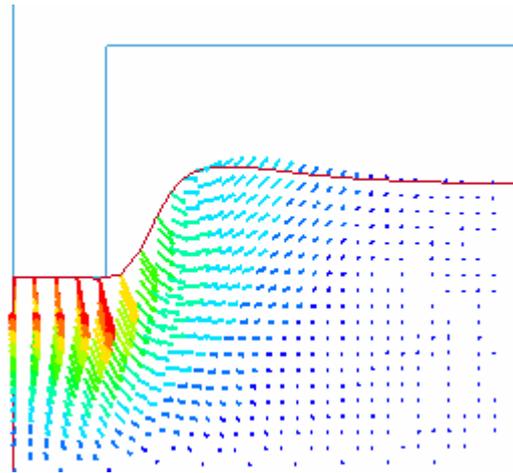


FIGURE VI.35 : Profils des vecteurs vitesses lors de l'indentation avec un poinçon cylindrique à fond plat.

VI.5. CONCLUSION

Le logiciel LsDyna[®] permet de prendre en compte les paramètres importants lors de la compression ou d'indentation. Ce code de calcul fondé sur la méthode des éléments finis, permet notamment de résoudre les problèmes thermo-mécaniques complexes, en incluant les conditions initiales et limites imposées.

Des lois de comportement élastiques, viscoélastiques et caoutchoutique ont été testées pour différentes simulations numériques, en traction ou en compression, le résultat numérique a été comparé aux résultats expérimentaux. Des études ont ensuite été associées à deux configurations d'estampage à chaud (à volume constant et à pression constante) dans différentes conditions afin de mieux appréhender la mise en forme du polymère et sa résistance à l'écoulement dans le cas du remplissage des cavités dans différentes conditions.

Plusieurs simulations ont été réalisées pour diverses configurations d'essais, et comparées avec les mesures. Ces comparaisons se sont avérées satisfaisantes. Dans un premier temps, l'étude a consisté à reproduire le comportement uni-axial du COC 5013 pour différentes conditions expérimentales générant des champs de contraintes et de déformations uniformes. Dans ce cadre, les simulations ont été conduites jusqu'à rupture de l'éprouvette de traction. Elles ont confirmé que les profils contraintes/déformations, ainsi que la striction sont correctement reproduits et modélisés. Dans un second temps, des simulations numériques de l'estampage à

chaud en tenant compte des conditions relatives aux conditions expérimentales effectives ont été réalisées. Ces simulations sont conduites en premier lieu, à volume constant sans cavité et validées expérimentalement, puis la présence des cavités est prise en compte. Il apparaît que l'étape de remplissage des cavités par des polymères amorphes est cruciale. Dans un second temps, à effort constant, il a été mis en évidence la formation des bourrelets en fonction des conditions de mise en forme. Cette déformation étant fonction croissante du déplacement imposé.

La simulation des essais d'estampage a été réalisée en intégrant dans le modèle de simulation le comportement mécanique ainsi que les conditions de contact propres au procédé. Une modélisation numérique permettant de modéliser le procédé de l'estampage à chaud a donc été mise en place. Le modèle utilisé initialement ne prend pas en compte le couplage thermique. Il en révèle que les numériques sont en partie en accord avec les mesures expérimentales.

Une dernière modélisation a consisté à prendre en compte de l'influence de la thermique. Il ressort de cette analyse que la considération des effets thermiques est indispensable pour ce type de polymères et le procédé considéré. La prise en compte de l'évolution du champ de températures dans la plaque de polymère ainsi que du refroidissement imposé à la plaque, permettent de rendre compte des échanges thermiques par conduction avec les plateaux rigides.

Ce chapitre a contribué à la compréhension des phénomènes de remplissage qui ont lieu pendant le procédé de l'estampage à chaud et a permis la mise en place d'un premier modèle numérique afin de prédire la déformation de la plaque de polymère et le remplissage des cavités. Une simulation robuste et prédictive du procédé passe naturellement par une meilleure caractérisation physique de la thermique du contact avec plateaux rigides, du frottement et de sa thermo-dépendance et de la rhéologie des plaques de polymères.

CHAPITRE 7 : ANALYSE COMPARATIVE QUANTITATIVE DES PROCEDES DE REPLICATION PAR ESTAMPAGE ET MICROMOULAGE PAR INJECTION

VII.1. INTRODUCTION

Dans le contexte associé à une réduction de taille et de poids des composants mécaniques, les technologies de mise en forme telles que l'estampage [20,140,163] et le micro-moulage par injection [11,164-166] deviennent de plus en plus couramment privilégiées. Ces procédés schématiquement rappelés sur la figure VII.1 doivent pouvoir respecter des valeurs des dimensions bien définies, même pour des formes complexes tout en reproduisant au mieux les états topographiques de surfaces.

A l'échelle industrielle, la mise en forme des micro-composants est le plus généralement réalisée par micro-moulage par injection [167], car cette technologie permet la production de grande série pour l'obtention des composants ayant des géométries complexes. Son principe consiste à introduire un polymère à l'état fondu dans un moule, puis lorsque le polymère s'est solidifié, à l'éjecter du moule.

L'estampage [168-170] est d'une manière plus confidentielle l'un des procédés de mise en forme des polymères permettant de réaliser, à partir de plaques, des composants d'épaisseurs et de dimensions reproductibles. Il consiste à chauffer une plaque de polymère jusqu'à l'amener dans un état permettant sa mise en forme par réplication dans un moule.

La différence majeure entre ces deux procédés réside dans les gammes de

températures de mise en forme, qui sont associées à un état différencié de la matière à déformer. L'injection utilise directement la matière première (sous forme de granules), qui est transformée à l'état fondu, alors que l'estampage nécessite généralement un semi-produit (plaque généralement extrudée) porté à un état viscoplastique. Le procédé de l'estampage permet de travailler avec des températures et des pressions nettement inférieures au procédé d'injection, qui nécessite d'atteindre des températures ainsi que des pressions élevées.

Un certain nombre d'études ont été entreprises ces dernières années pour la réalisation des composants micro ou nano-structurés grâce à ces deux procédés. Dans le cas de l'estampage, Chang et al. [171] ont rapporté une méthode fondée sur l'application d'une pression gazeuse directement devant le contact moule/substrat, de manière à obtenir pendant l'essai une pression uniforme sur l'ensemble de la surface.

En ce qui concerne le moulage par injection, Zhao et al. [172] et Chen et al. [173] ont précisé que la taille, le temps de maintien en pression, et la température du moule sont les paramètres du procédé qui affectent de manière significative la qualité de la pièce. D.Yao et al. [174] ont rapporté que la température du moule et la vitesse d'injection sont considérés comme les facteurs principaux, garants de la qualité et la précision des pièces obtenues par le moulage par injection.

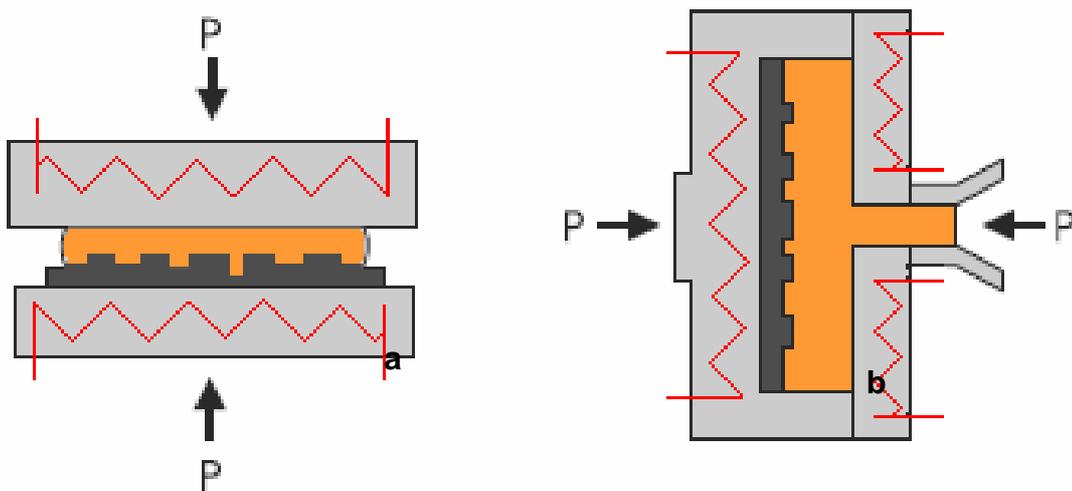


FIGURE VII.1 : Représentation schématique des techniques de réplication des polymères : estampage à chaud (a) et moulage par injection (b).

Le but de ce chapitre consiste en une comparaison entre ces deux procédés de mise en forme pour la fabrication de micro-composants, dans le but d'obtenir des composants de précision et de résolution importante. Le matériau de référence pour cette étude comparative est dans ce cas présent un matériau semi-cristallin (polypropylène PP) dont la formulation est de fait optimisée pour une utilisation en micro-injection.

Les polymères ou copolymères, dont les propriétés ont été décrites dans les chapitres précédents soit employés en préalable à cette étude comparative, pour réaliser des essais de réplique de motifs de taille et forme géométrique déterminée. Ces essais permettant d'appréhender l'influence du facteur d'échelle sur la qualité des résultats.

Différents paramètres expérimentaux associés à la forme des empreintes, ainsi qu'aux paramètres de procédé vont permettre, via les caractéristiques physiques et mécaniques des matériaux testés, de mieux appréhender le remplissage de micro-cavités parfaitement calibrées, grâce aux potentialités de la microscopie mécanique à balayage (MMB), ainsi qu'aux données surfaciques et volumiques extraites des données expérimentales de cette technologie spécifique.

VII.2. REPLICATION DE MICRO-EMPREINTE PYRAMIDALES PAR ESTAMPAGE A CHAUD

VII.2.1. DESCRIPTION DES EMPREINTES

Les premières empreintes en laiton (CuZn 30) présentant des caractéristiques de surface devant être reproduites lors du procédé d'estampage sont constitués d'une série d'empreintes de dureté de taille croissante dont les grandeurs qualifiantes sont reportées dans le tableau VII.1. Elles correspondent à des indentations sous différentes charges, réalisées grâce à un indenteur pyramidal de type Vickers ($\theta=136^\circ$) en diamant à base carrée. Les grandeurs caractéristiques de ces empreintes ont été estimées à l'aide d'un Microscope Mécanique à Balayage (MMB) dont le principe décrit dans de nombreuses publications ne sera rappelé ici [175,176]. On précise cependant que le pas d'échantillonnage suivant les directions

Ox et Oy est tel que $p_x=p_y=1 \mu\text{m}$ et que le nombre de points échantillonnés suivant ces directions est tel que $N_x=N_y=256$ points. Les résultats obtenus sont présentés sous forme de cartographies descriptives des variations d'altitude $z(x,y)$, (cf.figure.VII.2a) ou sous forme de superpositions de courbes de niveaux (cf.figure.VII.2b).

Les grandeurs descriptives qualifiantes soit :

- la profondeur maximale d'indentation z_{max} ,
- la diagonale de l'empreinte laissée par l'indenteur,
- la surface en creux de l'empreinte et le volume en creux de l'empreinte respectivement donnés par les expressions :

$$SD = \frac{\text{surface réelle}}{N^2 p^2} \times 100 \quad (\text{VII.1})$$

$$VD = \sum_i [z_i - z_{\text{réf}}] p^2 \quad (\text{VII.2})$$

pour tout $z_i < z_{\text{réf}}$ (ou $z_i > z_{\text{réf}}$)

A titre d'exemple la figure VII.2 illustre d'une part le faciès d'une empreinte de dureté Vickers après inversion informatique des données et d'autre part la coupe de niveau associée à cette cartographie tridimensionnelle. Le faciès doit être relevé via les représentations de la figure VII.3, réalisées de fait avec une résolution optimisée correspondant spécifiquement aux valeurs $p_x=p_y=7 \mu\text{m}$ et $N_x=N_y=1024$ points. On peut noter la présence de zones déformées autour de l'empreinte correspond à une déformation plastique du matériau sous les sollicitations imposées par l'enfoncement de l'indenteur.

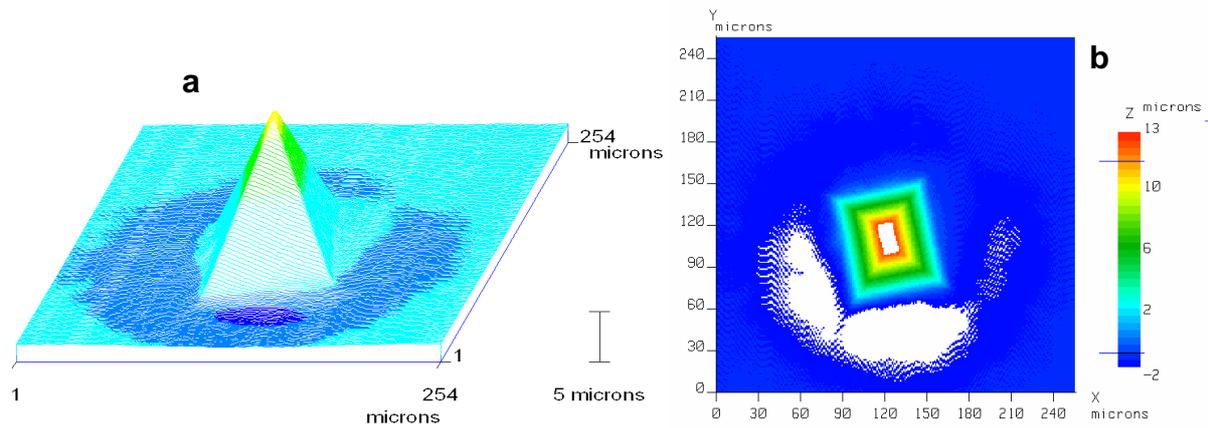


FIGURE VII.2 : Empreinte de dureté inversé (a) et superposition de courbes de niveaux (b) réalisées par Microscopie Mécanique à Balayage (MMB).

Un ensemble de filiations de dureté ainsi que les déformations plastiques caractéristiques des empreintes de grande taille sont illustrées sur la figure VII.3.

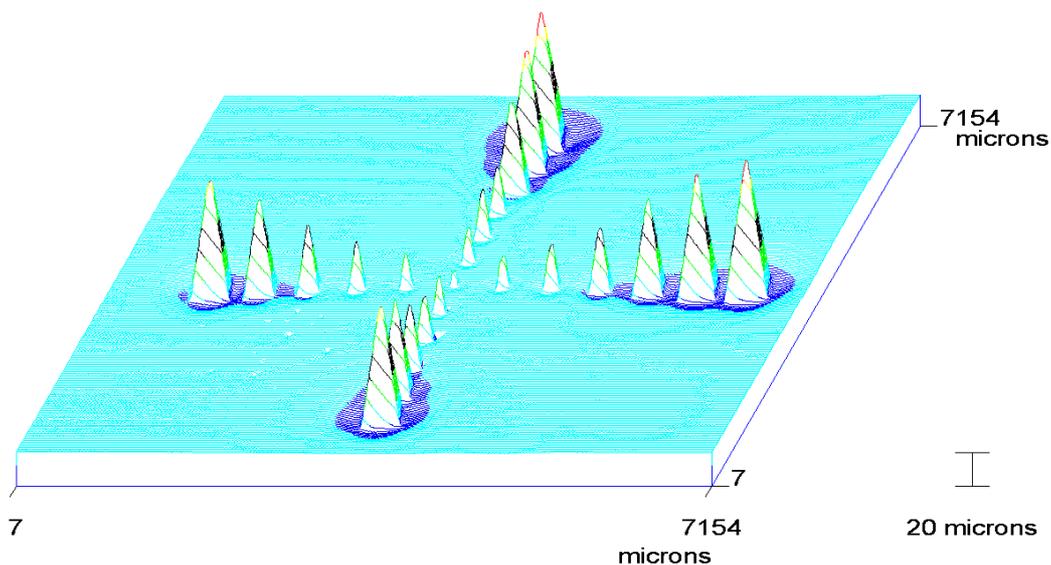


FIGURE VII.3 : Topographie tridimensionnelle des empreintes de dureté Vickers (données numériques inverses).

Le tableau VII.1 regroupe les données descriptives des analyses géométriques surfaciques et volumiques des empreintes du moule (cf.figure.VII.2).

La numérotation retenue de 1 à 7 traduit l'évolution en taille d'une série d'empreintes alignées.

Réf	d (μm)	z_{max} (μm)	Surface ($10^3 \mu\text{m}^2$)	Volume ($10^6 \mu\text{m}^3$)
1	119	12.8	5.5	0.025
2	170	22	15.4	0.114
3	228	27.7	23.3	0.22
4	283	37.1	39.8	0.5
5	431	56.2	90.2	1.65
6	535	70	134.7	3.1
7	611	76.2	157.8	4

TABLEAU VII.1: Données qualifiantes associées aux empreintes de dureté Vickers réalisées sur moule

VII.2.2. PROCEDE EXPERIMENTAL

La presse d'estampage utilisée dispose d'un système pneumatique permettant d'appliquer une pression comprise entre 0 à 4.5 bars. La compression peut être réalisée à une température contrôlée, comprise entre la température ambiante et 250 °C. Dans la machine, les deux plateaux sont équipés chacun de résistances chauffantes et d'un thermocouple, de manière à pouvoir être commandés séparément en température. La photographie de cette presse installée au Centre de Transfert en Micro et Nanotechnologies (CTMN) est relatée en figure VII.4.

Une série d'essais de mise en forme par estampage sur des plaques de polymères (COC 5013 ou 6013) de dimensions égale à 20x20x1mm a été réalisée en utilisant le moule décrit dans le paragraphe VII.2.2.1, par application d'une pression égale à 4 bars, pour une température de mise en forme et un temps de maintien fixés respectivement à 170 °C et à 10 minutes. Dans un premier temps, on se propose d'analyser les résultats expérimentaux obtenus, de comparer puis d'analyser la morphologie et l'état de surface des répliques par rapport aux données qualifiant le moule.

VII.2.3. RESULTATS ET DISCUSSIONS

La figure VII.5 présente des superpositions de courbes de niveaux pour les répliques d'empreintes de dureté Vickers réalisées sur les copolymères COC 5013 et COC 6013 on constate grâce aux échelles de couleur retenues par ces représentations, que le remplissage des micro-cavités est très sensible à la taille de l'empreinte et à la viscosité du polymère.

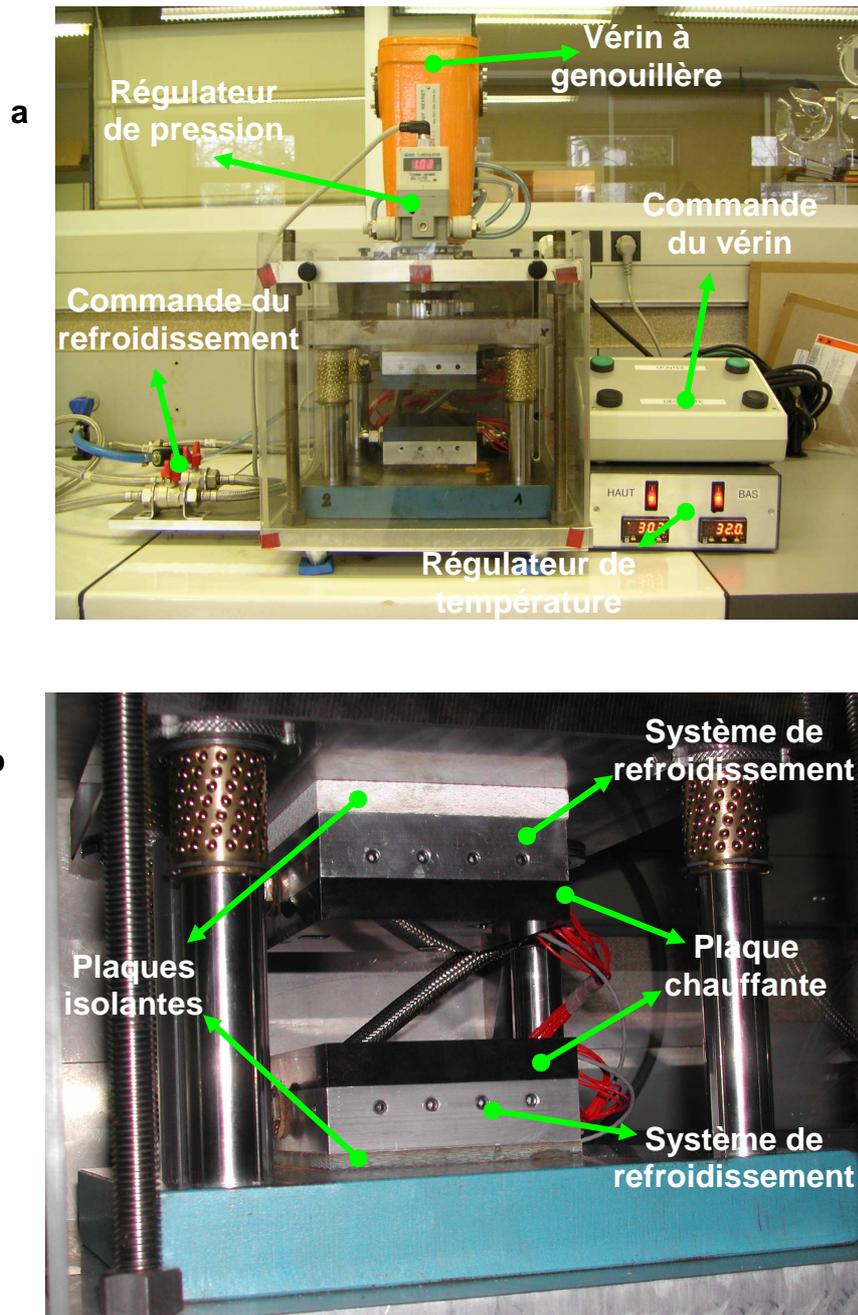


FIGURE VII.4 : Equipement d'estampage, (a) vue générale et (b) détails.

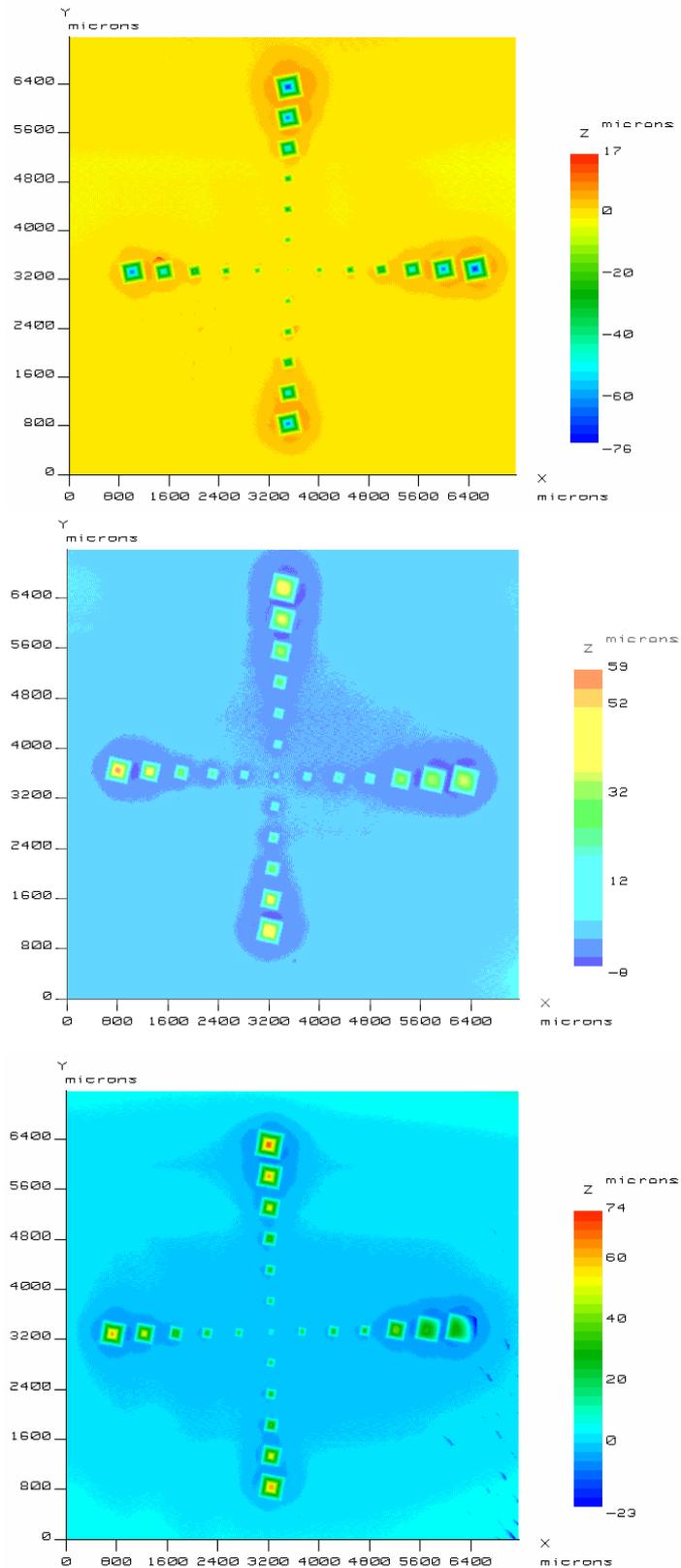


FIGURE VII.5 : Superposition de courbes de niveaux correspondant aux empreintes de dureté Vickers mesurées par Microscopie Mécanique à Balayage (MMB) sur la surface du moule et répliques en polymère amorphe COC 5013 (à gauche) et COC 6013 (à droite) de celle-ci [177].

Les valeurs du taux de remplissage après réplification des empreintes de microdureté de moule à l'aide des matériaux polymères COC 5013 et 6013 sont données tableau VII.3. L'ensemble des résultats montre que le taux de remplissage des cavités est largement influencé par la fluidité du polymère.

N° d'empreinte	Moule	COC 5013 (MFI=48g/10min)	COC 6013 (MFI=14g/10min)
1	0.025	0.025	0.02
2	0.114	0.114	0.08
3	0.22	0.22	0.16
4	0.5	0.5	0.40
5	1.65	1.65	1.23
6	3.1	3.1	2.25
7	4	4	3.10

TABLEAU VII.3 : Comparatif des volumes ($10^6 \mu\text{m}^3$) des empreintes réalisées sur moule par rapport aux volume des répliques réalisées avec deux différents grades de polymère COC.

La qualité des réplifications est déterminée grâce à une observation comparative illustrée en figure VII.6, qui représente une branche de réplification des empreintes en fonction du polymère sélectionné. On peut relever que le remplissage à l'aide du polymère COC 5013 fournit un faciès quasi équivalent à celui du moule. De plus, cette analyse comparative permet d'expliquer les difficultés à remplir des cavités chez certains polymères.

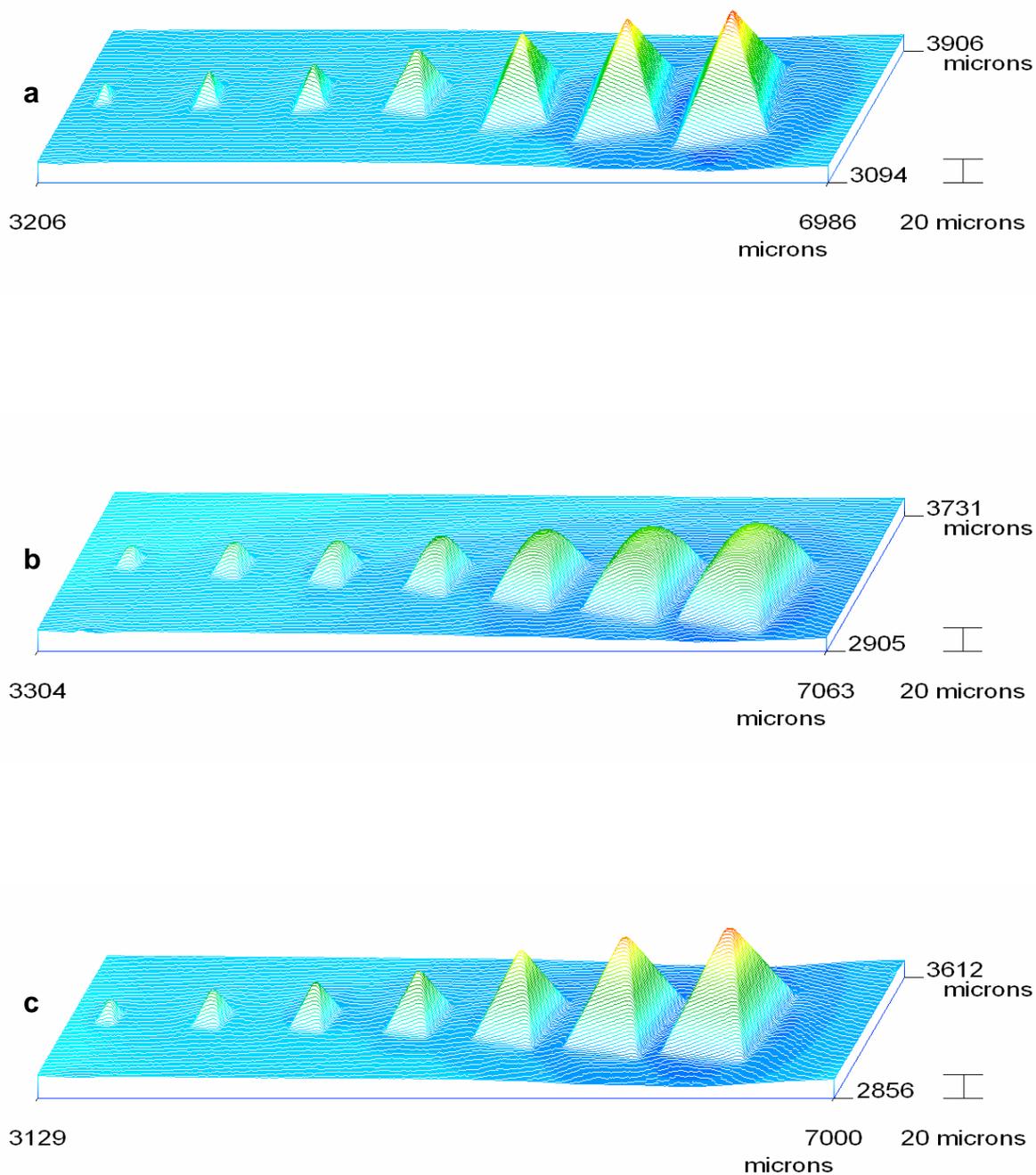


FIGURE VII.6 : Cartographies comparatives illustrant le faciès du moule (a) et celui des répliques des empreintes correspondantes obtenues sur deux plaques de polymères différents, COC 6013 (b) et COC 5013 (c) [177].

On constate même de plus que les micro-détails présents sur les parois du moule sont reproduits sur les faciès des répliques réalisées par estampage (cf.figure.VII.7).

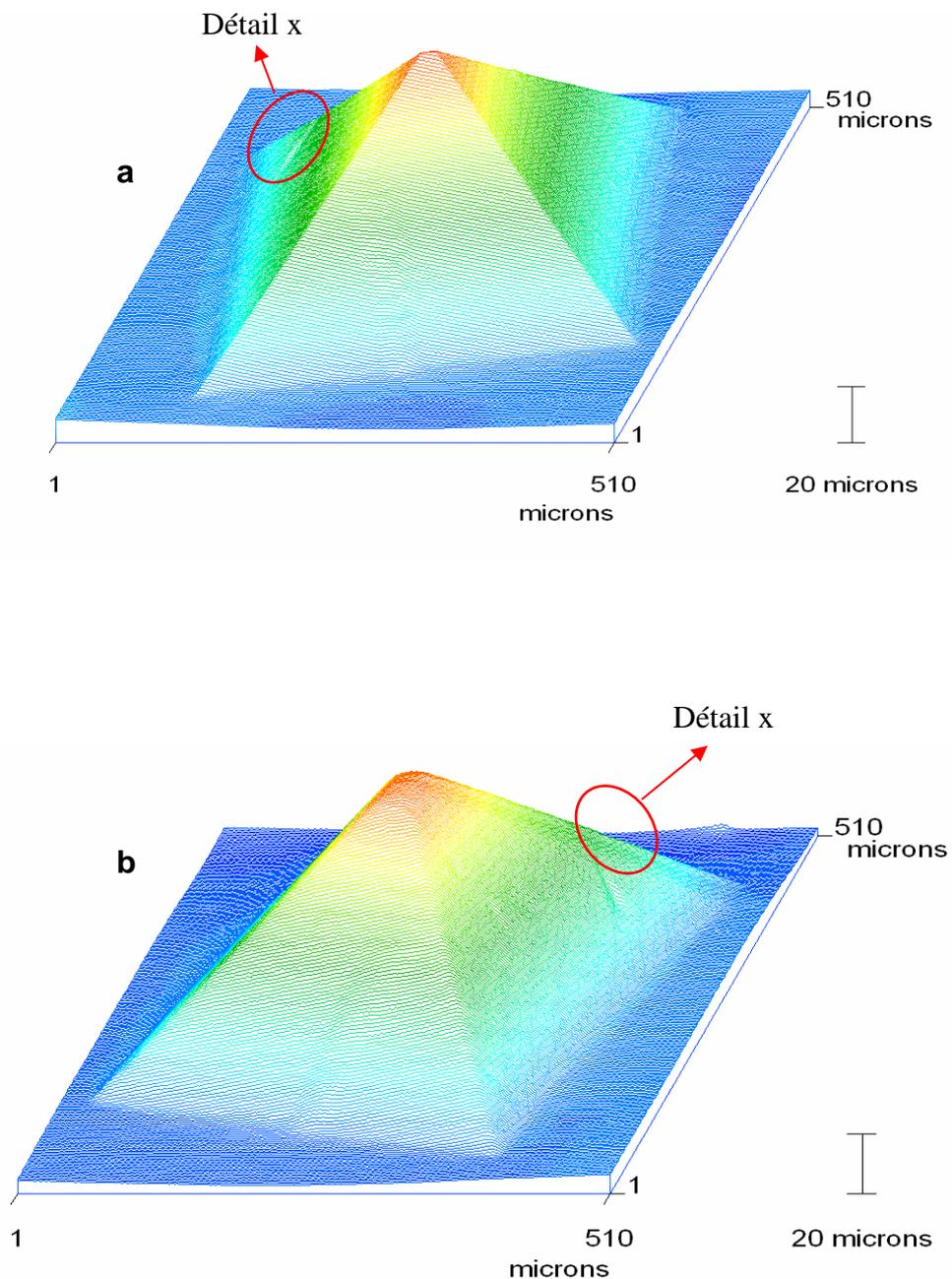


Figure VII.7 : Comparaison de l'aspect des faciès d'une seule empreinte du moule obtenue via des données numériques inversées (a) avec celui associé à leur réplification en polymère COC 5013 (b).

VII.3. REPLICATION D'UN RESEAU DE RAINURES CIRCULAIRES PAR ESTAMPAGE

VII.3.1. DESCRIPTION DU MOULE

Le moule en laiton (CuZn 30) comporte cette fois-ci des motifs usinés repartis sur une surface de diamètre 120 mm. Ces motifs sont constitués par des rainures circulaires de section carrée ou circulaire, disposées concentriquement de façon régulière. Les rainures circulaires présentent des dimensions comprises entre 5 mm et 40 mm de diamètre. Tous les motifs à section carrée ou circulaire ont une profondeur de 230 μm et une largeur de 700 μm . La distance séparant les motifs a été choisie égale à 5 mm afin de garantir un écoulement correct du polymère durant la mise en forme.

Les figures VII.8a et b présentent les faciès des moules avec notamment des vues de détails présentées sur les figures VII.8c et d.

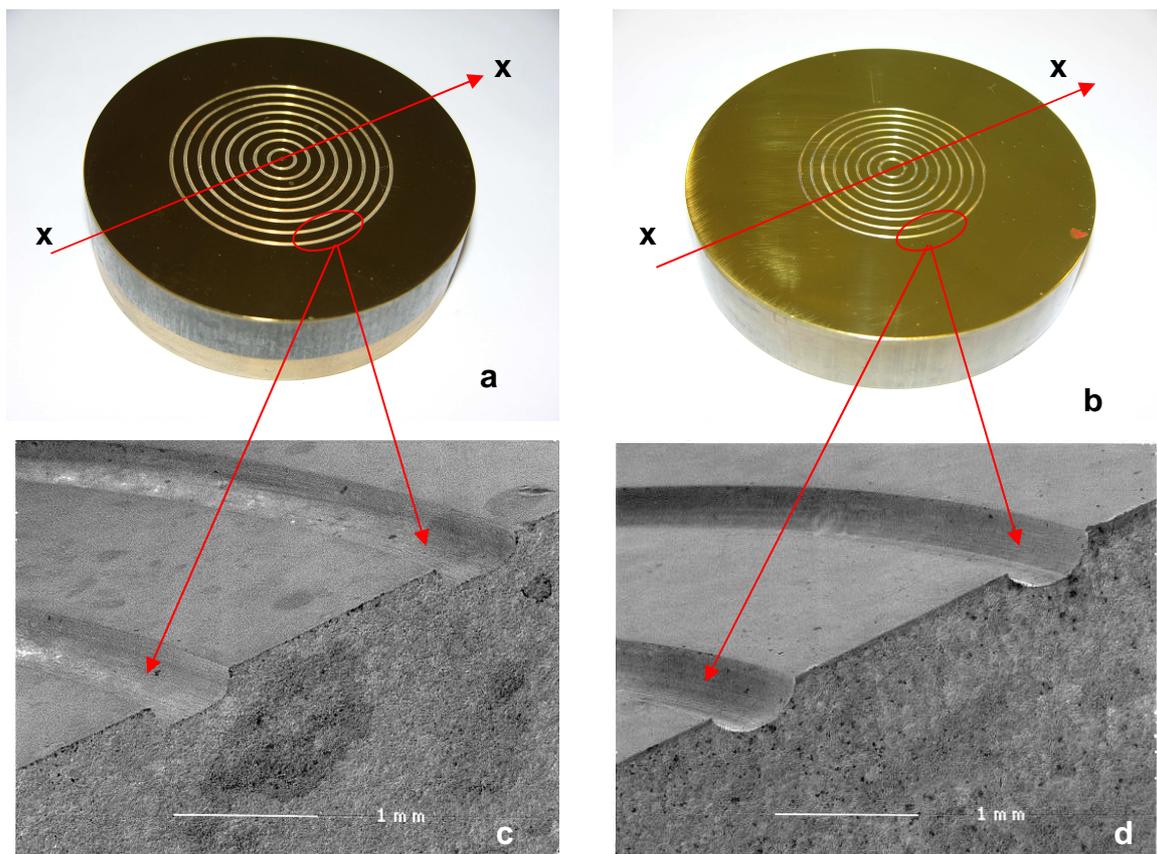


FIGURE VII.8 : Photographie des empreintes micrométriques (a) et (b) vue générale, zoom centré sur la section obtenue par MEB, rectangulaire (c) ou circulaire (d) .

VII.3.2. PROCÉDE EXPERIMENTAL

Un montage mécanique conçu et réalisé pour être adapté sur une machine de traction/compression Instron 6025 (cf. figure VII.9) est décrit au paragraphe IV.4.1 du chapitre IV. La machine présente l'avantage de permettre la gestion des phases de mise en contact et de séparation moule/substrat par déplacement imposé de la traverse mobile. Un capteur permet de mesurer des forces pouvant atteindre 100 kN à une précision correspondante à +/- 0.1% de leur valeur. Cette machine est équipée de deux plateaux de diamètre égal à 120 mm. Le plateau supérieur est fixe tandis que le plateau inférieur est animé d'un mouvement de translation. Le chauffage assuré par un four par induction peut être programmé jusqu'à des températures de 200 °C. Ce montage expérimental est entièrement piloté grâce à un ordinateur qui enregistre en temps réel l'évolution de la force appliquée et la température en cours d'expérimentation.

Les essais d'estampage à force imposée ont été réalisés pour identifier le comportement des polymères en plaque de 60x60x2mm pendant le remplissage dans les micro-cavités. La température et la force de mise en forme sont respectivement égales à 170 °C et 6 kN. Ces essais ont été effectués dans un temps de mise en forme correspondant à 300 minutes. La sélection des vitesses de mise en forme et de démoulage est respectivement de 1 mm/min et 0.5 mm/min, avec une température de démoulage entre 50 à 110 °C. Les matériaux utilisés ainsi que la température de démoulage et la force imposée lors de la mise en forme ont été les trois paramètres dont le rôle a été étudié.

A la fin des essais de réplique, l'état de surface des échantillons répliqués et ainsi que celui des moules utilisés, ont été analysés comme cela a été effectué précédemment à l'aide d'un microscope mécanique à balayage (MMB).

VII.3.3. RESULTATS ET DISCUSSIONS

La figure VII.10 montre cette fois-ci à l'aide de données profilométriques les défauts de remplissage liés aux répliques du moule présentant des rainures à section carrée et ce quelle que soit la pression appliquée.

Ce type de défaut est lié à un mauvais parallélisme entre la partie supérieure du moule et le substrat. Pour minimiser ce défaut de planéité, il a été procédé à un réusinage du moule afin que le parallélisme entre le moule et le substrat soit le plus parfait possible. Il a été constaté en complément de ce dégauchissage qu'une température de démoulage voisine de la T_g (une température élevée, $T=110^{\circ}\text{C}$), provoque une déformation de la plaque polymère sous forme d'une déflexion plane.

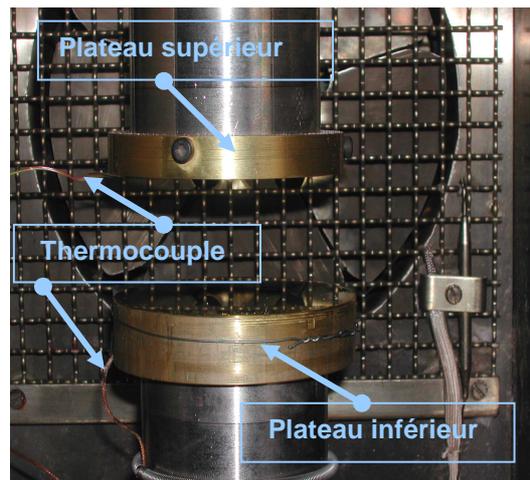


FIGURE VII.9 : Photographie de la machine de traction instrumentée pour les essais de Hot-embossing.

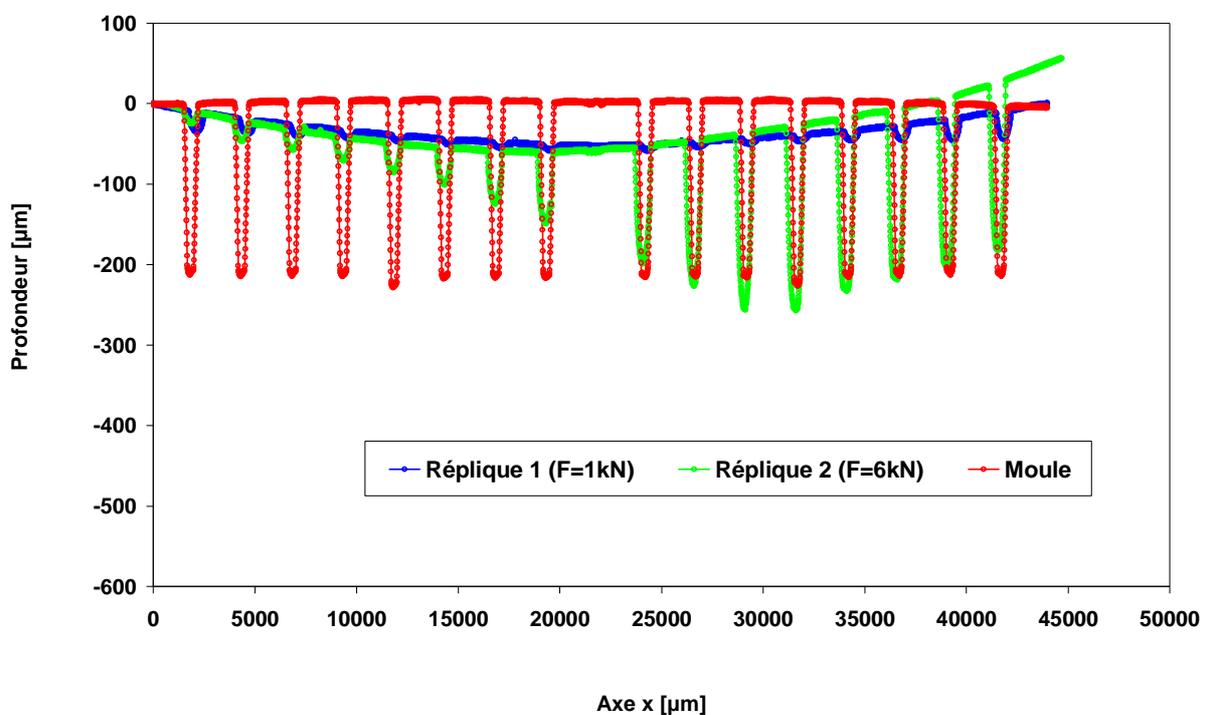


FIGURE VII.10 : Profil d'une empreinte en matériau COP E48R de forme de rainures circulaires à section carré

La figure VII.11 illustre en utilisant cette approche expérimentale, le résultat de la mise en forme d'un réseau de rainures de section circulaire cette fois-ci pour différents polymères. Elles présentent elle aussi un défaut de planéité (déflexion de la plaque). Ce défaut mis en évidence est un peu moins important pour les répliques réalisées avec le matériau COP 480 que lorsque le matériau COP E48R est sélectionné. La rigidité de la plaque de polymère qualifiée par son module d'Young apparaît comme un paramètre important influençant significativement le résultat obtenu.

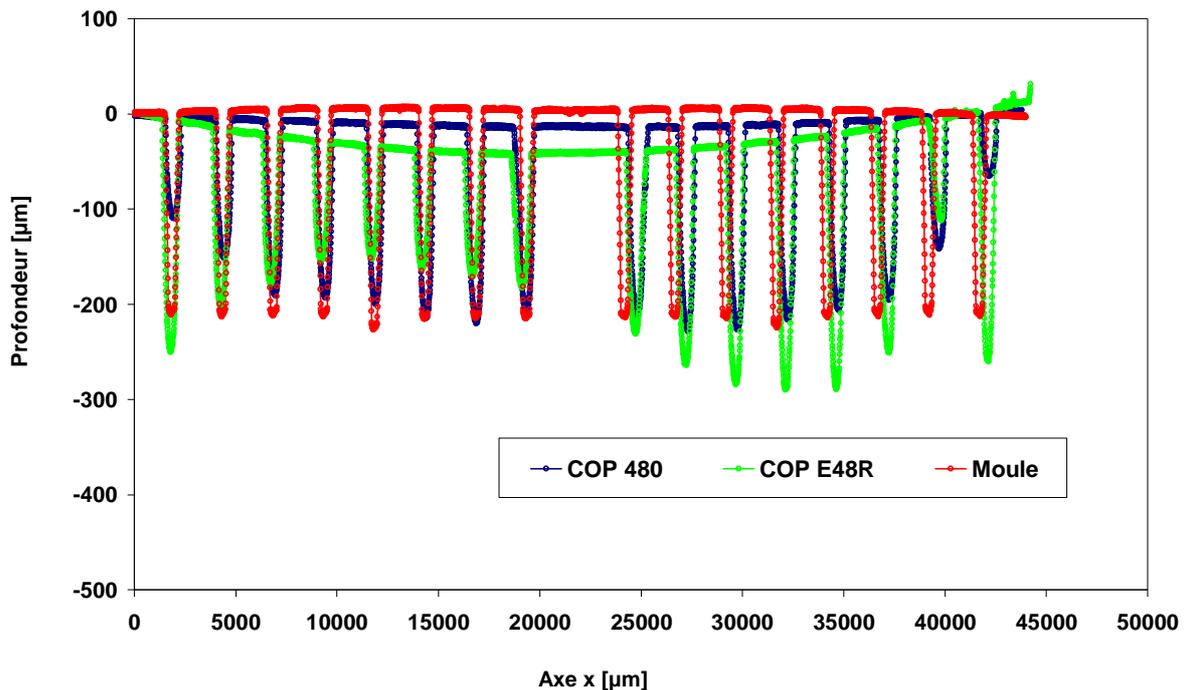


FIGURE VII.11 : Profil d'une empreinte de rainure circulaire à section circulaire à $T=T_g+30\text{ °C}$.

L'influence de la température de démoulage sur la qualité des répliques a été constatée et étudiée en gardant la force, le temps et la température de mise en forme respectivement égaux à 6 kN, 300 minutes et 170 °C. La figure VII.12 présente les résultats obtenus sur des empreintes circulaires à fond rond pour deux températures de démoulage : (a) 70 °C et (b) 90 °C pour le polymère COP 480.

On constate une diminution de la déflexion au centre de la réplique lorsque la température de démoulage diminue. Pour la température de 90 °C, la déflexion du matériau COP 480 est assez élevée, alors que pour une température de 70 °C, cette déformée est pour ce polymère beaucoup moins importante et moins étendue. Le phénomène a tendance à disparaître au voisinage de l'ambiante.

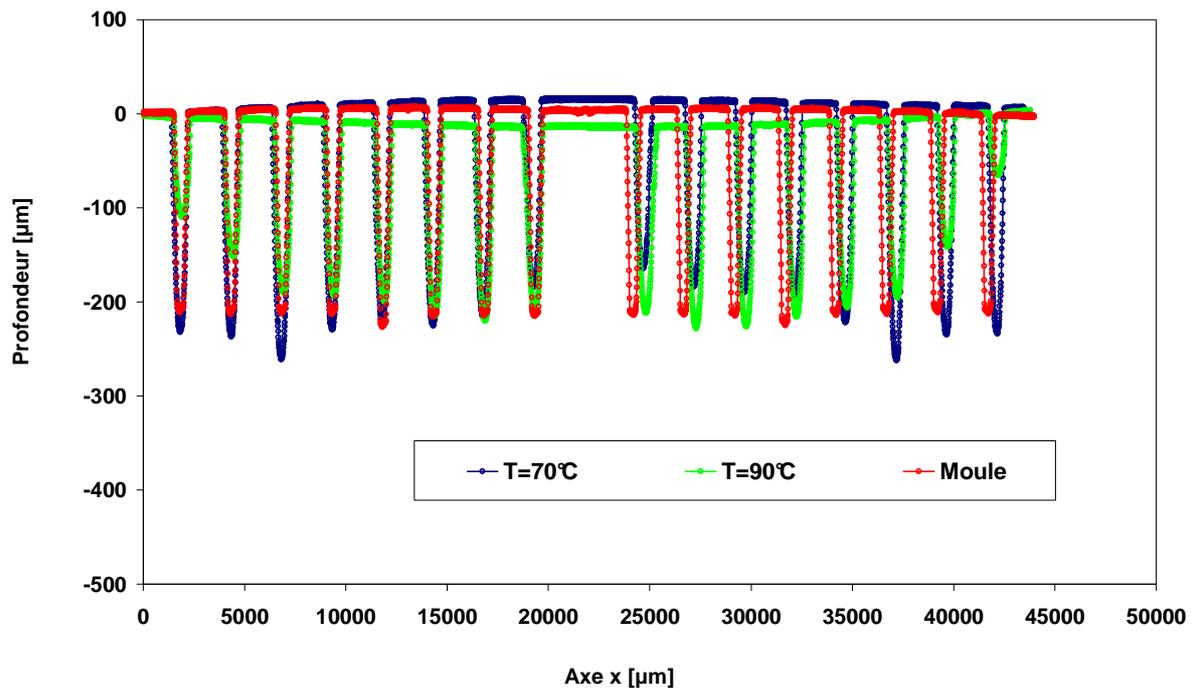


FIGURE VII.12 : Profil d'une empreinte en matériau COP 480 de forme de rainures circulaires à section circulaire le long d'une diagonale

En complément, les représentations de la figure VII.13 illustrent la forme comparative d'un défaut en position centrale du moule. On observe que ce défaut n'est pas reproduit de façon identiquement lorsque l'on utilise deux polymères différents de type COP (480 et E48R). Ces observations par MMB mettent clairement en évidence un défaut lié à un étalement non souhaité du polymère. Ces défauts sont moins importants pour les motifs obtenus dans des plaques de polymère de type COP 480 que dans celles de type COP E48R. Pour les mêmes motifs le phénomène a pratiquement disparu en modifiant la valeur de la température de démoulage et a peut observer des cavités de 230 µm de hauteur en parfaite adéquation avec la profondeur des motifs du moule avec un fond plat (cf.figure.VII.12).

L'observation des courbes de niveau, obtenues par MMB du moule ainsi que celles des différents échantillons (cf.figure.VII.14), indique clairement que les dimensions des répliques obtenues pour un défaut présent à la surface du moule obtenu sont toujours supérieures aux dimensions souhaitées. La relaxation locale des contraintes est peut être à l'origine du phénomène. Un bon choix de la température de démoulage ainsi que celle de mise en forme du polymère, s'avère être d'une importance cruciale pour l'obtention de motifs micrométriques de qualité.

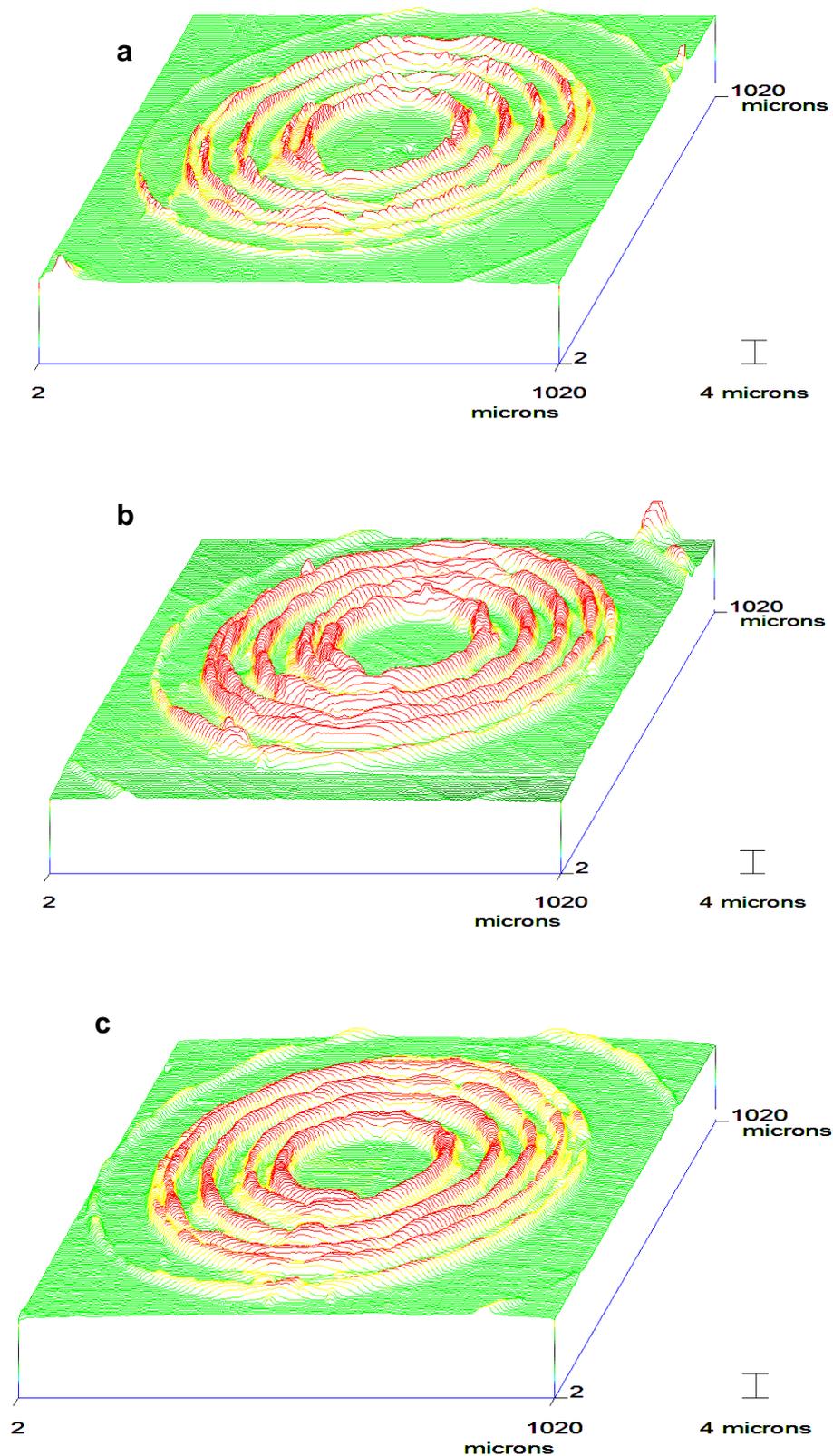


FIGURE VII.13 : Cartographies tridimensionnelles descriptives d'un défaut de surface en position centrale au niveau du (a) moule (données numériques inversées) (b) de la réplique en matériau COP E48R ou (c) de la réplique COP 480.

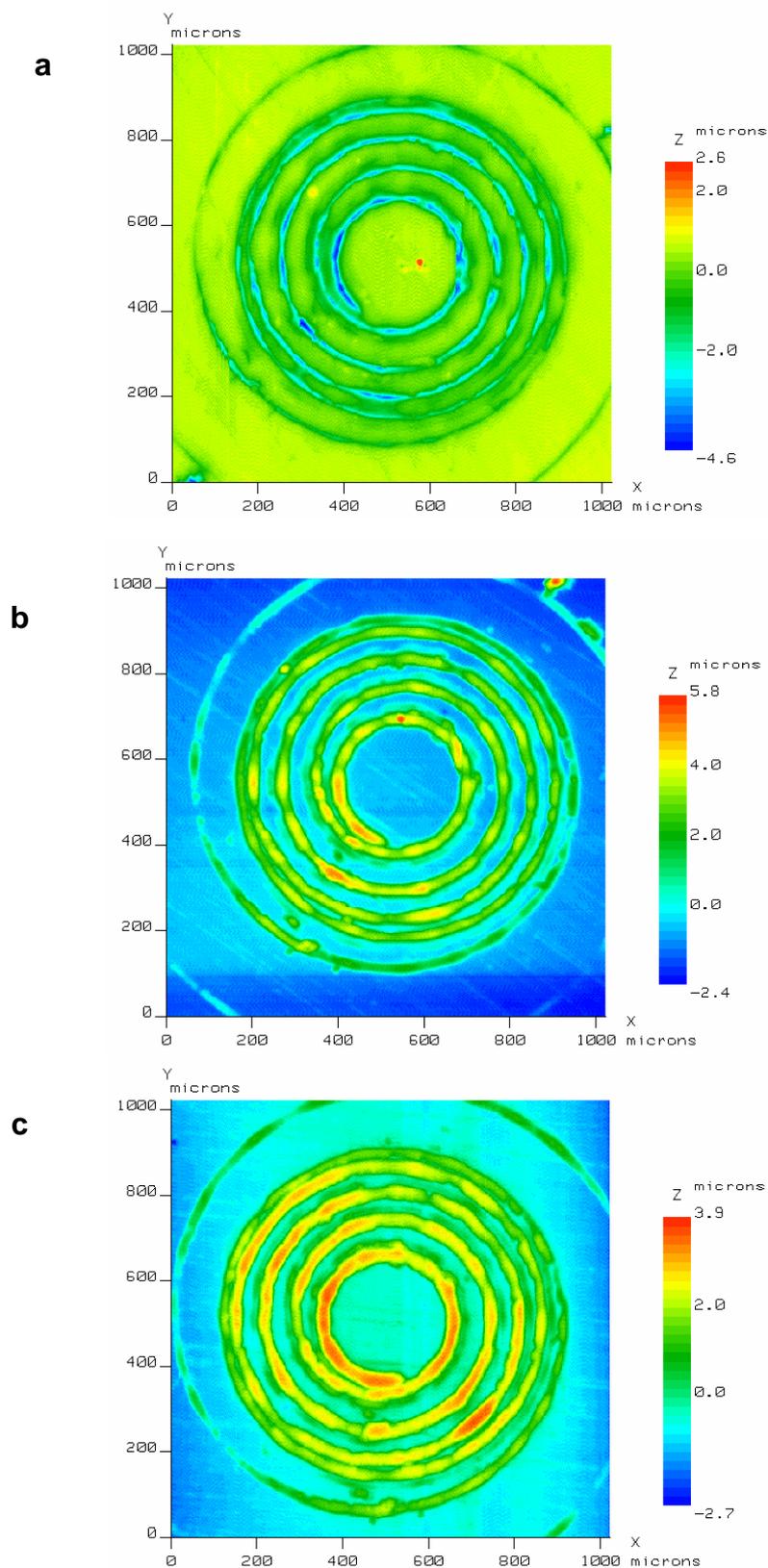


FIGURE VII.14 : Courbe de niveaux descriptive d'un défaut de surface en position centrale sur la surface du moule (a) en vue d'une comparaison avec des répliques en polymère amorphe COP E48R (b) et COP 480 (c).

VII.4. LE MICRO-MOULAGE PAR INJECTION

VII.4.1. PRESENTATION DU MOULE D'INJECTION

Un moule d'injection a été spécialement conçu et réalisé dans le cadre de ce travail de thèse afin d'étudier le moulage des micro-composants polymères, de façon à réaliser une comparaison qualitative des composants obtenus par ce procédé et par estampage à chaud.

VII.4.1.1 Etapes de conception, réalisation et instrumentation

L'objectif est de concevoir et réaliser un moule qui fonctionne sous vide ou sous atmosphère contrôlée, permettant d'effectuer des essais de micro-moulage par injection. Un moule multi empreintes à trois plaques a donc été conçu pour mouler différents micro-composants. La conception du moule a été effectuée à l'aide du logiciel de CAO Solidworks[®] et à titre illustratif une vue du porte empreinte du moule est représentée en figure VII.15.

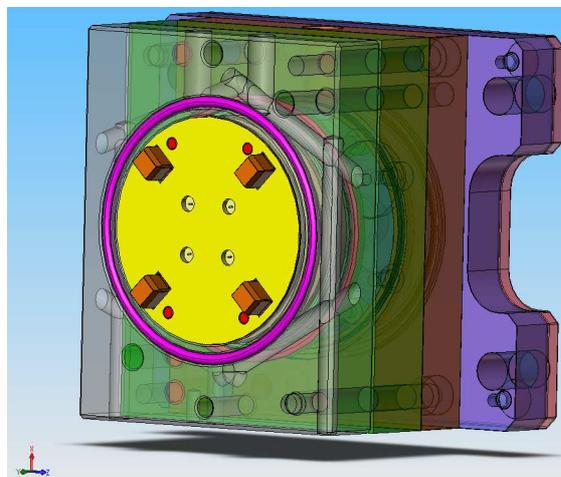


FIGURE VII.15 : CAO d'une partie du moule d'injection

Le moule utilisé est équipé d'un système de chauffage et de régulation par cartouche chauffante pour assurer une température variant entre 40 °C à 250 °C, dont la valeur est contrôlée par un thermocouple. Les éléments chauffants d'une puissance de 750 W sont placés de manière à permettre un chauffage uniforme de l'ensemble du moule.

Un capteur de pression à quartz (Kistler) de diamètre 1mm (résistant à 2000 bar sous 300 °C) a été installé dans les empreintes des canaux d'alimentation du moule pour permettre la mesure et le contrôle de la pression dans le moule au cours de l'injection. Cette mesure de la pression dans le moule permet d'analyser l'influence des paramètres de moulage les plus importants, comme la vitesse d'injection et la température du polymère lors de l'injection. Une vue d'ensemble du moule instrumenté est présentée en figure VII.16a. Les dimensions du composant à mouler par micro-injection retenu dans cette partie, sont réalisées en figure VII.16b.

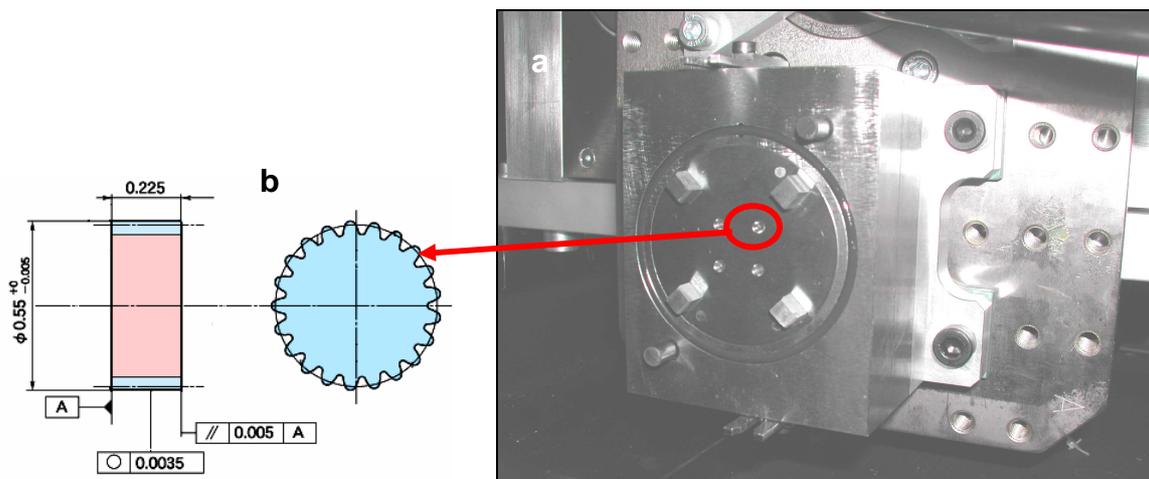
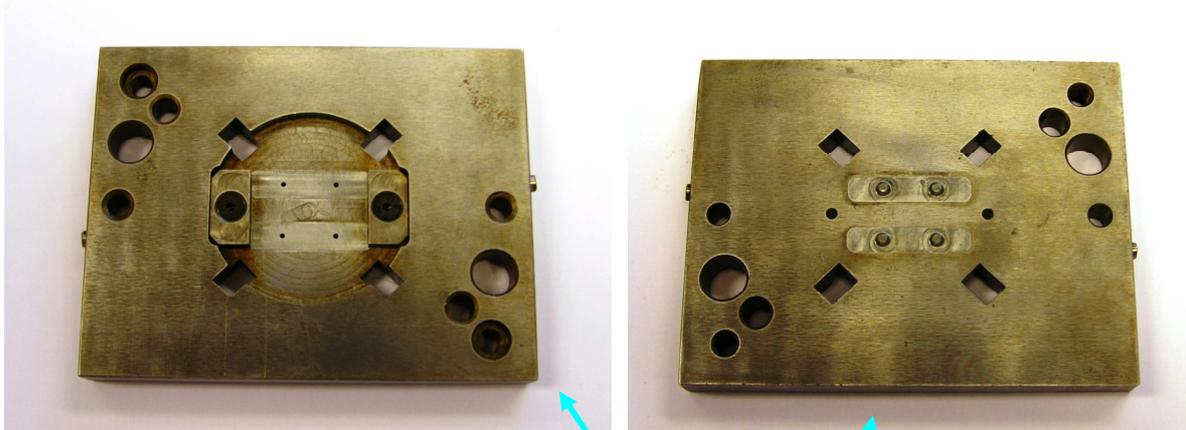


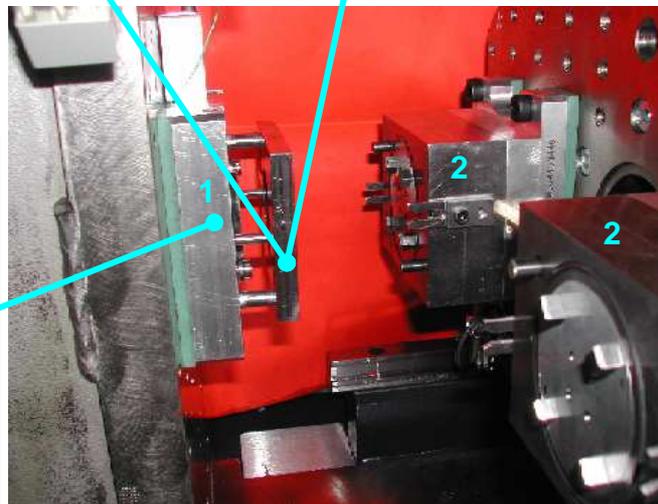
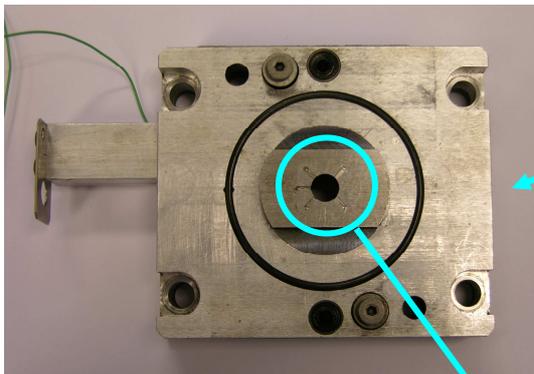
FIGURE VII.16 : Vue d'ensemble d'une partie du moule instrumenté (a) précisant les dimensions de la micro-roue dentée (b) [178].

Pendant la phase d'injection et avant d'atteindre les cavités, le polymère traverse d'abord la carotte cylindrique, les canaux d'alimentation et enfin les seuils des cavités. La carotte est essentiellement un canal d'alimentation faisant le lien entre le piston de l'unité d'injection et les canaux proprement dits (cf.figure.VII.17). Elle est perpendiculaire au plan d'ouverture du moule (plan de joint) et est usinée avec un angle de dépouille permettant l'éjection de la carotte. Les canaux d'alimentation de dimensions identiques permettent d'assurer un remplissage équilibré des cavités par un polymère à l'état fondu. L'extrémité étroite du canal dite seuil d'injection de 0.8 mm de diamètre assure la continuité des canaux d'alimentation aux cavités (cf.fig.VII.17 c1 et c2). Il facilite le détachement des composants. L'éjection des micro-composants se réalise lorsqu'elles sont suffisamment rigides et refroidies pour être éjecter par un éjecteur cylindrique de diamètres 0,2 mm.

Vue de face et de derrière d'une plaque du moule montrant une vue de l'entrée et de la sortie du seuil conique



Partie d'alimentation



Moule à trois plaques : 1- plaque d'injection
2- moules des roues dentées

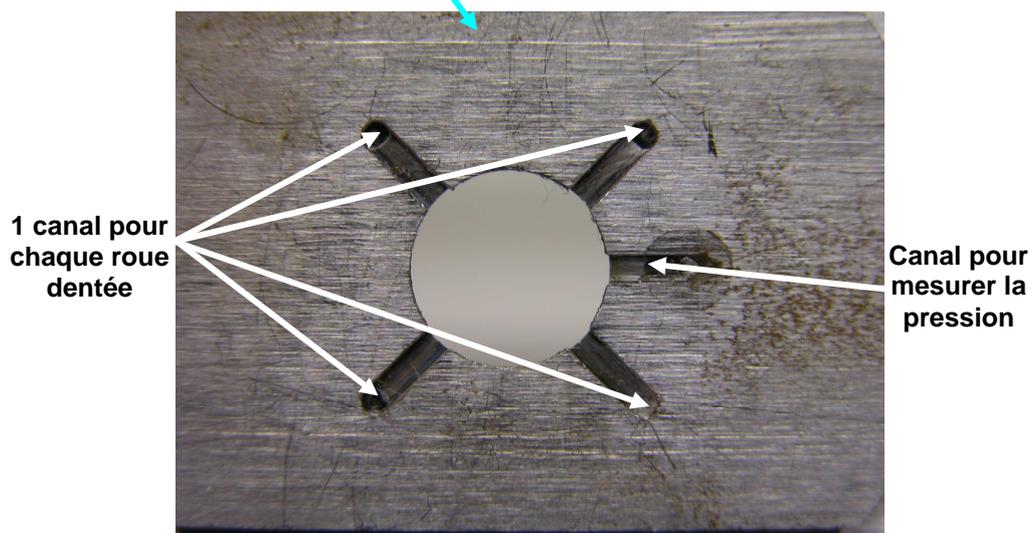


FIGURE VII.17 : Moule industriel de type 3 plaques pour la production de 4 micro-roue dentées montée sur la presse Battenfeld microsysteme® [179].

VII.4.1.2. Matériau polymère et conditions d'injection

L'ensemble des expérimentations a été réalisé sur le polypropylène (PP, EP548N) de densité égale à 0.9 et d'indice de fluidité égal à 16 g/min mesuré suivant la norme [ISO 8257/1], sous charge constante égale à 3.8 kg et à une température de 230 °C. Le Tableau VII.4 précise les principales propriétés du matériau PP utilisé. Les essais de micro-moulage par injection de micro-roues dentées ont été conduites sur la presse d'injection de micro-moulage bi injection Battenfeld® Microsystem 50 installée à l'ENSMM (cf.figure.VII.18). Le tableau VII.5 résume les conditions de moulage. Ces conditions standard correspondent aux conditions proposées par le fournisseur pour obtenir des micro-composants avec le matériau de référence retenu.

Matériau	Densité	T _g (°C)	T _f (°C)	Conductivité thermique λ (W/mK)	MFI (g/10 min)
Polypropylène (PP, EP548N)	0.892	10	160	0.14	[230°C/3.8kg] : 14

TABLEAU VII.4 : Principales caractéristiques du polymère utilisé pour les essais comparatifs entre micro-injection et estampage.

		Micro-moulage par injection
Température d'injection	[°C]	240
Température du moule	[°C]	40
Débit d'injection	[mm ³ /s]	20
Temps d'injection	[s]	1
Temps de maintien	[s]	10
Pression d'injection	[bar]	200

TABLEAU VII.5 : Paramètres utilisés dans les essais d'injections conduites sur la machine Battenfeld®

VII.4.2. PROCEDURE EXPERIMENTALE

Le micro-moulage par injection a été conduit avec une force de fermeture maximale de 50kN et une vitesse d'injection maximale de 760 mm/s. Le matériau polymère (PP) préchauffé à $240^{\circ}\text{C} \pm 10^{\circ}\text{C}$ a été injecté avec un piston de 5mm de diamètre et une précision de dosage de 10^{-3} cm^3 (cf.fig.VII.19). La température du moule est réglée à 40°C . Un temps de maintien de 10s correspondant à une pression constante est imposé a été choisi afin d'assurer le compactage du polymère dans les micro-cavités. Après solidification du composant dans le moule, les pièces sont éjectées à l'extérieur. Dans ces essais, le volume de remplissage a été le seul paramètre variable. L'ensemble des spécifications de cette machine est présenté au tableau VII.6.

Paramètres	Valeurs
Force maximale de fermeture [kN]	50
Force d'éjection [kN]	1.2
Vitesse d'injection maximale [mm/s]	760
Température d'injection maximale [$^{\circ}\text{C}$]	450
Pression d'injection maximale [MPa]	250
Volume d'injection [cm^3]	0.025 à 1.1
Piston de pré dosage [mm]	\varnothing 5
Piston d'injection [mm]	\varnothing 5
Vis de plastification [mm]	\varnothing 14

TABLEAU VII.6 : Spécifications de la presse à injection de type Battenfeld[®] utilisée dans les essais présentés.

VII.4.3. RESULTATS ET DISCUSSIONS

Différents essais expérimentaux ont été réalisés afin de pouvoir optimiser le remplissage des cavités. La figure VII.20 représente les étapes du remplissage des canaux d'alimentation, seuils d'injection et cavités en forme de roue dentée. Ces photographies montrent un remplissage progressif qui s'effectue dans des conditions correctes.



FIGURE VII.18 : Presse d'injection Battenfeld®

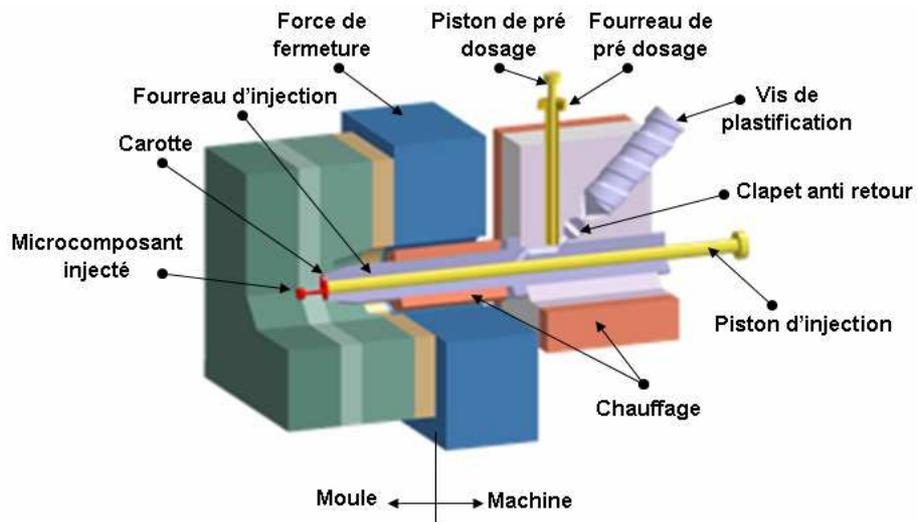


FIGURE VII.19 : Système d'injection BATTENFELD® (Battenfeld®, 2005)

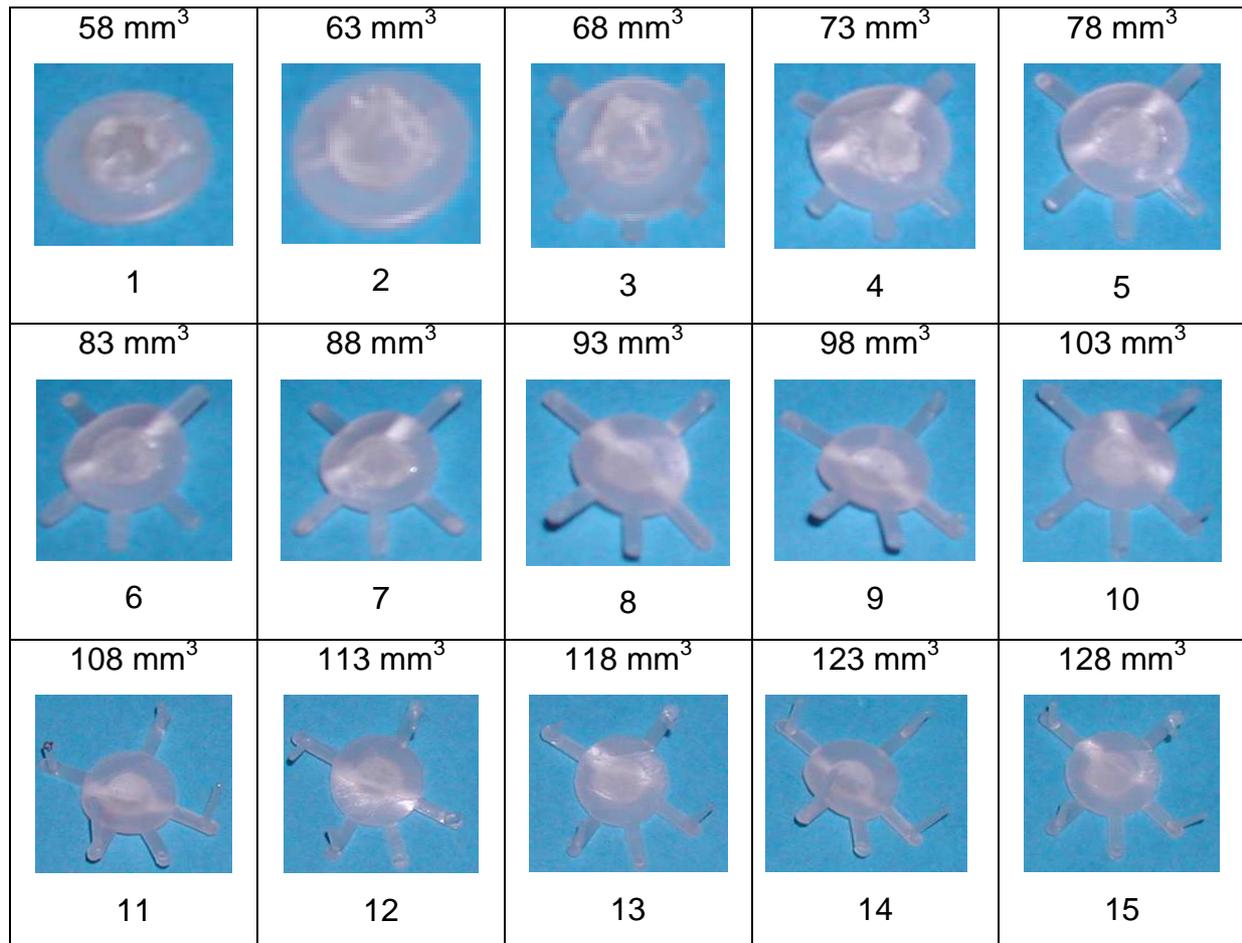


FIGURE VII.20 : Photographie des étapes de remplissage

La figure VII.21 représente le faciès des micro-roues dentées, associé à un remplissage correct. On notera la présence de quelques défauts superficiels dont la présence est liée d'une part à des difficultés d'écoulement du matériau PP lors du moulage et d'autre part à l'état de surface initiale de l'empreinte usinée.

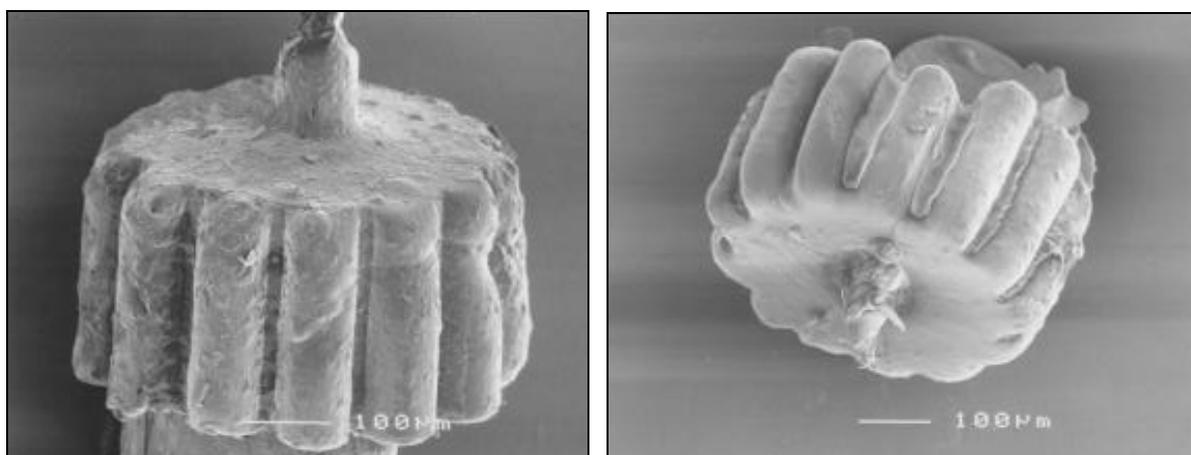


FIGURE VII.21 : Photographies réalisées par MEB des micro-roues dentées obtenues par micro-moulage par injection.

VII.5. ELABORATION DES REPLIQUES EN POLYMERE PAR ESTAMPAGE & MICROMOULAGE PAR INJECTION

VII.5.1. PROCEDURE DE L'ESSAI

Le moule multi empreintes décrit précédemment a été utilisé pour réaliser d'autres essais de micro-moulage par injection [162,180]. Les micro-cavités (cf.figures.VII.22a et b) correspondent comme dans les paragraphes précédents à des formes pyramidales décalées ou à des sillons de forme concentrique. Elles sont élaborées cette fois-ci à la surface d'éjecteurs de longueur égale à 47 mm et diamètre de valeur égale à 2 mm. La micro-cavité de forme pyramidale correspond à des enfoncements d'une pyramide Vickers afin d'obtenir le faciès illustré sur la figure VII.22c. Les micro-cavités présentant des sillons concentriques de 0.6 mm et 1.4 mm de diamètre et de 100 μm de profondeur ont été élaborées sur un centre d'usinage à grande vitesse UGV (KERN®). Le faciès associé est reproduit sur la figure VII.22d.

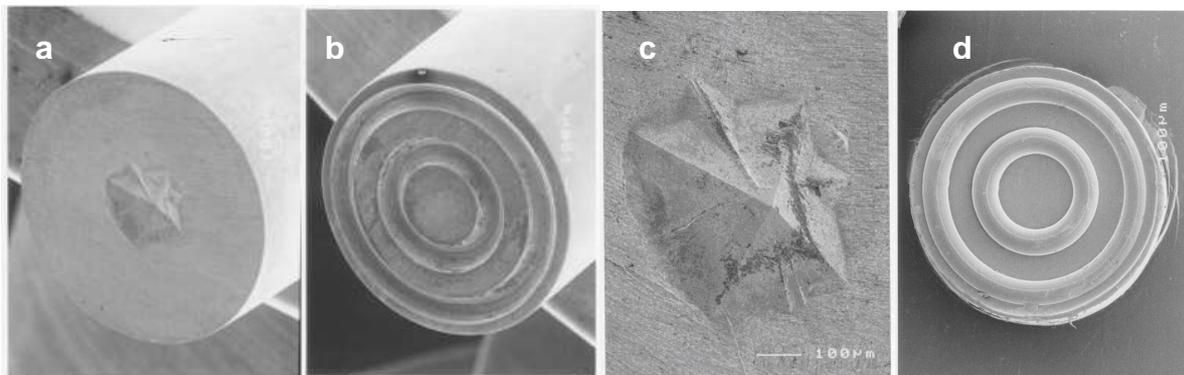


FIGURE VII.22 : Observation par microscopie électronique à balayage (MEB) de :

- (a) l'empreinte pyramidale,
- (b) rainures circulaires,
- (c) zoom de l'empreinte pyramidale,
- (d) zoom des rainures circulaires.

La métrologie tridimensionnelle de ces deux cavités réalisées à la surface des éjecteurs a été obtenue par MMB (cf.figure.VII.23).

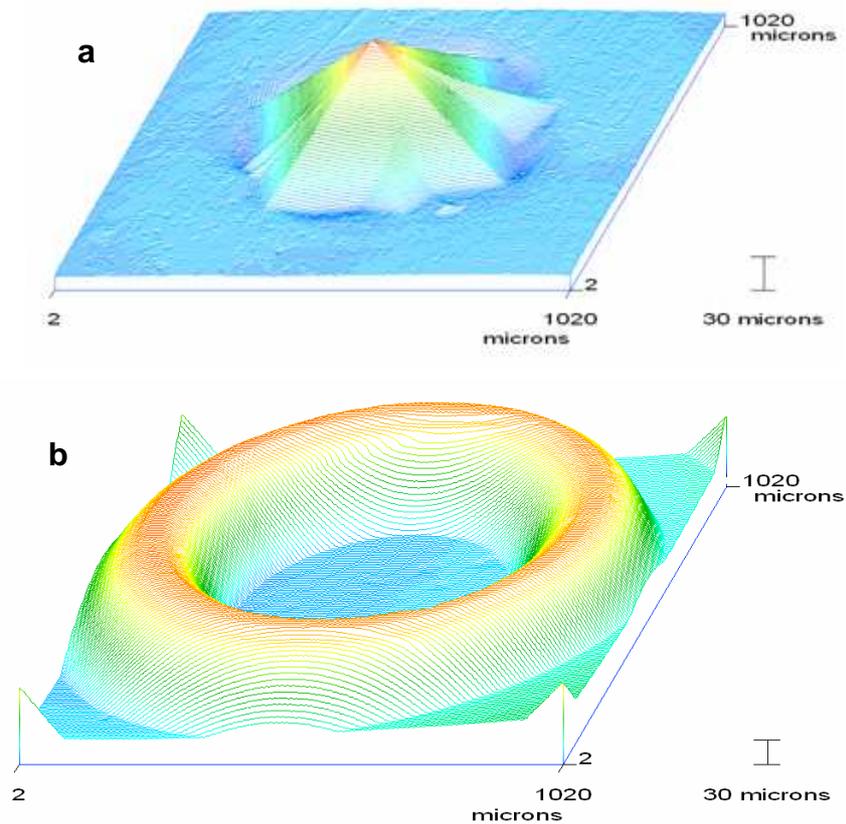


FIGURE VII.23 : Observation par microscopie mécanique à balayage (MMB) :
(a) de l’empreinte pyramidale,
(b) d’une partie des rainures circulaires.

Les éjecteurs sont placés dans l’insert flottant du moule. Leurs positions correspondent à celles utilisées pour les micro-roues dentées. Les dimensions d’une des deux empreintes sont représentées sur la figure VII.24.

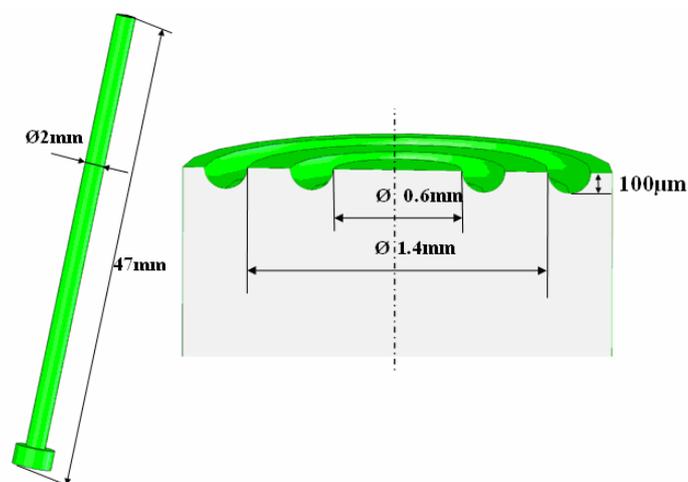


FIGURE VII.24 : CAO des empreintes réalisées en haut d’éjecteur.

La première partie des essais consiste à réaliser un ensemble de tests de micro-moulage par injection suivant les conditions décrites au paragraphe VII.3.2. Les essais consistent en l'injection du polymère (PP) en forme de granules à une température de 240°C dans une cavité ou le motif d'intérêt est en haut d'éjecteur. Le moule est chauffé à une température égale à 40°C. Dès que le remplissage est effectué, le composant polymère est désolidarisé de l'éjecteur. Les différentes étapes de moulage par injection sont schématisées sur la figure VII.25.

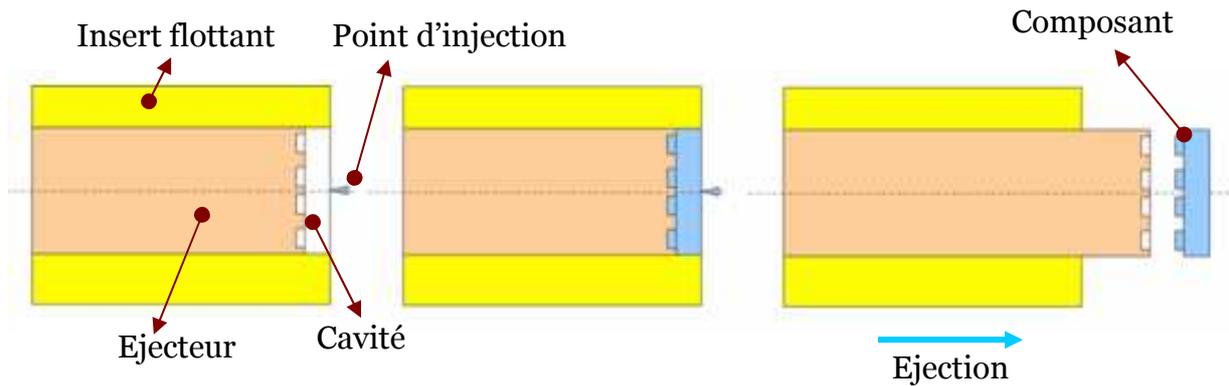


FIGURE VII.25 : Représentation schématique indiquant les étapes du procédé de réalisation des répliques par micro-moulage par injection.

La seconde partie expérimentale est liée à la réalisation du PP dans les mêmes empreintes par procédé d'estampage à différentes températures et à une pression de 4bars. Dans ce cas, l'insert flottant et les quatre éjecteurs du moule de micro-moulage par injection ont été utilisés. Les différentes étapes de mise en forme par estampage à chaud sont schématisées sur la figure VII.26.

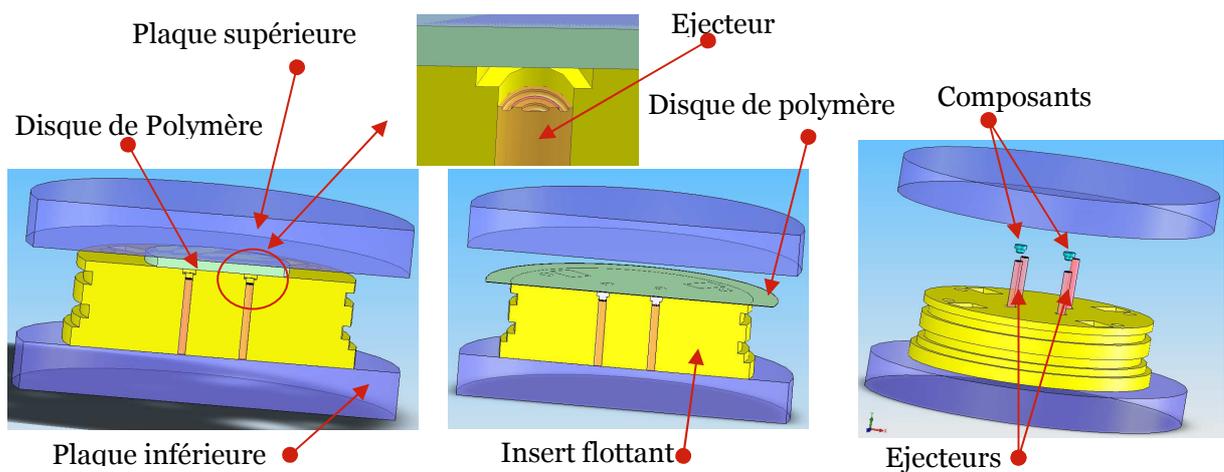


FIGURE VII.26 : Représentation schématique des différentes étapes d'obtention des composants par estampage.

Les paramètres du procédé sélectionné pour la mise en forme par injection ou par estampage sont rassemblés dans le tableau VII.7.

		Micro-moulage par injection	Estampage à chaud
Température d'injection	[°C]	240	-
Température du moule	[°C]	40	110 – 130
Pression	[bar]	-	4
Débit d'injection	[mm ³ /s]	20	-
Temps du cycle	[s]	10	30-60

TABLEAU VII.7 : Principaux paramètres caractéristiques du moulage du PP par micro-injection et estampage.

VII.5.2. RESULTATS ET DISCUSSION

VII.5.2.1. Cavité de forme pyramidale

VII.5.2.1a. Influence de la température de mise en forme

L'influence de la température de mise en forme, utilisée pour les polymères sélectionnés dans le procédé d'estampage sur le taux de remplissage des cavités en imposant une pression de 4 bars et un temps de maintien de 30 secondes a été pris comme premier élément permettant de préciser la qualité de la forme répliquée. Les cartographies 3D de la figure VII.27 représentent les données comparatives descriptives de répliques d'une cavité de forme pyramidale pour différentes températures de mise en forme du polymère par estampage, correspondant à : T_g+100 °C, T_g+110 °C et T_g+120 °C. Les données descriptives de la forme initiale (cf. figure.VII.28a) sont inversées informatiquement.

La qualité de reproduction relatif à ces évaluations comparatives en termes d'aspect dépend de la température sélectionnée, et précise que les essais doivent être principalement conduits à des températures supérieures à T_g+120 °C pour que le remplissage du polymère en fond de cavité soit conforme aux attentes. On notera que la représentation de la figure VII.27d est décalée d'un angle de $\pi/2$ par rapport à celles référencées a, b, c.

D'autres comparaisons sont possibles à partir des superpositions de courbes de niveaux (cf.figure.VII.28), permettant en particulier de noter que les zones de déformation plastique générées par le contact indenteur-matière en bords d'empreintes sont reproduites quelle que soit la température sélectionnée. Les données acquises permettent de connaître le taux de remplissage exprimé en pourcentage de volume relatif avec comme valeur de référence celle du volume du moule, de valeur égale à $5,5 \cdot 10^6 \mu\text{m}^3$ (cf. tableau VII.8).

	Cavité	Réplique $T_g+100 \text{ }^\circ\text{C}$	Réplique $T_g+110 \text{ }^\circ\text{C}$	Réplique $T_g+120 \text{ }^\circ\text{C}$
Volume mesuré ($10^6 \mu\text{m}^3$)	5.5	5.01	5.03	5.24
Taux de remplissage (%)	-	91	93	96

TABLEAU VII.8 : Evolution du volume et du taux de remplissage d'une empreinte de forme pyramidale, en fonction de la température retenue en estampage.

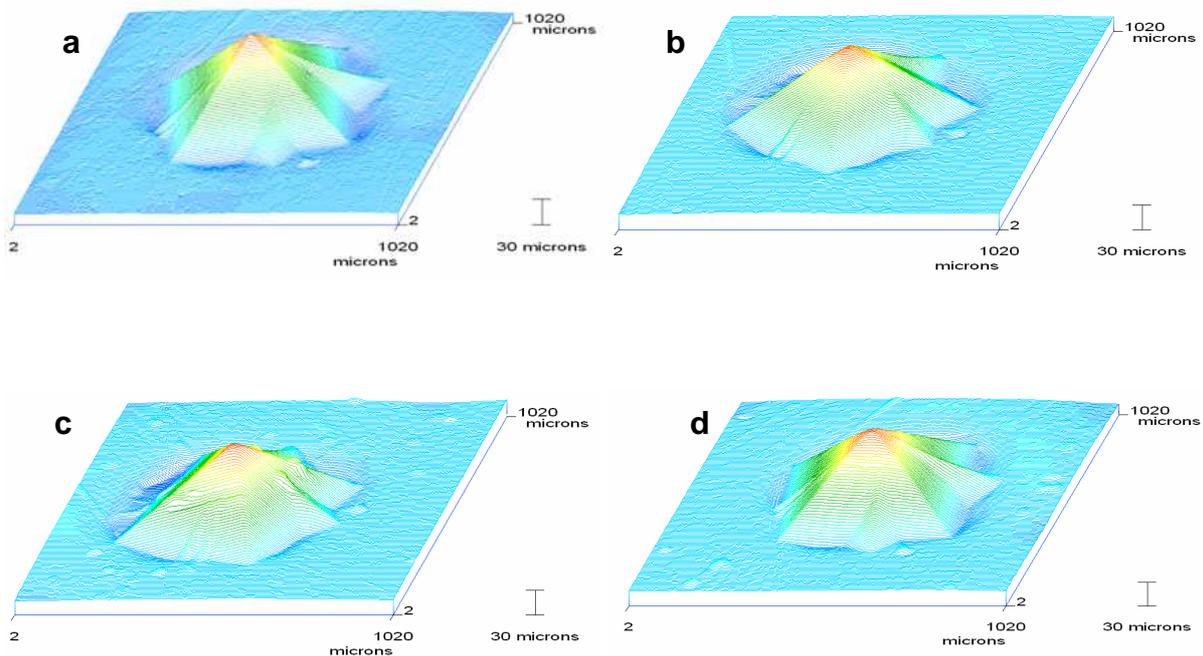


FIGURE VII.27 : Cartographies des répliques en polypropylène, descriptives d'une empreinte de cavité de forme pyramidale décalée (a) après mise en forme par estampage à différentes températures : 110 °C (b), 120 °C (c) et 130 °C (d).

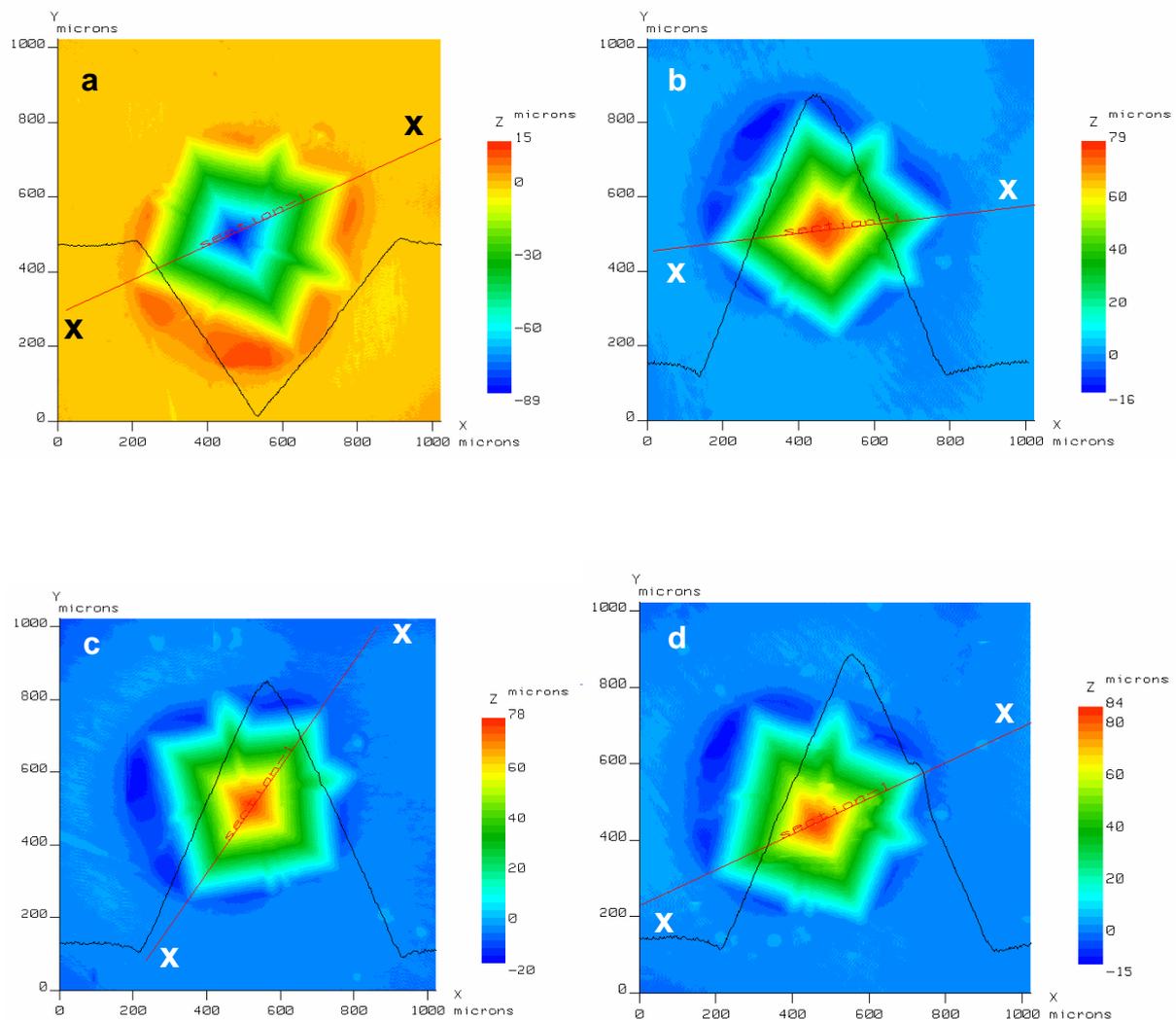


FIGURE VII.28 : Courbes de niveaux descriptives des répliques d'une empreinte de cavité de forme pyramidale en polypropylène (a) après mise en forme par estampage à différentes températures : 110 °C (b), 120 °C (c) et 130 °C (d)

On retrouve le fait que plus la température de mise en forme augmente, plus le taux de remplissage augmente, permettant ainsi de conduire à des répliques de forme géométriques conformes à l'original. Cette constatation est liée à la variation de la fluidité du polymère dont la viscosité varie en fonction de la température.

A titre de comparaison il est possible d'étudier, après repérage des zones la forme de profils extraits des empreintes des répliques pyramidales comme cela est illustré sur la figure VII.29. Les données métrologiques associées sont regroupées sur le tableau VII.9 confortant le fait que l'augmentation de la qualité de reproduction est associée à une augmentation de la température de l'essai de mise en forme

	Cavité	Réplique $T_g+20^\circ\text{C}$	Réplique $T_g+30^\circ\text{C}$	Réplique $T_g+40^\circ\text{C}$
Largeur (μm)	450	450	450	450
Profondeur (μm)	86	79	82	83

TABLEAU VII.9 : Données dimensionnelles comparatives caractérisant les profils relevés sur des répliques d’empreinte de forme pyramidale, en fonction de la température retenue utilisée lors de l’estampage.

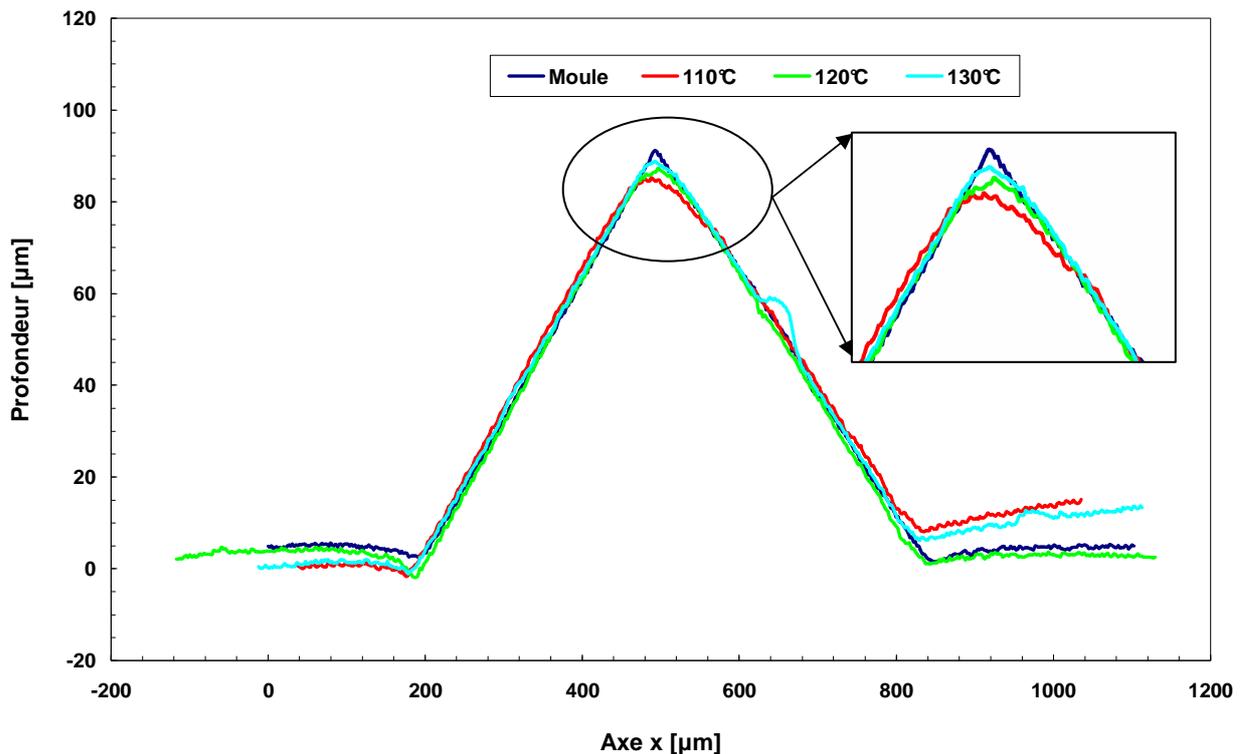


FIGURE VII.29 : Profil 2D de la rugosité du moule et des répliques correspondante à différentes températures dans la direction x.

VII.5.2.1b. Influence des procédés de mise en forme

Les répliques d’une même empreinte réalisée soit par estampage soit par micro-moulage par injection sont réalisées à titre comparatif sur la figure VII.30. Les détails de remplissage équivalent apparaissant sur chacune des figures soient identiques. Les remplissages au sommet de cavités correspondent à des tronquages plus ou moins important en fonction du procédé utilisé.

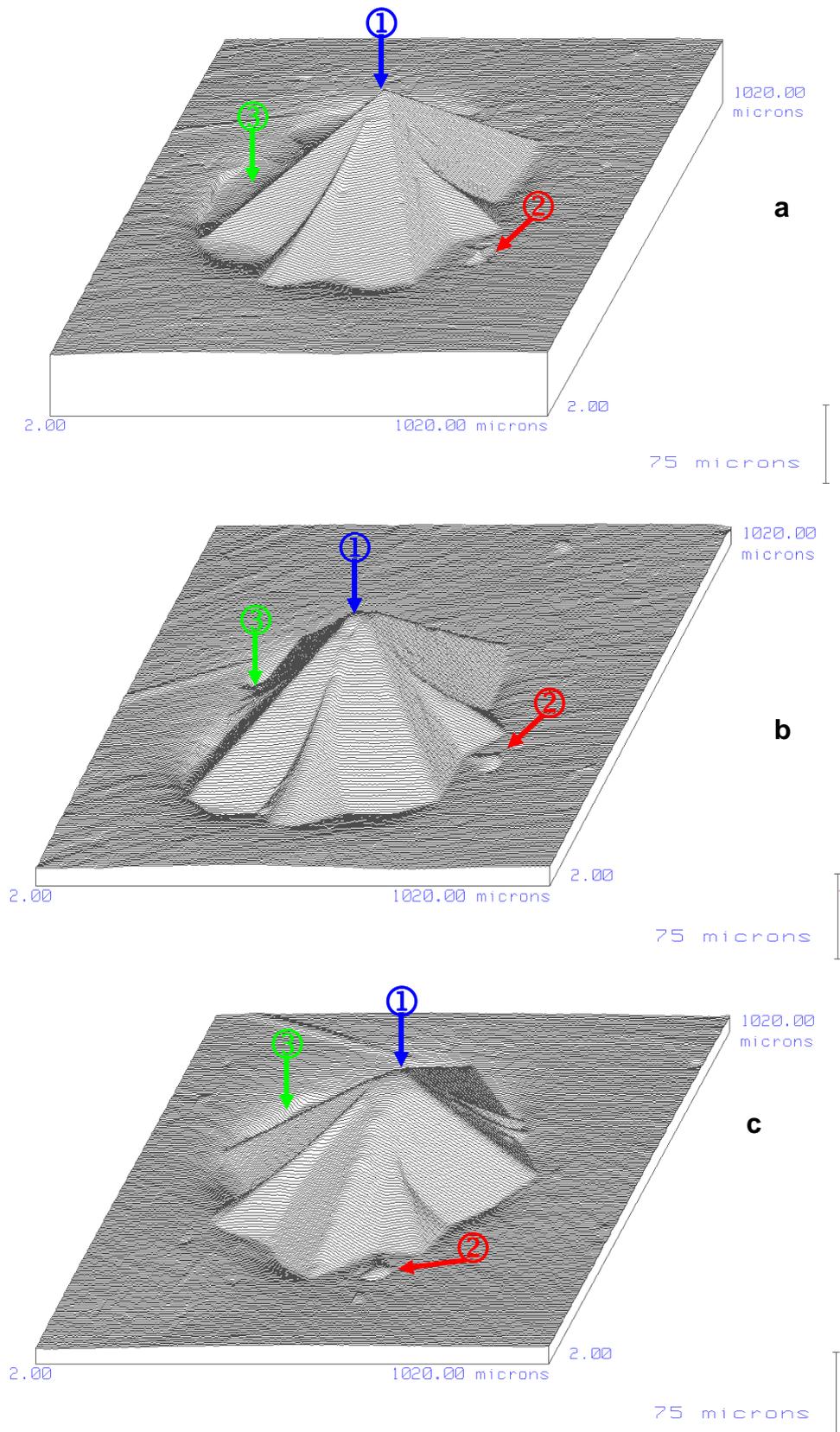


FIGURE VII.30 : Comparaison entre la géométrie de l’empreinte (a) et répliques en PP obtenues respectivement par injection (b) et par estampage(c).

A partir des superpositions de courbes de niveaux il est possible de :

- préciser les valeurs des volumes de remplissage qui sont respectivement de $5,24 \cdot 10^6 \mu\text{m}^3$ pour l’empreinte réalisée par estampage et de $5,33 \cdot 10^6 \mu\text{m}^3$ pour l’empreinte réaliser par micro-moulage par injection. Ces données conduisent à des taux de remplissage respectivement égaux à 96 % et 97 % pour un volume de cavité à reproduire de $5,5 \cdot 10^6 \mu\text{m}^3$.
- les hauteurs des répliques d’empreintes qui correspondent à 80 μm dans le cas de l’estampage et à 83 μm dans le cas du micro-moulage, pour une hauteur initiale à reproduire de 86 μm .

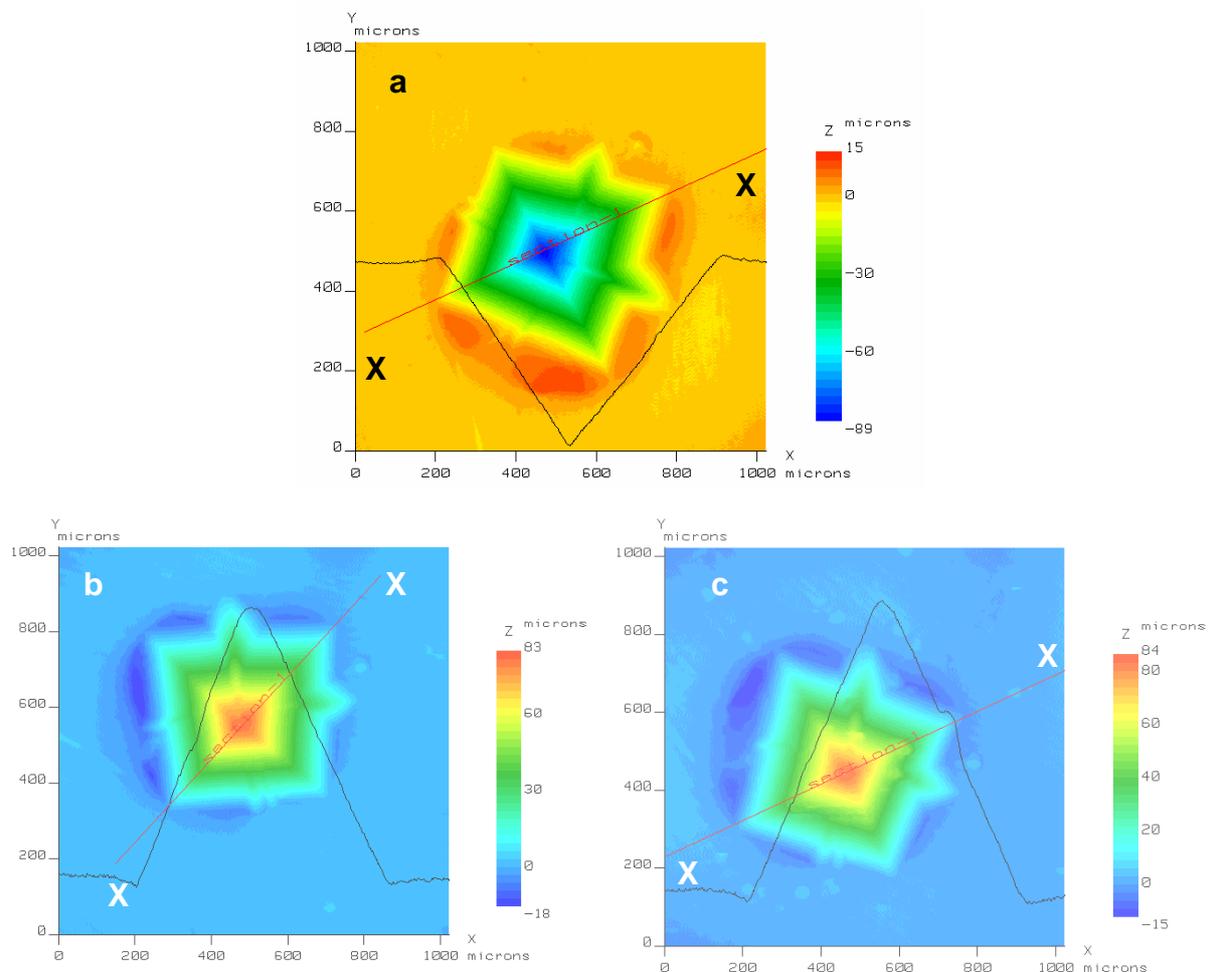


FIGURE VII.31 : Courbes de niveaux descriptives des répliques d’une cavité de forme pyramidale (a) et des répliques en PP obtenue par estampage (b) et micro-moulage par injection (c).

On constate sur la figure VII.32 que les profils de cavités sont quasi équivalents.

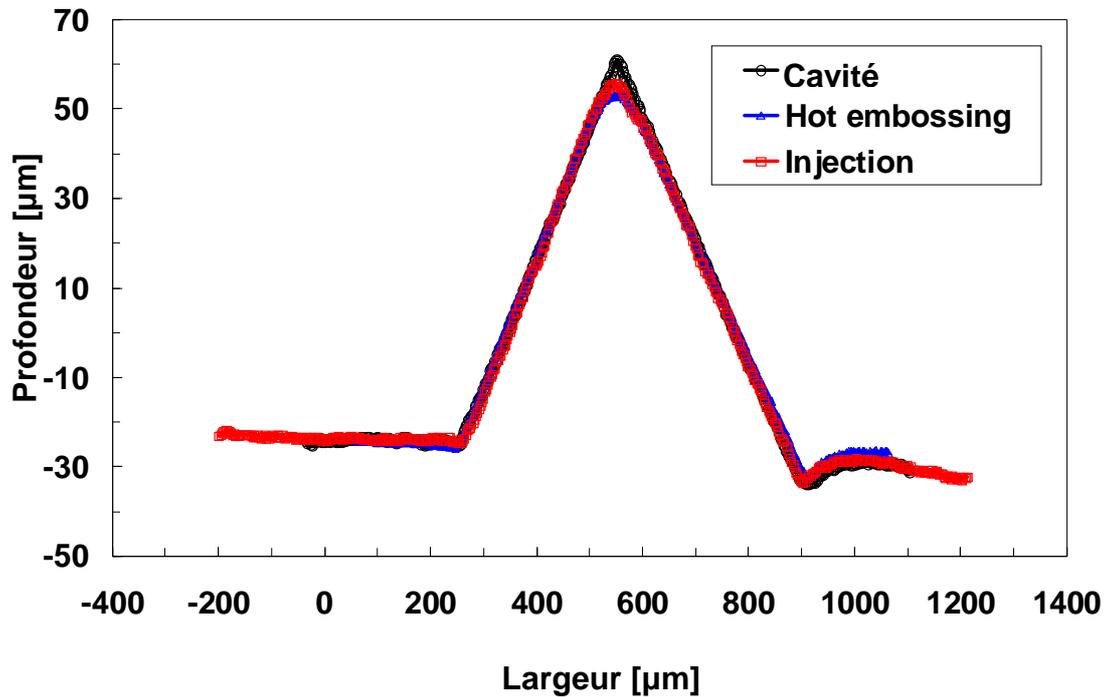


FIGURE VII.32 : Profil 2D de la rugosité du moule et les répliques dans la direction x.

VII.5.2.2. Rainure circulaires coaxiales

VII.5.2.2a. Influence de la température de mise en forme

La même démarche expérimentale comparative a été conduite sur la reproduction de rainures circulaires dont la forme est précisée en figure VII.33. Le volume à reproduire pour la rainure de diamètre égal à $600 \mu\text{m}$ est de $24,7 \cdot 10^6 \mu\text{m}^3$ (cf.figure.VII.25).

La figure VII.34 indique les topographies des répliques de l’empreinte de plus petit diamètre, aux températures supérieures ou égales à $T_g+85 \text{ }^\circ\text{C}$. Il apparaît sans ambiguïté que le procédé d’estampage peut être effectivement réalisé à la température $T_g+\varepsilon$, mais que la qualité de reproduction en résultant n’est pas optimisée (cf.figure.VII.33a). Il faut atteindre des températures au moins égale à $T_g+110 \text{ }^\circ\text{C}$ (cf.figure.VII.33c et d) pour que le remplissage et les caractéristiques attendues soient obtenues.

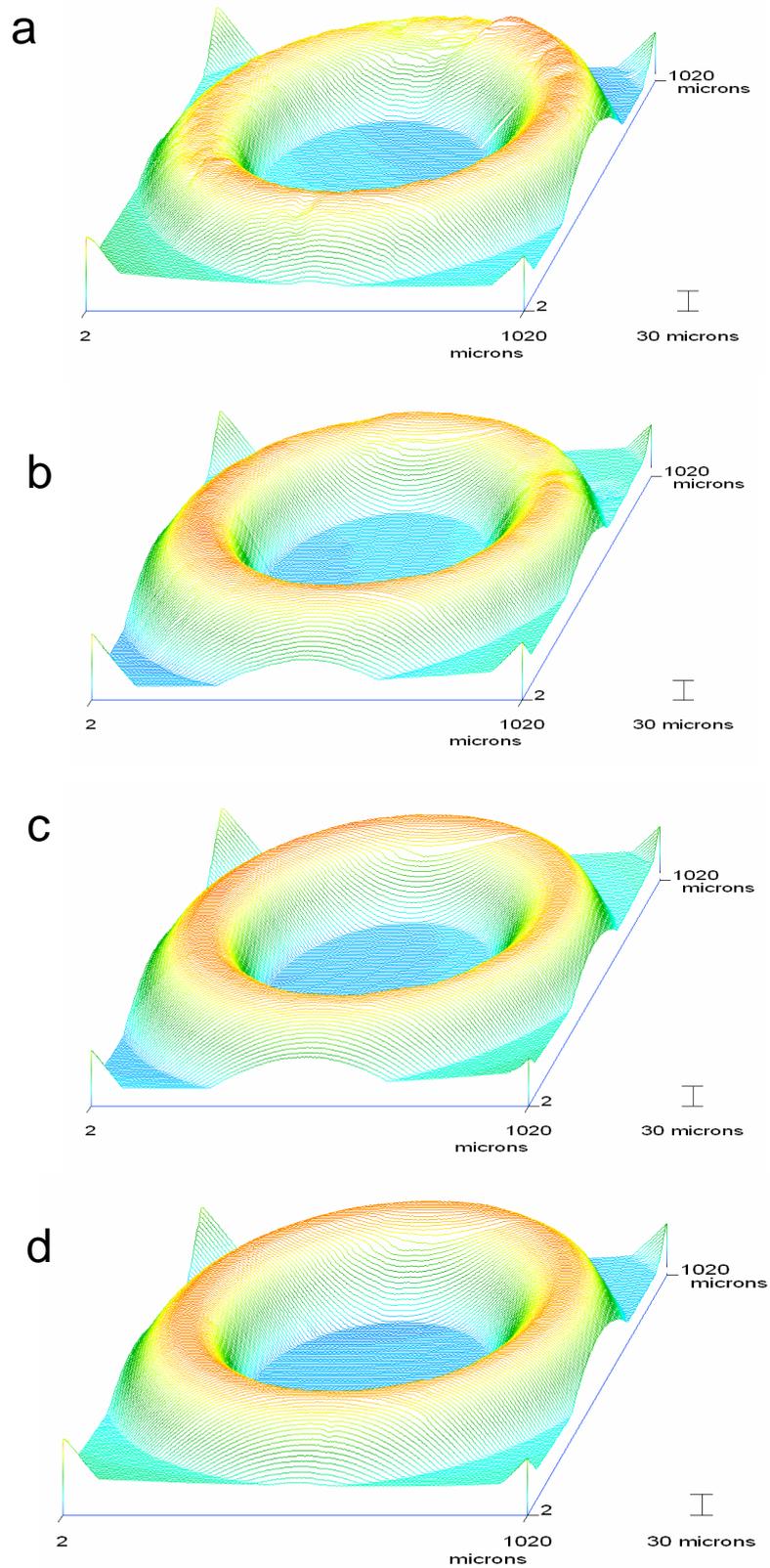


FIGURE VII.33 : Cartographie des répliques en polypropylène d'une empreinte de cavité de forme circulaire après mise en forme par estampage à différentes températures : 95 °C (a), 110 °C (b), 120 °C (c) et 130 °C (d).

Les grandeurs métrologiques retenues pour caractériser les répliques d'empreintes permettent de préciser les taux de remplissage en fonction des températures de mise en forme. Pour cette comparaison les données descriptives de la forme initiale sont inversées informatiquement.

	Cavité	Réplique $T_g+85^\circ\text{C}$	Réplique $T_g+100^\circ\text{C}$	Réplique $T_g+110^\circ\text{C}$	Réplique $T_g+120^\circ\text{C}$
Volume ($10^6 \mu\text{m}^3$)	24.7	20	21	22	23.8
Taux de remplissage (%)	-	80	85	87	96

TABLEAU VII.10 : Valeurs comparatives des volumes de remplissage d'une empreinte formée par des rainures circulaires en fonction de la température retenue lors de l'estampage.

Les relevés effectués sur différents profils comparatifs (cf.figure.VII.34) confortent bien les choix préconisés pour la température de réplification.

On notera que les conditions les plus appropriées consistent à se placer à une température $T_g+120^\circ\text{C}$. Cet aspect est parfaitement illustré sur la figure VII.35 où le caractère homogène du remplissage n'apparaît que pour des températures de valeurs $T_g+110^\circ\text{C}$ et préférentiellement $T_g+120^\circ\text{C}$.

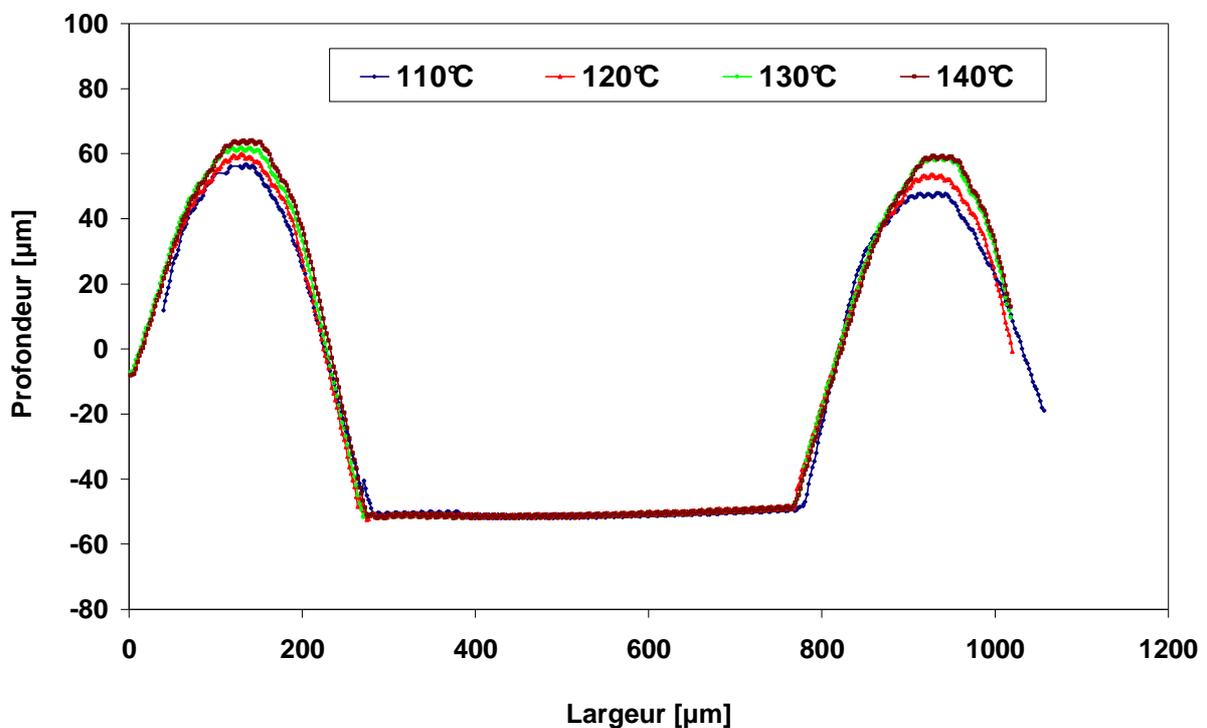


FIGURE VII.34 : Profil 2D de la rugosité des répliques à différentes températures dans la direction x.

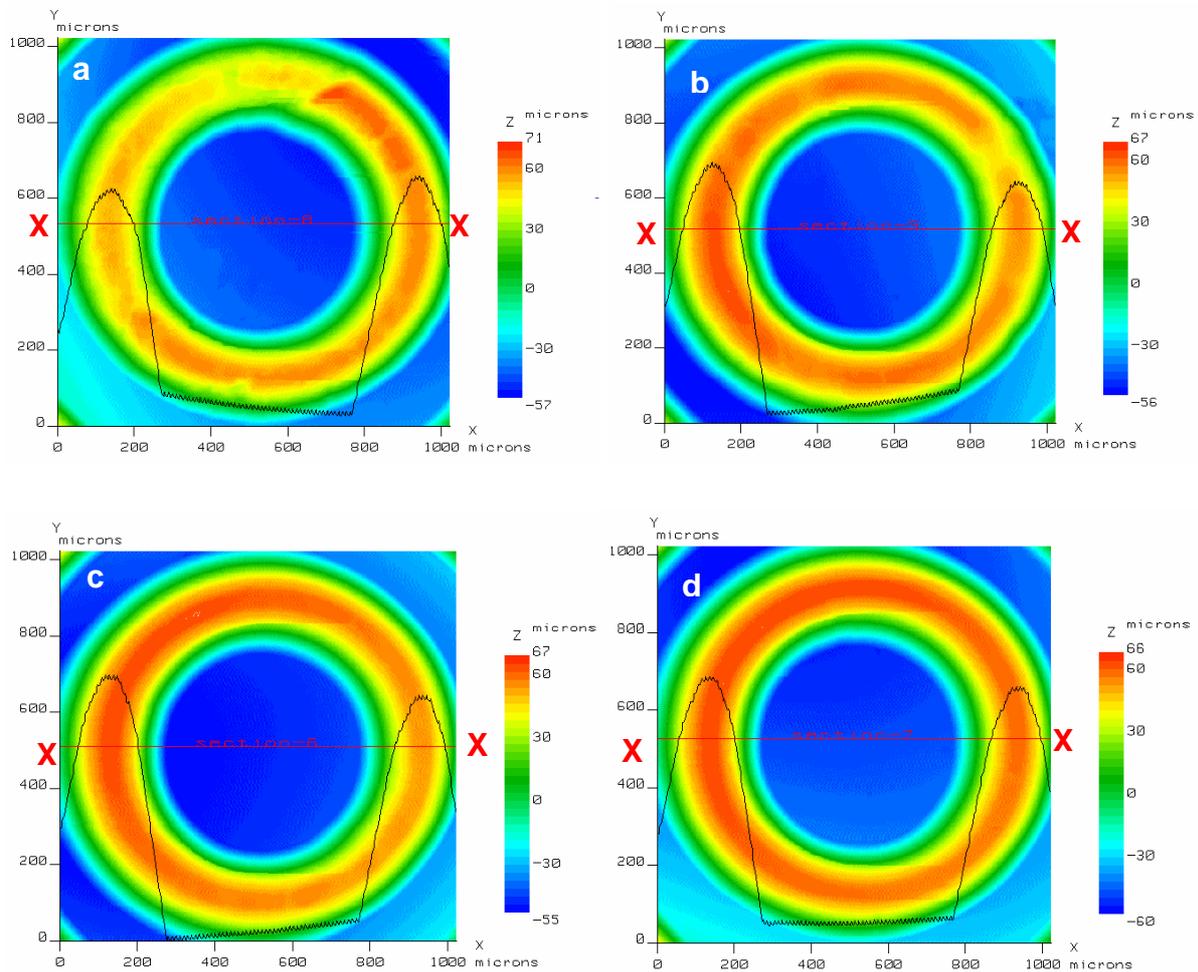


FIGURE VII.35 : Courbes de niveaux descriptives des répliques d'une empreinte de cavité de forme circulaire en PP après estampage à (a) 95 °C (b) 110 °C, (c) 120 °C et (d) 130 °C

VII.5.2.2b. Influence des procédés de mise en forme

Sur ces bases, il est possible de mettre en œuvre une étude comparative des répliques quel que soit le procédé de mise en forme retenu. Les données regroupées dans le tableau VII.11 précisent la conformité des répliques par rapport au modèle de la cavité prise comme référence. Ces données illustrent les valeurs respectives pour chacun des maxima des profils.

	Cavité		Réplique Tg+85 °C		Réplique Tg+100 °C		Réplique Tg+110 °C		Réplique Tg+120 °C	
	300	700	300	700	300	700	300	700	300	700
Rayon (µm)	300	700	300	700	300	700	300	700	300	700
Profondeur (µm)	100	100	92	87	94	91	95	97	97	97

TABLEAU VII.11 : Données comparatives des dimensions descriptives des profils relevés sur les répliques d'empreinte formées correspondant à des rainures circulaires obtenues par estampage pour différentes températures.

La figure VII.36 montre la qualité comparative obtenue.

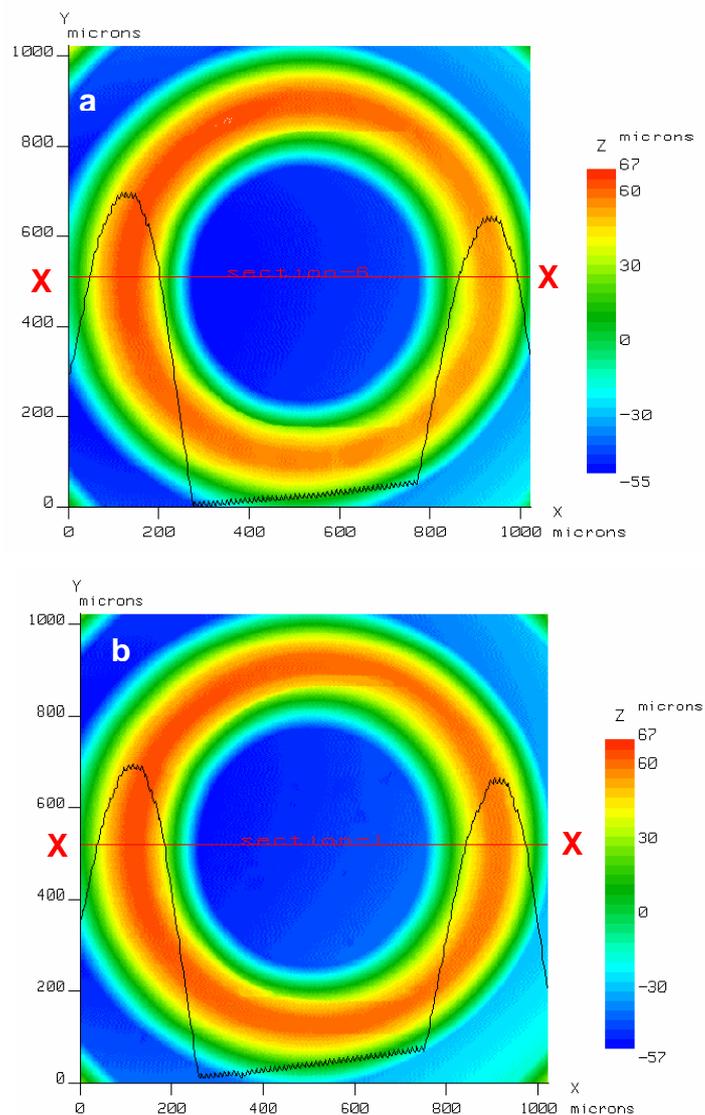


FIGURE VII.36 : Courbe de niveau comparative obtenue par profilométrie mécanique de l'état de surface des répliques (a) estampage (b) Micro-moulage par injection.

Ce qui se traduit par une identité conformationnelle sur les profils extraits (cf. figure.VII.37).

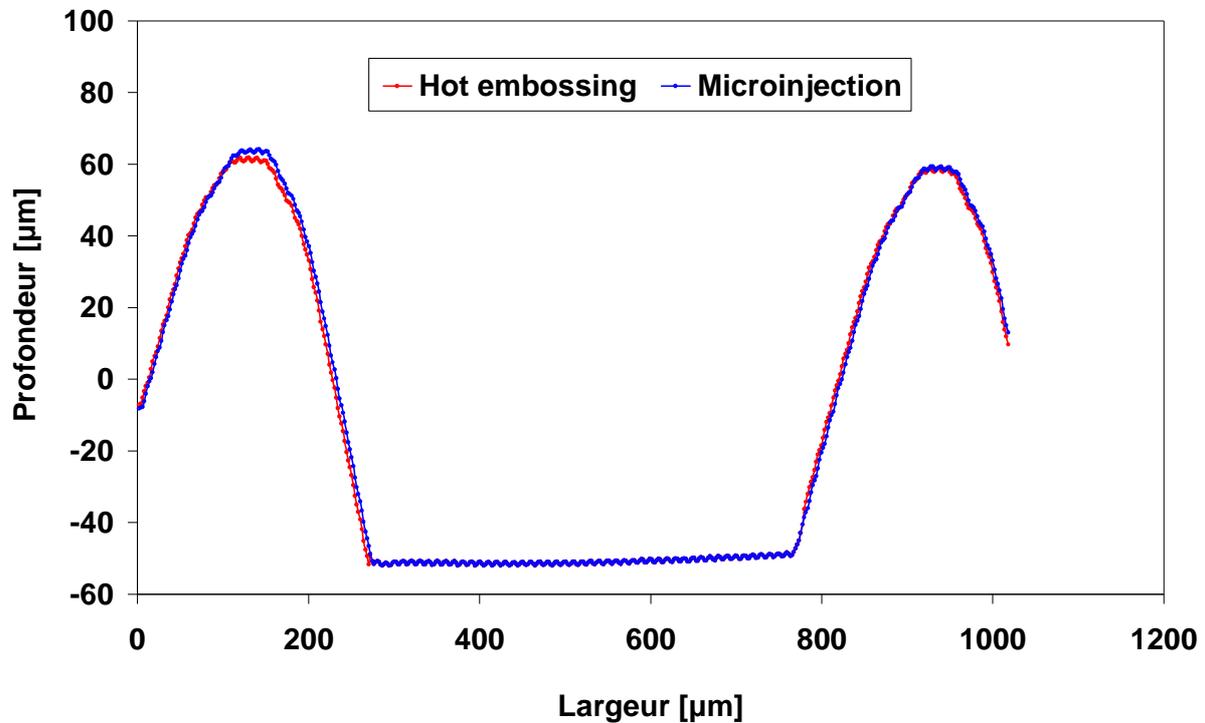


FIGURE VII.37 : Profil 2D de rugosité dans la direction x.

VII.6. CONCLUSION

Les constatations majeures suite aux analyses expérimentales présentées dans ce chapitre sont les suivantes :

- (a) *en premier lieu*, l'analyse expérimentale de la réalisation par estampage de motifs de taille micrométrique a révélé l'existence dans certaines conditions expérimentales, de défauts liés à la non planéité des moules. Des mesures par MMB de la déflexion plane montre que ce phénomène disparaît suite à une diminution de la température de démoulage. L'analyse des résultats obtenus a permis de suggérer que ces phénomènes pouvaient correspondre à une relaxation des contraintes élastiques emmagasinées dans le polymère lors de la mise en forme.

- (b) *en second lieu*, l'ensemble des essais d'estampage confirme que si la force et la température de mise en forme et (ou) la température de démoulage sont insuffisantes, l'écoulement visqueux du même polymère ne permet pas un remplissage complet, ni la relaxation plastique du polymère. A décharge, le polymère comprimé élastiquement se relaxe et se déforme traduisant le gradient de contraintes élastiques.
- (c) *en troisième lieu*, il est apparu que le choix d'une température de démoulage proche voisine de celle de l'ambiante diminue la déflexion des plaques. Ce comportement correspond à une relaxation viscoplastique rapide de la déformation élastique sous les motifs, et ce dès les premiers instants qui suivent l'application de l'effort.
- (d) *en quatrième lieu*, il est confirmé que la mise en forme de micro-structures par estampage demande une connaissance approfondie des propriétés mécaniques et rhéologiques du polymère sélectionné pour être réalisée dans des bonnes conditions, afin d'éviter ces accumulations et concentrations des contraintes entraînant par la suite des défauts.
- (e) *en cinquième lieu*, l'étude expérimentale du micro-moulage par injection a permis d'une part la conception, l'instrumentation et la réalisation d'un moule multi empreintes. Cette approche conceptuelle et instrumentale a permis la réalisation par moulage d'une micro-roue dentée afin de connaître les différents paramètres du procédé. Une analyse comparative de la qualité des répliques obtenues par micro-moulage et par estampage a pu être conduite. Les résultats indiquant que le micro-moulage est un procédé opérant pour la réalisation de micro-réplication.
- (f) *En final* en s'appuyant sur une étude comparative des deux procédés de mise en forme il a pu être montré que l'estampage apparaît comme une technique de prototypage performante pour réaliser les composants de taille micrométrique voire nanométrique. Ces résultats ont permis de mieux comprendre la mise en forme des motifs quelles que soient leur morphologie et leur taille, et de pouvoir ainsi optimiser les paramètres du procédé afin

d'obtenir des motifs superficiels reproduisant aux mieux les détails de surface que l'on souhaite répliquer avec une résolution correcte.

Cet ensemble d'essais constitue une base expérimentale confortant les modélisations et les simulations numériques présentées dans les chapitres précédents.

CONCLUSION GENERALE ET PERSPECTIVES

CONCLUSIONS

L'objectif principal de ce travail est fondé sur une contribution à l'étude méthodologique, mécanique et numérique des différents paramètres influençant la qualité des composants et des microcomposants en matériau polymère obtenus par procédé de hot embossing.

A. *Sur un plan expérimental*, une caractérisation rhéologique et viscoélastique des polymères sélectionnés a été proposée afin de permettre d'étudier et d'appréhender leurs comportements rhéologiques dans la plage de mise en forme, lors de sollicitations quasi-statiques et dynamiques imposées. Pour cela, plusieurs polymères présentant des caractéristiques physiques et mécaniques différenciées ont été utilisés.

Dans une première partie, des mesures de T_g effectuées par calorimétrie différentielle à balayage (DSC) ont permis de connaître la limite de thermoformabilité de ces polymères par hot embossing et l'étude métrologique des indices de fluidité a révélé que la fluidité de ces polymères à faible taux de cisaillement représente elle aussi une valeur qualifiante.

Dans une seconde partie, la caractérisation mécanique de ces matériaux par essais de traction a été conduite afin d'évaluer les variations de comportement du polymère en fonction de la température. Ces résultats ont été ensuite retenus pour les simulations numériques. Des essais dynamiques complémentaires ont permis de quantifier pour ces matériaux, les grandeurs viscoélastiques conservatives et dissipatives en fonction de la température. Sur la base des résultats obtenus, il a pu être vérifié la validité du modèle (cf.chapitre.V).

Dans la troisième partie, l'étude rhéologique des polymères amorphes sélectionnés à une température très supérieure à T_g (230°C et plus) a été

réalisée et a permis de déterminer l'évolution de la viscosité en fonction du taux de cisaillement pour chaque polymère, et ce aux différentes températures retenues.

B. *Sur un plan analytique et numérique*, une modélisation du procédé de hot embossing prenant en compte le comportement rhéologique des polymères, la mécanique du contact ou la simulation numérique par éléments finis a été mise en oeuvre.

L'étude analytique modélisée du formage négatif des polymères par hot embossing permet de calculer le temps de remplissage et d'évaluer l'influence de chaque paramètre. De plus, l'étude de l'effet de la forme des cavités sur leur taux de remplissage a été mise en place. Il apparaît que la forme des cavités à volume de remplissage identique n'affecte pas le temps de remplissage final des cavités et ce quelle que soit leur forme. Il a été montré que la variation de la section des cavités lors d'un essai de compression modifie par contre le taux de remplissage.

Une analyse du *formage positif* des polymères fondée sur la mécanique du contact a été proposée. L'importance de la prise en compte des propriétés mécaniques des polymères retenus ainsi que les paramètres de mise en forme a été montrée et des études morphologiques ont permis de décrire les déformées obtenues sous différentes conditions de mise en forme.

Enfin, des *simulations numériques* du procédé de hot embossing fondées sur la méthode des éléments finis ont été présentées. L'utilisation du logiciel LsDyna[®] permet de tenir compte des paramètres importants liés au procédé tel que l'intervention de la thermique, de la mécanique avec des conditions initiales et limites imposées.

Dans un premier temps, l'étude a consisté à reproduire le comportement uni-axial du matériau COC 5013 sous des conditions expérimentales diverses et les simulations ont été conduites jusqu'à rupture de l'éprouvette

de traction. Elles ont confirmé que les profils contraintes/déformations et la striction sont correctement reproduits et modélisés.

Dans un second temps, des simulations numériques de l'estampage à chaud en tenant compte des conditions relatives au protocole expérimental retenu ont été proposées. Cette modélisation est réalisée en premier lieu, à volume constant sans cavité et validée expérimentalement en tenant en compte de la présence des cavités. Il apparaît que l'étape de remplissage des cavités par des polymères amorphes est primordiale. Dans un second temps, à pression constante, il a été mis en évidence la formation des bourrelets en fonction des conditions de mise en forme. Cette déformation étant fonction croissante du déplacement imposé.

Dans ce cadre, une étude expérimentale a été réalisée pour tester les matériaux lors d'un essai de compression à chaud via un protocole expérimental détaillé. Les mesures expérimentales réalisées ont permis :

- en ce qui concerne le cas du *formage négatif*, de prédire la sensibilité de l'écoulement aux paramètres inhérents aux matériaux. D'autre part, la modélisation a mis en évidence l'importance de la cinétique du mode d'écoulement de la matière en fonction de la présence ou non des cavités. De plus, des essais de validation ont été réalisés pour tenter de confronter les résultats théoriques avec les résultats expérimentaux obtenus pour différents grades de polymères. Les résultats sont en bon accord avec les observations expérimentales.
- en ce qui concerne le cas du *formage positif*, l'étude a montré que l'effet de la contrainte normale, ainsi que les propriétés mécaniques du substrat polymère sur la déformée de surface, sont prédominantes dans le cas de la mise en forme par hot embossing. Une bonne corrélation entre les modélisations et les résultats expérimentaux a été constatée. Globalement les résultats de la modélisation sont assez proches des mesures expérimentales puisque les évolutions des déformées de surface sont cohérentes avec l'expérience.

C. *Sur un plan comparatif*, la forme, la texture des microcomposants élaborés par hot embossing et micromoulage par injection ont été validés suivant trois études.

Une première étude expérimentale dédiée au procédé de hot embossing a révélé l'existence de défauts dans des répliques liés à la déflexion des plaques de polymères dans certaines conditions expérimentales. Des mesures par Microscopie Mécanique à Balayage (MMB) de la déflexion plane ont permis de constater la disparition de ce phénomène avec la diminution de la température de démoulage. Ce fait s'explique en faisant intervenir la relaxation des contraintes élastiques emmagasinées dans le polymère lors de la mise en forme.

Une deuxième partie expérimentale dédiée au procédé de micro moulage par injection a permis d'une part la conception, l'instrumentation et la réalisation d'un moule multi empreintes et d'autre part, la réalisation de moulage d'une micro roue dentée afin de connaître les différents paramètres du procédé et d'analyser la qualité des répliques obtenues par ce procédé. Les paramètres de micro moulage de la roue dentée retenus sont les mêmes que ceux sélectionnés pour le moulage des empreintes de dureté Vickers ou des rainures circulaires usinées par UGV.

Une troisième partie expérimentale dédiée à une comparaison entre ce procédé et le hot embossing a montré que le procédé de hot embossing apparaît comme une technique de prototypage performante pour réaliser les composants de taille micrométrique voire nanométrique et ce via une analyse métrologique de la reproductibilité des aspects de surface. Ces résultats ont permis de mieux comprendre la mise en forme des motifs quelles que soient leur morphologie et leur taille et de pouvoir ainsi optimiser les paramètres du procédé afin d'obtenir des motifs superficiels reproduisant aux mieux les dénivelées de surface que l'on désire répliquer avec bonne résolution spatiale et verticale.

D. Cet ensemble d'essais constitue une base expérimentale confortant les modélisations et les simulations numériques présentées. Toutefois, un certain nombre de *limites des simulations proposées* ont été mises en évidence.

La première remarque est liée aux modèles utilisés pour décrire les courbes contrainte/déformation/température des matériaux et au fait qu'il soit possible que cette dernière ne soit pas correctement prédite par les modèles de loi de comportement retenus dans les travaux présentés.

La deuxième est liée à la thermique qui n'a pas été prise en compte dans notre approche. Il est donc indispensable d'apporter de nombreuses améliorations si l'on désire proposer une modélisation correcte du procédé dans son ensemble.

La troisième est liée aux échanges thermiques intervenant entre plateaux rigides et disque polymère pendant et durant la mise en forme par hot embossing. La quatrième est liée à la non disponibilité d'une loi de comportement qui tienne compte simultanément du thermique et de l'hyperélasticité caoutchoutique des polymères dans le code de calcul LsDyna®.

PERSPECTIVES

Les perspectives technologiques associées à ce travail sont importantes et le chapitre consacré à la comparaison entre le procédé hot embossing et la micro injection montre par exemple les potentialités et les complémentarités des deux procédés. De fait le hot embossing permet de réaliser de façon simple et économe des composants, avec des outillages.

Sur ces bases des applications ont pu déjà être envisagées. L'une concernent la réalisation de microcomposants avec information signalétique dans le domaine sécuritaire [181], et l'autre est ciblée vers des applications dédiées à des composants médicaux de soins de plaies.

Dans *la première application*, les pigments sélectionnés sont de type chromo-actifs. Ce terme incluant préférentiellement les pigments phosphorescents bien que des exemples aient dans nos travaux été conduits aussi à l'aide de pigments thermochromes que de pigments iridescents.

Les pigments phosphorescents à la base des applications sont utilisés soit à l'état naturel soit à l'état de ``masterbatch`` dans des matériaux compatibles avec le

matériau du substrat sélectionnés pour les applications c'est-à-dire PMMA, COC et COP.

Dans ce cadre un moule avec plaques intercalaires interchangeables a été mis en place. Via différents protocoles il a été possible de réaliser :

- sans plaques intercalaires des vignettes de pommeaux de changement de vitesses photoluminescentes de forme elliptique (cf.fig1)



FIGURE 1 : Réalisation par procédé de hot embossing d'une vignette de pommeaux à propriétés luminescents.

- Avec intervention de plaques intercalaires de structures présentant des effets lumineux localisées (cf.fig.2).



FIGURE 2 : Réalisation par procédé de hot embossing d'un composant à propriétés luminescentes localisées.

Le procédé retenu se réalise en plusieurs étapes tenant compte du fait que les pigments sont à positionner dans des cavités.

Le premier procédé consiste à obtenir en première étape un substrat d'épaisseur homogène lors d'une opération de hot embossing. En seconde étape, l'adhérence des pigments ou des granulats contenus dans une ou plusieurs cavités du moule viennent se coller lors de la fusion des matériaux sur le substrat créant un micro relief sur celui-ci.

En d'autres termes, des composants en bi-matière sont tels que la forme finale présente la partie chromo-active en relief (cf.fig.3) via la maîtrise d'un procédé de formage négatif.

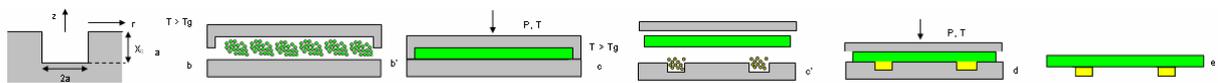


FIGURE 3 : Représentation schématique des différentes étapes du procédé de fabrication par hot embossing de structure à propriétés luminescentes localisées.

Le second procédé se réalise en trois étapes. La première consiste à obtenir comme précédemment un substrat dans lequel les cavités à remplir sont cette fois-ci élaborées par formage positif. Les pastilles phosphorescentes à incorporer sont obtenues par formage négatif.

En final l'assemblage se réalise par hot embossing en dessous de la température de transition vitreuse des polymères (cf.fig.4)

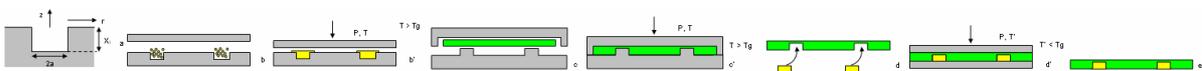


FIGURE 4 : Représentation schématique des différentes étapes du procédé de fabrication par hot embossing de structure à propriétés luminescentes localisées.

Dans *la seconde application* fondée sur la biotolérance, la réalisation de surfaces grainées présentant des reliefs proches soit de la peau saine soit de la peau lésée et ce par formage positif ou négatif est mis en œuvre. Un exemple de ces substrats concernant les patches ou les pansements est en fonction des reliefs à reproduire caractérisées par des zones en creux ou des zones en relief montré sur la figure 5.

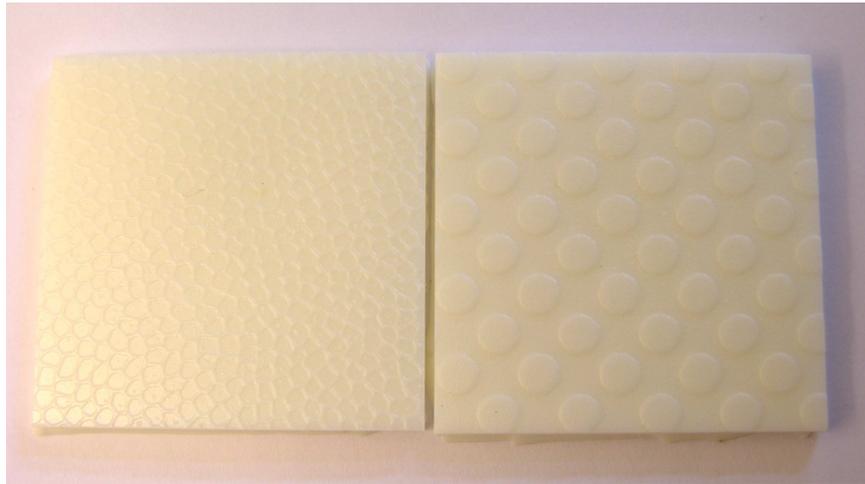


FIGURE 5 : Répliques par procédé de hot embossing de dénivelée de surface de surface en creux ou en relief.

La difficulté étant liée à l'obtention d'un moule reproduisant la topographie cutanée dont le relief est réalisé soit par gravage chimique soit par gravage laser. Ce sujet étant en cours de développement avec la société URGO [182].

L'introduction du procédé de hot embossing est lié non seulement à la reproduction des reliefs mais aussi à la possibilité d'incorporer des principes actifs dans les substrats via le procédé de hot embossing présentant un relief en adéquation avec le relief cutané. Les cinétique de libération du principe actif permettant de contrôler l'efficacité de l'incorporation.

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- [1] **Becker H. And Locascio L. E.**, Polymer microfluidic devices, *Talanta*, Vol. 56, 2002, pp. 267-287. ,
- [2] **Russo A.P., Apoga D., Dowell N., Shain W., Turner A.M.P., Craighead H.G., Hoch H.C. and Turner J.N.**, Microfabricated plastic devices from silicon using soft intermediates, *Biomed. Microdevices*, Vol. 4, 2002, pp. 277–283.
- [3] **Koerner T., Brown L., Xie R. and Oleschuk R. D.**, Epoxy resins as stamps for hot embossing of microstructures and microfluidic channels, *Sensors and Actuators B*, Vol. 107, 2005, pp. 632–639.
- [4] **Yu Chuan S., Jatan S. and Liwei L.**, Implementation and analysis of polymeric microstructure replication by micro injection molding, *J. Micromech. Microeng.*, Vol. 14, 2004, pp. 415–422.
- [5] **Piotter V., Hanemann T., Ruprecht R. and Hausselt J.**, Injection molding and related techniques for fabrication of microstructures, *Microsyst. Technol.*, Vol. 3, 1997, pp. 129-133.
- [6] **Yang S.Y. and Lien L.**, Experimental study on injection compression molding of cylindrical parts, *Adv. Polym. Process.* Vol. 15, 1996, pp. 205-231.
- [7] **Truckenmüller R., Rummler Z., Schaller T. And W.K. Schomburg**, Low-cost thermoforming of micro fluidic analysis chips, *J. Micromech. Microeng.*, Vol. 12, 2002, pp. 375-379.
- [8] **McDonald J. C., Duffy D. C., Anderson J. R., Chiu D. T., Wu H., Schueller O. J. A. and Whitesides G.M.**, Fabrication of microfluidic systems in poly(dimethylsiloxane), *Electrophoresis*, Vol. 21, 2000, pp. 27-40.
- [9] **Sha B., Dimov S., Griffiths C. and Packianather M.S.**, Investigation of micro-injection moulding: Factors affecting the replication quality, *Journal of Materials Processing Technology*, Vol. 183, 2007, pp. 284-296.
- [10] **Giboz J., Copponne C. and Mélé P.**, Microinjection molding of thermoplastic polymers, *Journal of Micromechanics and Microengineering*, Vol.17, 2007, pp. 96-109
- [11] **Heckele M. and Schomburg W.K.**, Review on micro-molding of thermoplastic polymers, *Journal of Micromechanics and Microengineering*. Vol. 14, 2004, pp. 1–14.

- [12] **Chen R.H. and Lan C.L.**, Fabrication of high aspect ratio ceramic microstructures by injection molding with the altered lost mold technique, *J. Microelectromech. Syst.* Vol. 10, 2001, pp. 62–68.
- [13] **Wilbur J., Kuman A., Biebuyck H., Kim E. and Whitesides G.**, Microcontact printing of self-assembled monolayer: applications in microfabrication, *Nanotechnology*, Vol. 7, 1996, pp. 452–457.
- [14] **Unger M.A., Chou H.P., Thorsen T., Scherer A. and Quake S.R.**, Monolithic microfabricated valves and pumps by multilayer soft lithography, *Science* 288, Vol. 7, 2000, pp. 113–116.
- [15] **DeBusschere B.D., Borkholder D.A. and Kovacs G.T.A.**, Design of an integrated silicon-PDMS cell cartridge, *Proc. IEEE*, 1998, pp. 358–362.
- [16] **Liu R.H., Stremmer M.A., Sharp K.V., Olsen M.G., Santiago J.G., Adrian R.J., Aref H. and Beebe D.J.**, Passive mixing in a three-dimensional serpentine microchannel, *Journal of Microelectromechanical Systems*, Vol.9, No.2, 2000, pp.190-197
- [17] **Jo B.H., Van Lerberghe L.M., Motsegood K.M. and Beebe D.J.**, Three-dimensional micro-channel fabrication in polydimethylsiloxane (PDMS) elastomer, *J. Microelectromech. Systems* 9 1, 2000, pp. 76–81.
- [18] **Hirai Y., Harada S., Isaka S., Kobayashi M., and Tanaka Y.**, Imprinting lithography using replicated mold by Ni electroplating, *Jpn. J. Appl. Phys.* Vol. 41, 2002, pp. 4186–4189.
- [19] **Baba A., Hizukuri M., Iwamoto M., and Asano T.**, Fabrication of carbon-based field emitters using stamp technology, *Jpn. J. Appl. Phys.* Vol. 38, 1999, pp. 7203–7207.
- [20] **Becker H. and Heim U.**, Silicon as tool material for polymer hot embossing, *Proceedings of the MEMS'99 Orlando*, 1999, pp. 228–232.
- [21] **Guo L.J. and Phys J.**, Topical Review: Recent progress in nanoimprint technology and its applications, *J. Phys. D: Appl. Phys.* Vol. 37 (11), 2004, pp. 123-141.
- [22] **Studer V., Pepin A. and Chen Y.**, Nanoembossing of thermoplastic polymers for microfluidic applications, *Appl. Phys. Lett.*, Vol. 80 (19), 2002, pp. 3614-3616.
- [23] **Schiff H., Heyderman L.J., Auf der Maur M., Gobrecht J.**, Pattern formation in hot embossing of thin polymer, *Nanotechnology*, Vol. 12, 2001, pp. 173–177.

- [24] **Heckele M., Bacher W. and Muller K.D.**, Hot embossing - the molding technique for plastic microstructures, *Microsystem Technologies*, 1998, pp122-124.
- [25] **Becker H. and Gartner C.**, Polymer based micro-reactors, *J. Mol. Biotechnol.* Vol. 82, 2001, pp. 89–99.
- [26] **Scheer H.-C. and Schulz H.** , Contribution of the flow behaviour of thin polymer films during hot embossing lithography, *Microelectron.Eng.*,56, 2001, pp. 311-332.
- [27] **Harry D Rowland and William P King.**, Polymer deformation and filling modes during microembossing, *Micromech. Microeng.*,Vol.14, 2004, pp.1625-1632.
- [28] **Schulz H., Wissen M. and Scheer H.-C.**, Local mass transport and its effect on global pattern replication during hot embossing, *Microelectronic Engineering*, 2003, pp. 67-68.
- [29] **Becker H. and Heim U.**, Hot embossing as a method for the fabrication of polymer high aspect ratio structures, *Sensors and Actuators* Vol. 83, 2000, pp. 130–135
- [30] **Bogdanski N., Schulz H., Wissen M., Scheer H.-C., Zajadacz J. and Zimmer K.**, 3D-Hot embossing of undercut structures – an approach to micro-zippers, *Microelectronic Engineering*, Vol. 73–74, 2004, pp. 190–195.
- [31] **Schift H., David C., Gabriel M., Gobrecht J., Heyderman L. J., Kaiser W., Köppel S. and Scandella L.**, Nanoreplication in polymers using hot embossing and injection molding, *Microelectronic Engineering*, Vol. 53, 2000, pp. 171-174.
- [32] **Baker A.-M.M., Mead J.**, Thermoplastics, in *Modern plastics handbook*. Ed., by Harper Ch.A. McGraw-Hill, New York, 2000, pp. 1-92.
- [33] **Barnes H.A., Hutton J. F. and Walters K.**, *An Introduction to Rheology*, Elsevier Science Publishers B.V, New York, 1989.
- [34] **Bird, R. B., R. C. Armstrong and O. Hassager**, *Dynamics of Polymeric Liquids, Fluid Mechanics*, Vol. 1, Wiley, New-York, 1987.
- [35] **Carreau P. J.**, Rheological equations from molecular network theories, *Trans. Soc. Rheol.*, vol. 16, 1972, pp. 99-127.
- [36] **Ostwald, W.**, About the rate function of the viscosity of dispersed systems, Vol. 36, 1925, pp. 99–117.
- [37] **F. Johannaber**, *Injection molding machine: a user's guide*, Engineering for Injection Molding, Hanser, 1983, pp. 198–202.

- [38] **Barriere T.**, Expérimentation, Modélisation et Simulation Numérique du Moulage par Injection de Poudres Métalliques, Thèse de doctorat, Université de Franche-Comté, 2000.
- [39] **Luisa Alexandra Rocha da silva**, Viscoelastic Compressible Flow and Applications in 3D Injection Molding Simulation, Thèse de doctorat, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris, 2004.
- [40] **Kalima V., Pietarinen J., Siitonen S., Immonen J., Suvanto M., Kuittinen M., Mönkkönen K. and Pakkanen T.T.**, Transparent thermoplastics: Replication of diffractive optical elements using micro-injection molding, *Optical Materials*, Vol. 30, 2007, pp.285–291.
- [41] **Sha B., Dimov S.S., Pham D.T. and Griffiths C.A.**, Study of Factors Affecting Aspect Ratios Achievable in Micro-injection Moulding, 1st Int. Conf. on Multi-Material Micro Manufacture (4M), Proc. W. Menz et S. Dimov (Eds.), Elsevier, 2005, pp. 107-110.
- [42] **Kubla C.**, micro-injection moulding, *International Journal of forming processes*, Vol. 4, 2001, pp. 253-267.
- [43] **Carvalho B., Schilling, E., Schmid, N., Kellog, G.**, Soft embossing of microfluidic devices, 7th Int. Conference on Miniaturized Chemical and Biochemical Analysis Systems, Squaw Valley, California, 2003.
- [44] **Chien R-D.**, Micromolding of biochip devices designed with microchannels, *Sensors and Actuators A128*, 2006, pp. 238-247.
- [45] **Studer V., Pepin A. and Chen Y.**, Nanoembossing of thermoplastic polymers for microfluidic applications, *Appl. Phys. Lett.*, 80 (19), 2002, pp. 3614-3616.
- [46] **Schiff H., Jaszewski R., David C., Gobrecht J.**, Nanostructuring of polymers and fabrication of interdigitated electrodes by hot embossing lithography, *Microelectronic Engineering*, Vol. 46,1999, pp. 121- 124.
- [47] **Chou S. Y., Krauss P. R., Zhang W., Guo L., and Zhuang L.**, Sub-10 nm imprint lithography and applications, *J. Vac. Sci. Technol.* Vol. 15, 1997, pp. 2897-2904.
- [48] **Narasimhan J, Papautsky I.**, Polymer embossing tools for rapid prototyping of plastic microfluidic devices, *J. Micromech Microeng*, Vol. 14, 2004, pp. 96–103.
- [49] **Rotting O., Ropke H., Becker H. and Gartner C.**, Polymer microfabrication technologies, *Microsystems Technologies*, Vol. 8, 2002, pp. 32-36

- [50] **Hope P.S., Duckett R.A. and Ward I.M.**, Effect of free monomer content on the drawing behavior of poly(methyl methacrylate), *J. Appl. Poly. Sci.* Vol.25, 1980, pp. 1373-1379.
- [51] **Hope P.S., Ward I.M. and Gibson A.G.**, The hydrostatic extrusion of polymethylmethacrylate. *J. Mat. Sci.* Vol. 15, 1980, pp. 2207-2220.
- [52] **G'sell C., Hiver J.M., Dahoun A. and Souahi A.**, Video-controlled tensile testing of polymers and metals beyond the necking point. *J. Mater. Sci.*, Vol. 27, 1992, pp. 5031-5039.
- [53] **Arruda E.M. and Boyce M.C.**, Effects of strain rate, temperature and thermomechanical coupling on the finite strain deformation of glassy polymers. *Mechanics of Materials*, Vol. 19, 1995, pp. 193–212.
- [54] **Ferry J.D.**, Viscoelasticity properties of polymers, 3rd ed. John Wiley, New York, 1980.
- [55] **Carrot C. et Guillet J.**, Viscoélasticité linéaire des polymères fondus, *Technique de l'ingénieur*, vol. AM3 620, 1999.
- [56] **Tschoegl N.W.**, The phenomenological theory of linear viscoelasticity behavior, An Introduction, Springer, Berlin, Heidelberg, New York, 1989.
- [57] **Huynh A., Argoul P., Point N. et Dion J.L.**, Modèles rhéologiques utilisant les dérivées fractionnaires pour les matériaux viscoélastiques linéaires. Application à l'identification du comportement d'élastomères. 13^{ème} Colloque Vibrations, Chocs et Bruit, Lyon, 2002.
- [58] **Martinon P.**, Caractéristiques des élastomères, *Techniques de l'Ingénieur*, 1998, vol. Traité Constantes Physico-chimiques (K380).
- [59] **Sperling L.H.**, Introduction to physical polymer science, 2nd ed., Wiley, New York, 1992.
- [60] **Beda T.**, Module complexe des matériaux viscoélastiques par essais dynamiques sur tiges - petites et grandes déformations, thèse de doctorat, CNAM Paris, 1990.
- [61] **Aklonis J.J. and Macknight W.J.**, Introduction to polymer viscoelasticity, 2nd ed., John Wiley, New York, 1983.
- [62] **Christensen R.M.**, Theory of viscoelasticity: An introduction, 2nd ed., Academic Press., New York, 1982.
- [63] **MAY J.F.**, Viscoélasticité des polymères à l'état fondu. Rhéométrie en régime dynamique, *Technique d'ingénieur*, vol. AM3 N°A3617 , 1985.

- [64] **Etienne S., et David L.**, Introduction à la physique des polymères, Dunod ed., Lyon, 2002, pp. 312.
- [65] **Kameoka J., Craighead H.G., Zhang H., and Henion J.**, A polymeric microfluidic chip for CE/MS determination of small molecules. *Anal. Chem.*, Vol. 73, 2001, pp. 1935-1941.
- [66] **Koh C.G., Tan W., Zhao M.Q., Ricco A.J. and Fan Z.H.**, Integrating polymerase chain reaction, valving, and electrophoresis in a plastic device for bacterial detection, *Anal. Chem.* Vol. 75, 2003, pp. 4591–4598.
- [67] **Bundgaard F. , Nielsen D., Shi P., Perozziello G., Kristensen K., and Geschke O.**, Cyclic olefin copolymer (COC/Topas®) - an exceptional material for exceptional lab on a chip systems, *Proceedings of MicroTAS, Sweden, Proc. 8th Int. Conf. on Miniaturized Systems for Chemistry and Life Sciences*, 2004, pp. pp. 372-374.
- [68] **Huang W.J. and Cahng F.C.**, Physical aging of cyclo olefin copolymer (COC), *Journal of polymer research*, Vol. 10, 2003, pp. 195-200.
- [69] **Ticona: Topas® - Thermoplastic Olefin Copolymer of Amorphous Structure (COC)**, Ticona Product Brochure, 2000, pp. 1-20.
- [70] **Zeon: Zeonex® - Engineering thermoplastics, Overview**, Vol. 2, pp. 307-328.
- [71] **Payne A. R.**, Shape factors and functions in rubber engineering. *The engineer*, vol. 207, pp. 368-370, 1959.
- [72] **Bird R. B., Armstrong R. C. and Hassager O.**, Dynamics of polymeric liquids, Vol. I, *Fluid Mechanics*, 2nd edition, John Wiley and Sons, New York, 1987.
- [73] **Barnes H. A., Hutton J.F. and Walters K.**, an introduction to rheology, Elsevier, Amsterdam 1989, pp. 13, 56, 105.
- [74] **Ferguson J., and Kemblowski Z.**, *Applied Fluid Rheology*, Elsevier Applied Science, 1991, pp. 323.
- [75] **Couarraze G., and Grossiord J. L.**, *Initiation à la rhéologie*, 3^{ème} éd., Tec & Doc Lavoisier, 2000, pp. 300.
- [76] **Midoux N.**, *Mécanique et rhéologie des fluides en génie chimique. Technique et documentation (Lavoisier)*, 2^{ème} éd., 1988, p. 513.
- [77] **Barnes H.A., Hutton J. F. and Walters K.**, *An Introduction to Rheology*, Elsevier Science Publishers B.V, New York, Vol. 3, 1989, pp. 119.

- [78] **Agassant J-F., Avenas P., Sergent J-P., Vergnes B. et Vincent M.**, La mise en forme des matières plastique, 3^{ème} ed., Lavoisier TEC&DOC, Vol. 3, 1996.
- [79] **Trotignon J-P, Verdu J., Dobrazinski A. and Piperaud M.**, Matières plastiques, Structures-propriétés, mise en œuvre, normalisation, ed. Nathan, 1998.
- [80] **Chrétien G.**, Initiation aux plastiques et aux composites, ed. Lavoisier, Tec & Doc, 1990.
- [81] **McNaughton J.L. et Mortimer C.T.**, La calorimétrie différentielle à balayage, In IRS, Physical Chemistry, vol. 10, 1975, pp.1-44.
- [82] **Tcharkhtchi A., Gouin E., Verdu J.**, Thermal expansion of epoxide-amine networks in the glassy state, Journal of Polymer Science : Part B : Polymer Physics, vol. 38, 2000, pp. 537-543.
- [83] **Leblanc J.L.**, Rhéologie expérimentale des polymères à l'état fondu, ed. Cebedoc, Liège, Belgium, 1974.
- [84] **Nielsen L.E.**, Polymer rheology, Ed. Marcel Dekker Inc, Ney Work, 1977.
- [85] **Cogswell F.N.**, Polymer melt rheology: A Guide for Industrial Practices, ed. Woodhead publishing Limited, Cambridge (1994).
- [86] **Afio A.**, Contribution expérimentale à la rhéologie des polymères en vue d'applications pratiques et industrielles, Thèse de doctorat, Université de Franche-Comté, 2001.
- [87] **Scott J-R.**, Theory and Application of the Parallel-Plate Plastimeter, Trans. Inst. Rubber Ind., Vol. 7, pp. 169 - 186.
- [88] **Lipscomb G. G., Denn M. M.**, Flow of Bingham fluids in complex geometries, J Non-Newtonian Fluid Mech. Vol. 14, 1984, pp. 337 – 346.
- [89] **Covey G. H. and Stanmore B. R.**, Use of the parallel-plate plastometer for the characterization of viscous fluids with a yield stress, J. Non-Newton, Fluid Mech., Vol. 8, 1981, pp. 249-260.
- [90] **Bird R. B., Armstrong R. C. and Hassager O.**, Dynamics of Polymeric Liquids, Wiley, New York, 1977, pp. 19 - 21.
- [91] **Sherwood J. D., Meeten G. H., Farrow C. A. and Alderman N. J.**, Squeeze-film rheometry of non-uniform mudcakes, J Non-Newtonian Fluid Mech, Vol. 39, 1991, pp. 311-334.

- [92] **Winther G., Almdal K. and Kramer O.**, Determination of polymer melt viscosity by squeezing flow with constant plate velocity, *J. Non-Newtonian, Fluid Mech.*, Vol. 39, 1991, pp. 119 – 136.
- [93] **Adams M. J., Edmondson B., Caughey D. G., and Yahya R.**, An experimental and theoretical study of the squeeze-film deformation and flow of elastoplastic fluids, *J. Non-Newton. Fluid Mech.*, Vol. 51, 1994, pp. 61-78.
- [94] **Stefan J.**, Versuche über die scheinbare Adhäsion, *Sitz. Kais. Akad. Wiss. Math. Nat. Wien* 69, 1874, pp. 713–735.
- [95] **Davis A-M. J. and Frenkel A. L.**, Cylindrical liquid bridges squeezed between parallel plates: exact Stokes flow solutions and hydrodynamic forces, *J. Phys Fluids A*, Vol 4, 1992, pp. 1105 - 1109.
- [96] **Smyaios D. N., Tsamopoulos J. A.**, Squeeze flow of Bingham plastics, *J. Non-Newtonian, Fluid Mech.*, Vol. 100, 2001, pp. 165-190.
- [97] **Sherwood J. D. and Durban D.**, Squeeze-flow of a Herschel-Bulkley fluid, *J. Non-Newtonian Fluid Mech.*, Vol.77, 1998, pp. 115-121.
- [98] **Phan-Thien N., Sugeng F. and Tanner R. I.**, The squeeze-film flow of a viscoelastic fluid, *J. Non-Newtonian, Fluid Mech.*, Vol. 24, 1987, pp. 97 - 119.
- [99] **Laun H. M., Rady M. and Hassager O.**, Analytical solutions for squeeze flow with partial wall slip, *J. Non-Newtonian, Fluid Mech.*, Vol. 81, 1999, pp. 1-15.
- [100] **Xu C. H., Huang W. B. and Xu Y.**, Squeeze flow of a second-order fluid between two parallel disks with wall slip, *Transactions of the CSAE*, Vol. 18, 2002, pp. 19-22.
- [101] **Engmann J., Servais C. and Burbidge A. S.**, Squeeze flow theory and applications to rheometry, *J. Non-Newton, Fluid Mech.*, Vol. 132, 2005, pp. 1–27.
- [102] **Meeten G. H.**, Squeeze flow between plane and spherical surfaces, *Rheol Acta* Vol. 40, 2000, pp. 279–288.
- [103] **Meeten G. H.**, Yield stress of structured fluids measured by squeeze flow, *Rheo. Acta*. Vol. 39, 2000, pp. 399–408.
- [104] **Tanner R. I.**, *Engineering Rheology*, Clarendon Press Oxford, New York, 1985 pp. 451.
- [105] **Yang F.**, Exact solution for compressive flow of viscoplastic fluids under perfect slip wall boundary conditions, *Rheol Acta*, Vol. 37, 1998, pp. 69 – 72.

- [106] **Barnes H. A.**, The yield stress-a review or pialphanutaualpha rhoepsiloniota-everything flows, *J. Non-Newtonian fluid mechanics*, Vol. 81, 1999, pp. 133-178.
- [107] **Dai G. and Bird R. B.**, Radial flow of a Bingham fluid between two circular disks, *J. Non-Newton, Fluid Mech.*, Vol. 8, 1981, pp. 349-355.
- [108] **Covey G. H. and Stanmore B. R.**, Use of the parallel-plate plastometer for the characterization of viscous fluids with a yield stress, *J. Non-Newton, Fluid Mech.*, Vol. 8, 1981, pp. 249-260.
- [109] **Johnson W. W. and Mangkoesoebroto S.**, Analysis of lubrication theory for the power-law fluid, *ASME J. Tribol.*, Vol. 115, 1993, pp. 71-77.
- [110] **Lipscomb G. G. and Denn M. M.**, Flow of Bingham fluid in complex geometries, *J. Non-Newton, Fluid Mech.*, Vol. 14, 1984, pp. 337-349.
- [111] **Walicka A. and Walicki E.**, Integral approaches for the flow of a power-law fluid in a slot between fixed surfaces of revolution, *Acta Technica, Acad. Sci. Hung.*, Vol. 105, 1993, pp. 357-371.
- [112] **Walicka A., Walicki E. and Rupinski D.**, Effect of viscoplastic lubricant inertia on squeeze film in curvilinear thrust bearing, 4^{eme} Congrès AIMETA de Tribologie, Italie, 1996, pp. 91-97.
- [113] **Adams M. J., Edmondson B., Caughey D. G. and Yahya R.**, An experimental and theoretical study of the squeeze-film deformation and flow of elastoplastic fluids, *J. Non-Newton, Fluid Mech.*, Vol. 51, 1994, pp. 61-78.
- [114] **Elkouch A. F.**, Fluid inertia effect in non-Newtonian squeeze films, *ASME J. Lubricat, Technol.*, Vol. 98, 1976, pp. 409-411.
- [115] **Shukla J. B., Prasad K. R. and P. Chandra**, Effects of consistency variation of power-law lubricant in squeeze films, *Wear*, Vol. 76, 1982, pp. 299-319.
- [116] **Walicka A., Walicki E. and Rupinski D.**, Integral approaches for the pressure distribution of power-law fluid in a curvilinear bearing with squeeze film, *Proc. of 3rd Conf. Problems of Nonconventional Bearing Systems*, Lodz, Poland, 1997, pp. 118-124.
- [117] **Walicki E. and Walicka A.**, Squeeze flows of viscoplastic fluids, XX Symposium on Rheology of RAS, Russia, 2000, pp. 201-202.
- [118] **Adams M. J., Briscoe B. J. and Kamjab M.**, The deformation and flow of highly concentrated dispersions, *Adv Colloid Interface*, Vol. 44, 1993, pp. 143-182.

- [119] **Adams M. J., Briscoe B. J., Corfield G. M. and Lawrence C. J.**, The wall yield of rate-dependent materials, Adams MJ, Mashelkar RA, Pearson JRA, Rennie AR (eds.), Dynamics of complex fluids, Imperial College and The Royal Society, London, 1998, Chap 28.
- [120] **Adams M. J., Briscoe B. J., Kothari D. and Lawrence C. J.**, Strain localisation during the axisymmetric squeeze flow of a plate, Adams MJ, Mashelkar RA, Pearson JRA, Rennie AR (eds.), Dynamics of complex fluids, Imperial College and The Royal Society, London, 1998, Chap 29.
- [121] **Denn M. M.**, Are plug flow regions possible in fluids exhibiting yield stress, Adams MJ, Mashelkar RA, Pearson JRA, Rennie AR (eds.), Dynamics of complex fluids, Imperial College and The Royal Society, London, 1998, chap 26.
- [122] **Hoffner B., Gerhards C. and Peleg M.**, Imperfect lubricated squeezing flow viscometry for foods. Rheol Acta, Vol. 36, 1997, pp. 686-693.
- [123] **Lawrence C. J. and Corfield G. M.**, Non-viscometric flow of viscoplastic materials: squeeze flow, Adams MJ, Mashelkar RA, Pearson JRA, Rennie AR (eds.), Dynamics of complex fluids, Imperial College and The Royal Society, London, 1998, chap 27.
- [124] **Oliver D. R. and Huang X.**, Squeeze film testing of ceramic pastes, Brit Ceram, Vol. 99, 2000, pp. 101-108.
- [125] **Wilson SDR.**, A note on the thin-layer theory for Bingham plastics, J. Non-Newtonian, Fluid Mech., Vol. 85, 1999, pp. 29-33.
- [126] **Adams M. J. and Edmondson B.**, Forces between particles in continuous and discrete liquid media, B J Briscoe, M J Adams Eds., Tribology in Particulate Technology, 1987, pp. 154-72.
- [127] **Sahli M., Roques-Carmes C., Duffait R. and Khan Malek C.**, Study of the rheological properties of poly(methylmethacrylate) (PMMA) and cyclo-olefin-copolymer (COC) to optimize the hot-embossing process, 1st Int. Conf. on Multi-Material Micro Manufacture (4M), Proc. W. Menz et S. Dimov (Eds.), Elsevier, 2005, pp. 83-86
- [128] **Sahli M., Roques-Carmes C., Khan Malek C. and Gelin J. C.**, Flow modelling of polymers for describing the filling of microcavities by the hot embossing technique, International Polymer Processing, submitted the 27 august 2007.

- [129] **Sahli M., Roques-Carmes C., Khan Malek C., Barrière T. and Gelin J. C.**, Modelling the flow of a thermoplastic polymer to describe the filling of a cylindrical micro-cavity in the hot embossing process, 9th International ESAFORM Conference on Material Forming, Proc. N. Juster et A. Rosochowski (Ed.), 2006, pp. 563-566
- [130] **Sahli M., Roques-Carmes C., Khan Malek C. and Gelin J. C.**, Modelling of the filling of microcavities of simple geometry by amorphous polymers using hot embossing, 7th International Workshop on High-Aspect-Ratio Micro-Structure Technology (HARMST), 2007.
- [131] **Sahli M., Millot C., Roques-Carmes C., Khan Malek C., Gelin J. C., and Barrière T.**, Using Scanning Mechanical Microscopy for the replication quality of micro-structuring polymer subjected to hot embossing and micro-injection moulding, Polymer Engineering and Science, submitted on 26 June 2007.
- [132] **Sahli M., Roques-Carmes C., Khan Malek C. et Gelin J. C.**, Influence dans le procédé de hot embossing des propriétés rhéologiques des polymères, 18^{ème} Congrès Français de mécanique (CFM), CDROM 6 pages, Réf 514, Grenoble, 2007.
- [133] **Hills D. A., Nowell D. and Sckfield A.**, Mechanics of elastic contacts, Butterworth Heinemann Ltd., Oxford, 1993.
- [134] **Johnson K.L.**, Contact Mechanics, Cambridge University Press, Cambridge 1985, pp. 192.
- [135] **François D., Pineau A. and Zaoui A.**, Comportement mécanique des matériaux : viscoplasticité, endommagement, mécanique de la rupture, mécanique de contact, ed. Hermès, Paris, 1993, pp. 399-452.
- [136] **Qasmi M.**, La nanoindentation simulée par la méthode des éléments finis associée aux algorithmes d'analyse inverse, un outil pour accéder aux propriétés mécaniques locales des matériaux. Quelques applications, Thèse de doctorat, Université de Franche-Comté, 2005.
- [137] **Budynas RG.**, Advanced strength and applied stress analysis, McGraw-Hill, 1999, pp. 358-361.
- [138] **Becker H. and Gärtner C.**, Polymer microfabrication methods for microfluidic analytical applications, Electrophoresis 21, 2000, pp. 12-26.

- [139] **Becker H., Gärtner C.**, Microreplication technologies for polymer-based μ -TAS applications, R.E. Oosterbroek, A. van den Berg (Eds.), Lab-on-a-Chip, Elsevier B.V, Amsterdam, The Netherlands, 2003, pp. 21-35.
- [140] **Becker H., Dietz W.**, Microfluidic devices for μ -TAS applications fabricated by polymer hot embossing, Processing SPIE 3515, 1998, pp. 177-182.
- [141] **Becker, H., Heim, U., Roetting, O.**, The fabrication of polymer high aspect ratio structures with hot embossing for microfluidic applications. SPIE 1999, pp. 74-79
- [142] **Hertz H.**, On the Contact of Elastic Solids, J. Reine Angew, vol 92, 1882, pp. 156-171.
- [143] **Zambelli G. et Vincent L.**, Matériaux et contacts, une approche tribologique, presses polytechniques et universitaires romandes, chapitre 5, 1998, pp. 55-72.
- [144] **Sahli M., Millot C., Roques-Carmes C., Khan Malek C., and Gelin J. C.**, Experimental qualification and profile modelling of cavities filling”, 10th International ESAFORM Conference on Material Forming, 10th International ESAFORM Conference on Material Forming, AIP Conf. Proc. 907, 2007, pp. 927-933.
- [145] **Scheer H.-C, Schulz H.**, A contribution to the flow behaviour of thin polymer films during hot embossing lithography, Microelectronic Engineering, Vol. 56, 2001, pp. 311-332.
- [146] **Juang Y.J., Lee L.J. and Koelling K.W.**, Hot embossing in microfabrication, Part I. Experimental, Polym. Eng. Sci. Vol. 42, 2002, pp. 539-550.
- [147] **Schulz H., Wissen M. and Scheer H.-C.**, Local mass transport and its effect on global pattern replication during hot embossing, Microelectron. Eng., Vol. 67-68, 2003, pp. 657-663.
- [148] **Juang Y. J., Lee L. J. and Koelling K. W.**, Hot embossing in microfabrication. Part II: Rheological characterization and process analysis. Polymer Eng. Sci., Vol 42, 2002, pp. 551-566.
- [149] **Hirai Y., Fujiwara M., Okuno T. and Tanaka Y.**, Study of the resist deformation in nanoimprint lithography, J. Vac. Sci. Technol. Vol. 19, 2001, pp. 2811-2815.

- [150] **Hirai Y., Yoshida S. and Takagi N.**, Defect analysis in thermal nanoimprint lithography, *J. Vac. Sci. Technol.* Vol. 21, 2003, pp. 2765-2770.
- [151] **Young W-B.**, Analysis of the nanoimprint lithography with a viscous model, *Microelectronic Engineering*, Vol. 77, 2005, pp. 405-411.
- [152] **Mohamed K., Alkaisi M.M., Smaill J.**, Resist deformation at low temperature in nanoimprint lithography, *Current Applied Physics*, Vol. 6, 2006, pp.486-490.
- [153] **Heyderman L.J., Schiff H., David C., Gobrecht J. and Schweizer T.**, Flow behaviour of thin polymer films used for hot embossing lithography, *Microelectronic Engineering*, Vol. 54, 2000, pp. 229-245.
- [154] **Treolar, L. G.**, The mechanics of rubber elasticity, *J. Polym. Sci., Polymer Symposium.*, Vol 48, 1974, pp. 107-123.
- [155] **Ogden R.W.**, Large deformation isotropic elasticity: on the correlation of theory and experiment for compressible rubberlike solids, *Processing of the Royal Society of London Academy*, Vol. 326, 1972, pp. 565-584.
- [156] **Ogden.R.W**, Non-linear elastic deformation, Ellis Horwood Limited, Chichester, U.K., and John Wiley and Sons, Chichester, U.K.1984
- [157] **Ogden R.W.**, Volume changes associated with the deformation of rubber-like solids, *J. Mech. Phys. Solids*, Vol. 24, 1976, pp. 323-338.
- [158] **Ogden R.W.**, Nearly isochoric elastic deformations: application to rubberlike solids, *J. Mech. Phys. Solids*, Vol. 26, 1978, pp. 37-57.
- [159] **Ogden R.W. and Roxburgh D.G.**, A pseudo-elastic model for the Mullins effect in filled rubber, *Proc. R. Soc. Lond. A* Vol. 455, 1999, pp. 12861-12878.
- [160] **Mills N.J. and Zhu H.X.**, The high strain compression of closed-cell polymer foams, *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, Vol. 47, 1999, pp. 669-695.
- [161] **Sahli M., Roques-Carmes C., Gelin J. C. and Khan Malek C.**, Numerical simulation of the compression flow of a polymer disk for modelling hot embossing process, 3rd Int. Conf. on Multi-Material Micro Manufacture (4M), Bulgaria, 2007, pp. 229-232.
- [162] **Rowland D. and King W. P.**, Simulations of nonuniform embossing : the effect of asymmetric neighbour cavities on polymer flow during nanoimprint lithography, *J. Vac. Sci. Technol.* B23, 2005, pp. 2958-2962.
- [163] **Heckele M, Bacher W and Müller KD.**, Hot embossing - the molding technique for plastic microstructures, *Microsyst. Technol.* Vol. 4, 1998, pp. 122-124.

- [164] **Hanemann T., Hecke M. and Piotter V.**, Current status of micromolding technology, *Polym. News*, Vol. 25, 2000, pp. 224-229.
- [165] **McCormick R.M., Nelson R.J., Alonso-Amigo M.G., Benvegnu D.J. and Hopper H.H.**, Microchannel electrophoretic separations of DNA in injection-molded plastic substrates, *Ann. Chem.*, Vol. 69, 1997, pp. 2626-2630.
- [166] **Yu M-C, Young W-B and Hsu P-M**, Micro-injection molding with the infrared assisted mold heating system, *Materials Science and Engineering A* 460–461, 2007, pp. 288-295
- [167] **Griffiths C.A., Dimov S.S., Brousseau E.B. and Hoyle R.T.**, The effects of tool surface quality in micro-injection moulding, *Journal of Materials Processing Technology*, Vol. 189, 2007, pp. 418-427.
- [168] **Krauss P.R., Chou S.Y.**, Nano-compact disks with 400 Gbit/in² storage density fabricated using nanoimprint lithography and read with proximal probe, *Appl. Phys. Lett.*, Vol. 71, 1997, pp. 3174-3176
- [169] **Chui B.W., Stowe T.D., Yongho S.J., Goodson K.E., Kenny T.W., Manlin H.J., Terris B.D., Ried R.P. and Rugar, D.**, Low-stiffness silicon cantilevers with integrated heaters and piezoresistive sensors for high-density AFM thermomechanical data storage, *J. Microelectromechanical Systems (MEMS)*, Vol. 7, 1998, pp. 69-78.
- [170] **Jaszewski R.W., Schiff H., Gobrecht J. and Smith P.**, Hot embossing in polymers as a direct way to pattern resist, *Microelectronic Eng.* Vol. 41/42 , 1998, pp. 575-578.
- [171] **Chang C.-Y., Yang S.-Y., Huang L.-S. and Chang J.-H.**, Fabrication of plastic microlens array using gas-assisted micro-hot-embossing with a silicon mold, *Infrared Physics & Technology*, Vol. 48, 2006, pp. 163-1731
- [172] **Zhao J., Mayes R.H., Chen G., Xie H. and Chan P.S.**, Effects of process parameters on the molding process, *Polym. Eng. Sci.* Vol. 43, 2003, pp. 1542-1554.
- [173] **Chen S.C., Chang J.A., Chang Y.J. and Chau S.W.**, Micro injection molding of micro fluidic platform, *ANTEC*, Vol. 61, 2005, pp. 556–560.
- [174] **Yao D. and Kim B.**, Scaling issues in miniaturization of injection molded parts, *Manuf. Sci. Eng.*, Vol. 126, 2004, pp. 733–739.
- [175] **Millot C., Rémond G. and Roques-Carmes C.**, Contact area variation of pressure sensitive adhesive (PSA) as a function of aqueous environmental

- conditions, 11th International Conference on Metrology and Properties of Engineering Surfaces, Huddersfield, UK, 2007, pp.205-208.
- [176] **Quiniou J-F.**, Description et caractérisation de la topographie des surfaces à l'aide d'outils issus de la géométrie euclidienne et fractale, Thèse de doctorat, Université de Franche-Comté, 1995.
- [177] **Sahli M., Millot C., Roques-Carmes C., Khan Malek C. and Gelin J. C.**, On the use of hot embossing for the reproduction of the surface topography of mould microreliefs", 2nd Int. Conf. on Multi-Material Micro Manufacture (4M), Proc. W. Menz, S. Dimov and B. Fillon (Eds.). Elsevier,2006, pp. 293-296.
- [178] **Barriere T., Gelin J.C., Michel G., Sahli M. and Quinard C.**, Micro-moulage d'engrenages de volume inférieur à 1 mm³, 18^{ème} Congrès Français de mécanique (CFM), CDROM 6 pages, Réf 1279, Grenoble, 2007.
- [179] **Barriere T., Gelin J.C., Michel G., M. Sahli and Quinard C.**, Injection moulding of micro-parts: applications to micro-gears, 10th International ESAFORM Conference on Material Forming, AIP Conf. Proc. 907, 2007, pp. 671-676.
- [180] **Sahli M., Roques-Carmes C., Khan Malek C. and Gelin J. C.**, Study of the filling of cavities of finite geometries by hot embossing of amorphous polymers, Microsystems Technologies Journal, submitted on 13 July 2007.
- [181] **Norme NF X08-050-1**, Systèmes de sécurité photoluminescents.
- [182] **Bervas S.**, Optimisation des états de surface d'un pansement pour accélérer le processus cicatriciel, Thèse en cours de réalisation à l'Université de Franche-Comté.

ANNEXE

On se propose tout d'abord pour résoudre le problème posé, la fonction contrainte $\phi(r, \theta)$ qui doit vérifier :

$$\Delta[\Delta\phi(r, \theta)] = 0 \quad (\text{V.1})$$

Qui s'écrit sous forme:

$$\phi(r, \theta) = Ar\theta \sin \theta \quad (\text{V.2})$$

La valeur des contraintes est accessible à partir des relations suivantes :

$$\sigma_{rr} = \frac{1}{r} \frac{\partial \phi}{\partial r} + \frac{1}{r^2} \frac{\partial^2 \phi}{\partial \theta^2} \quad (\text{V.3})$$

$$\sigma_{\theta\theta} = \frac{\partial^2 \phi}{\partial r^2} \quad (\text{V.4})$$

$$\tau_{r\theta} = \frac{1}{r^2} \frac{\partial \phi}{\partial \theta} - \frac{1}{r} \frac{\partial^2 \phi}{\partial r \partial \theta} \quad (\text{V.5})$$

Ceci permet d'obtenir la contrainte σ_{rr} :

$$\begin{aligned} \sigma_{rr} &= \frac{1}{r} \frac{\partial \phi}{\partial r} + \frac{1}{r^2} \frac{\partial^2 \phi}{\partial \theta^2} = \frac{1}{r} \frac{\partial}{\partial r} (Ar\theta \sin \theta) + \frac{1}{r^2} \frac{\partial^2}{\partial \theta^2} (Ar\theta \sin \theta) \\ &= \frac{1}{r} A\theta \sin \theta + \frac{1}{r^2} \frac{\partial}{\partial \theta} (Ar\theta \cos \theta + Ar \sin \theta) = \frac{1}{r} A\theta \sin \theta + \frac{2}{r} A \cos \theta - A \frac{1}{r} \theta \sin \theta = \frac{2}{r} A \cos \theta \end{aligned}$$

On peut également obtenir la contrainte $\sigma_{\theta\theta}$:

$$\sigma_{\theta\theta} = \frac{\partial^2 \phi}{\partial r^2} = \frac{\partial^2}{\partial r^2} (Ar\theta \sin \theta) = 0$$

De même, la contrainte de cisaillement $\tau_{r\theta}$ s'écrit :

$$\begin{aligned}\tau_{r\theta} &= \frac{1}{r^2} \frac{\partial \phi}{\partial \theta} - \frac{1}{r} \frac{\partial^2 \phi}{\partial r \partial \theta} = \frac{1}{r^2} \frac{\partial}{\partial \theta} (Ar\theta \sin \theta) - \frac{1}{r} \frac{\partial^2}{\partial r \partial \theta} (Ar\theta \sin \theta) \\ &= \frac{1}{r^2} (Ar\theta \cos \theta + Ar \sin \theta) - \frac{1}{r} A \sin \theta - \frac{1}{r} A \theta \cos \theta = 0\end{aligned}$$

Soit

$$\sigma_{rr} = \frac{2}{r} A \cos \theta; \quad \sigma_{\theta\theta} = \tau_{r\theta} = 0 \quad (\text{V.6})$$

La constante A peut être déterminée en écrivant que la pression appliquée suivant \overline{Oz} est la somme des contraintes relevées suivant cette même direction :

$$\begin{aligned}-F &= \int_0^{\pi/2} \int_0^{2\pi} \sigma_{rr} \cos \theta r d\theta r \sin \theta d\psi = \int_0^{\pi/2} \frac{2}{r} Ar^2 \cos^2 \theta \sin \theta d\theta \int_0^{\pi} d\psi = 2\pi rA \int_0^{\pi/2} (1 + \cos 2\theta) \sin \theta d\theta \\ &= \frac{4}{3} \pi rA [-\cos^3 \theta]_0^{\pi/2} \Rightarrow F = \frac{4}{3} \pi rA; \quad \sigma_{rr} = \frac{3F}{2\pi r^2} \cos \theta\end{aligned}$$

Soit

$$\sigma_{rr} = \frac{3F}{2\pi r^2} \cos \theta; \quad \sigma_{\theta\theta} = \tau_{r\theta} = 0$$

$$\text{Avec } r = \sqrt{x^2 + z^2}; \quad \sin \theta = \frac{x}{\sqrt{x^2 + z^2}}; \quad \cos \theta = \frac{z}{\sqrt{x^2 + z^2}}$$

en coordonnées cartésiennes, on a :

$$\begin{aligned}\sigma_{xx} &= \sigma_{rr} \sin^2 \theta \\ \sigma_{zz} &= \sigma_{rr} \cos^2 \theta \\ \tau_{xz} &= \sigma_{rr} \sin \theta \cos \theta\end{aligned} \quad (\text{V.7})$$

Ces contraintes s'écrivent donc comme suite :

$$\begin{aligned}
\sigma_{xx} &= \sigma_{rr} \sin^2 \theta = \frac{3F}{2\pi} \frac{x^2 z}{(x^2 + z^2)^{5/2}} \\
\sigma_{zz} &= \sigma_{rr} \cos^2 \theta = \frac{3F}{2\pi} \frac{z^3}{(x^2 + z^2)^{5/2}} \\
\tau_{xz} &= \sigma_{rr} \sin \theta \cos \theta = \frac{3F}{2\pi} \frac{xz^2}{(x^2 + z^2)^{5/2}}
\end{aligned} \tag{V.8}$$

Cependant, si l'on s'intéresse également aux contraintes en un point A(x,z) provoquées par une distribution de pression (ou force) est fournie à partir des expressions précédentes en remplaçant x par (x-s).

Ces contraintes s'expriment simplement sous la forme :

$$\begin{aligned}
\sigma_{xx} &= 3P_0 \frac{x^2 z}{(x^2 + z^2)^{5/2}} s ds \\
\sigma_{zz} &= 3P_0 \frac{z^3}{(x^2 + z^2)^{5/2}} s ds \\
\tau_{xz} &= 3P_0 \frac{xz^2}{(x^2 + z^2)^{5/2}} s ds
\end{aligned} \tag{V.9}$$

Soit

$$\begin{aligned}
\sigma_{xx} &= 3P_0 \int_0^a \frac{zs(x-s)^2}{((x-s)^2 + z^2)^{5/2}} ds \\
\sigma_{zz} &= 3P_0 \int_0^a \frac{sz^3}{((x-s)^2 + z^2)^{5/2}} ds \\
\tau_{xz} &= 3P_0 \int_0^a \frac{z^2 s(x-s)}{((x-s)^2 + z^2)^{5/2}} ds
\end{aligned} \tag{V.10}$$

On posera simplement $X=x-s$ et $ds=-dX$, on aboutit à :

$$\begin{aligned}
\sigma_{xx} &= 3P_0 z \int_{x-a}^x \frac{X^2(x-X)}{(X^2 + z^2)^{5/2}} dX \\
\sigma_{zz} &= 3P_0 z^3 \int_0^a \frac{x-X}{(X^2 + z^2)^{5/2}} dX \\
\tau_{xz} &= 3P_0 z^2 \int_0^a \frac{X(x-X)}{(X^2 + z^2)^{5/2}} dX
\end{aligned} \tag{V.11}$$

Ou bien

$$\sigma_{xx} = 3P_0 z \left[x \int_{x-a}^x \frac{X^2}{(X^2 + z^2)^{5/2}} dX - \int_{x-a}^x \frac{X^3}{(X^2 + z^2)^{5/2}} dX \right] \quad (\text{V.12})$$

$$\sigma_{zz} = 3P_0 z^3 \left[x \int_{x-a}^x \frac{1}{(X^2 + z^2)^{5/2}} dX - \int_{x-a}^x \frac{X}{(X^2 + z^2)^{5/2}} dX \right] \quad (\text{V.13})$$

$$\tau_{xz} = 3P_0 z^2 \left[x \int_{x-a}^x \frac{X}{(X^2 + z^2)^{5/2}} dX - \int_{x-a}^x \frac{X^2}{(X^2 + z^2)^{5/2}} dX \right] \quad (\text{V.14})$$

Le champ globale des contraintes est celui produit par la force normale F appliquée au contact. L'état des contraintes sur la surface de contact induit par cette charge normale, peut être obtenu après intégration :

$$\sigma_{xx} = P_0 \left[\frac{x^4}{z(x^2 + z^2)^{3/2}} - \frac{x(x-a)^3}{z((x-a)^2 + z^2)^{3/2}} + \frac{2z}{(x^2 + z^2)^{1/2}} - \frac{2z}{((x-a)^2 + z^2)^{1/2}} + \frac{zx^2}{(x^2 + z^2)^{3/2}} - \frac{z(x-a)^2}{((x-a)^2 + z^2)^{3/2}} \right] \quad (\text{V.15})$$

$$\sigma_{zz} = P_0 \left[\frac{3x^2}{z(x^2 + z^2)^{1/2}} - \frac{3x(x-a)}{z((x-a)^2 + z^2)^{1/2}} - \frac{x^4}{z(x^2 + z^2)^{3/2}} + \frac{x(x-a)^3}{z((x-a)^2 + z^2)^{3/2}} + \frac{z^3}{(x^2 + z^2)^{3/2}} - \frac{z^3}{((x-a)^2 + z^2)^{3/2}} \right] \quad (\text{V.16})$$

$$\tau_{xz} = P_0 \left[-\frac{xz^2}{(x^2 + z^2)^{3/2}} + \frac{xz^2}{((x-a)^2 + z^2)^{3/2}} - \frac{x^3}{(x^2 + z^2)^{3/2}} + \frac{(x-a)^3}{((x-a)^2 + z^2)^{3/2}} \right] \quad (\text{V.17})$$

Pour exprimer le tenseur de déformation dans le cas d'une contrainte plane, il est essentiel de rappeler que :

$$\varepsilon_{xx} = \frac{1}{E} (\sigma_{xx} - \nu \sigma_{zz}); \quad \varepsilon_{zz} = \frac{1}{E} (\sigma_{zz} - \nu \sigma_{xx}); \quad \gamma_{xz} = \frac{2(1+\nu)}{E} \tau_{xz} \quad (\text{V.18})$$

Compte tenu de ces relations on obtient donc :

$$\varepsilon_{xx} = \frac{P_0}{E} \left[\begin{aligned} & \frac{x^4}{z(x^2+z^2)^{3/2}} - \frac{x(x-a)^3}{z((x-a)^2+z^2)^{3/2}} + \frac{2z}{(x^2+z^2)^{1/2}} \\ & - \frac{2z}{((x-a)^2+z^2)^{1/2}} + \frac{zx^2}{(x^2+z^2)^{3/2}} - \frac{z(x-a)^2}{((x-a)^2+z^2)^{3/2}} \\ & - \frac{3vx^2}{z(x^2+z^2)^{1/2}} + \frac{3vx(x-a)}{z((x-a)^2+z^2)^{1/2}} + \frac{vx^4}{z(x^2+z^2)^{3/2}} \\ & - \frac{vx(x-a)^3}{z((x-a)^2+z^2)^{3/2}} - \frac{vz^3}{(x^2+z^2)^{3/2}} + \frac{vz^3}{((x-a)^2+z^2)^{3/2}} \end{aligned} \right] \quad (V.19)$$

$$\varepsilon_{zz} = \frac{P_0}{E} \left[\begin{aligned} & \frac{3x^2}{z(x^2+z^2)^{1/2}} - \frac{3x(x-a)}{z((x-a)^2+z^2)^{1/2}} - \frac{x^4}{z(x^2+z^2)^{3/2}} \\ & + \frac{x(x-a)^3}{z((x-a)^2+z^2)^{3/2}} + \frac{z^3}{(x^2+z^2)^{3/2}} - \frac{z^3}{((x-a)^2+z^2)^{3/2}} \\ & - \frac{vx^4}{z(x^2+z^2)^{3/2}} + \frac{vx(x-a)^3}{z((x-a)^2+z^2)^{3/2}} - \frac{2vz}{(x^2+z^2)^{1/2}} \\ & + \frac{2vz}{((x-a)^2+z^2)^{1/2}} - \frac{vzx^2}{(x^2+z^2)^{3/2}} + \frac{vz(x-a)^2}{((x-a)^2+z^2)^{3/2}} \end{aligned} \right] \quad (V.20)$$

$$\gamma_{xz} = \frac{2(1+\nu)}{E} P_0 \left[-\frac{xz^2}{(x^2+z^2)^{3/2}} + \frac{xz^2}{((x-a)^2+z^2)^{3/2}} - \frac{x^3}{(x^2+z^2)^{3/2}} + \frac{(x-a)^3}{((x-a)^2+z^2)^{3/2}} \right] \quad (V.21)$$

Dans la partie suivante, on s'intéresse aux déplacements u_x et u_z pour cela il est rappelé de plus que, par définition :

$$\varepsilon_{xx} = \frac{\partial u_x}{\partial x}; \quad \varepsilon_{zz} = \frac{\partial u_z}{\partial z}; \quad \gamma_{xz} = \frac{1}{2} \left(\frac{\partial u_x}{\partial z} + \frac{\partial u_z}{\partial x} \right) \quad (V.22)$$

Il en résulte le système d'équation :

$$\frac{\partial u_x}{\partial x} = \frac{P_0}{E} \left[\begin{aligned} & \frac{x^4}{z(x^2+z^2)^{3/2}} - \frac{x(x-a)^3}{z((x-a)^2+z^2)^{3/2}} + \frac{2z}{(x^2+z^2)^{1/2}} \\ & - \frac{2z}{((x-a)^2+z^2)^{1/2}} + \frac{zx^2}{(x^2+z^2)^{3/2}} - \frac{z(x-a)^2}{((x-a)^2+z^2)^{3/2}} \\ & - \frac{3vx^2}{z(x^2+z^2)^{1/2}} + \frac{3vx(x-a)}{z((x-a)^2+z^2)^{1/2}} + \frac{vx^4}{z(x^2+z^2)^{3/2}} \\ & - \frac{vx(x-a)^3}{z((x-a)^2+z^2)^{3/2}} - \frac{vz^3}{(x^2+z^2)^{3/2}} + \frac{vz^3}{((x-a)^2+z^2)^{3/2}} \end{aligned} \right] \quad (\text{V.23})$$

$$\frac{\partial u_z}{\partial z} = \frac{P_0}{E} \left[\begin{aligned} & \frac{3x^2}{z(x^2+z^2)^{1/2}} - \frac{3x(x-a)}{z((x-a)^2+z^2)^{1/2}} - \frac{x^4}{z(x^2+z^2)^{3/2}} \\ & + \frac{x(x-a)^3}{z((x-a)^2+z^2)^{3/2}} + \frac{z^3}{(x^2+z^2)^{3/2}} - \frac{z^3}{((x-a)^2+z^2)^{3/2}} \\ & - \frac{vx^4}{z(x^2+z^2)^{3/2}} + \frac{vx(x-a)^3}{z((x-a)^2+z^2)^{3/2}} - \frac{2vz}{(x^2+z^2)^{1/2}} \\ & + \frac{2vz}{((x-a)^2+z^2)^{1/2}} - \frac{vzx^2}{(x^2+z^2)^{3/2}} + \frac{vz(x-a)^2}{((x-a)^2+z^2)^{3/2}} \end{aligned} \right] \quad (\text{V.24})$$

Pour déterminer les déplacements associés à une charge répartie, la solution fondamentale est alors intégrée sur le domaine d'application de la charge. A partir des expressions précédentes, on obtient:

$$u_x = \frac{P_0}{E} \left[\begin{aligned} & \frac{(1-2\nu)x^3 + (5+2\nu)xz^2}{2z(x^2+z^2)^{1/2}} + \frac{9}{2} z \ln \frac{((x-a)^2+z^2)^{1/2} + (x-a)}{(x^2+z^2)^{1/2} + x} \\ & + \frac{(2\nu-1)(x-a)^3 - (5+2\nu)xz^2 + 2a(2\nu-1)(x-a)^2 + (4\nu+1)az^2}{2z((x-a)^2+z^2)^{1/2}} \end{aligned} \right] + f(z) \quad (\text{V.25})$$

En utilisant la relation déterminé dans le système plus haut, on obtient :

$$u_z = \frac{P_0}{E} \left[\begin{aligned} & \frac{(1-2\nu)(x^2+z^2)^{1/2} + (2-\nu)x \ln \frac{((x-a)^2+z^2)^{1/2} + (x-a)}{(x^2+z^2)^{1/2} + x}}{2z} \\ & + \frac{(2\nu-1)(x^2-z^2) - (2\nu-1)ax + (2-\nu)a(x-a)}{((x-a)^2+z^2)^{1/2}} \end{aligned} \right] + g(x) \quad (\text{V.26})$$

La déformée de surface associée à cette configuration est représentée par les expressions suivantes :

$$\bar{u}_z \Big|_{z=0} = (2-\nu) \frac{P_0}{E} \left[x \ln \frac{(x-a)}{a} + a \right] + g(x) \quad (\text{V.27})$$

Où $g(x)$ est une fonction d'intégration à choisir. Pour simplifier le modèle, on suppose que $g(x)=\text{cst}$.

De plus, la déformée est tracée en supposant que $u_z=0$ quand $x=\pm c$.

$$\bar{u}_z \Big|_{z=0}^{x=c} = (2-\nu) \frac{P_0}{E} \left[c \ln \frac{(c-a)}{a} + a \right] + g(c) = 0 \quad (\text{V.28})$$

D'après le modèle analytique présenté précédemment, la déformée de surface ($z=0$) est donnée par l'expression :

$$\bar{u}_z \Big|_{z=0} = (2-\nu) \frac{P_0}{E} \left[x \ln \frac{(x-a)}{a} - c \ln \frac{(c-a)}{a} \right] \quad (\text{V.29})$$

On constate que les paramètres décrivant les propriétés mécaniques (E, ν) sont présentes dans l'expression (V.28). Ceci signifie que cette relation ne traduit pas seulement une relation purement géométrique.