

Relation expérimentale entre profils de saturation et taux de vides lors du procédé RTM

S. GUEROULT^a, L. BIZET^a, J. BREARD^a

^a. Laboratoire Ondes et Milieux Complexes (LOMC - FRE 3102 CNRS) - Université du Havre, 53 rue de Prony, 76058 Le Havre Cedex

Résumé :

Dans un banc expérimental modélisant les procédés d'élaboration pour matériaux composites de Type Resin Transfer Molding (RTM) avec un liquide modèle remplaçant la résine, un réseau de capteurs de conductivité permet d'établir les courbes de saturation pendant l'injection et en différents points de la préforme. L'évolution des profils de saturation dans le temps lors d'injections effectuées à pression constante permet de prédire directement le taux de vides générés. Les résultats sont en accord avec les modèles de la bibliographie qui prévoient un minimum de vides pour une vitesse de front optimale, c'est-à-dire un nombre capillaire donné.

Abstract :

In an experimental device aimed at modeling the Resin Transfer Molding elaboration process for composite materials (RTM) a model liquid is used to replace the resin. A conductivity sensor network allows to establish the saturation curves during injection at different point in the preform. The evolution of saturation profiles in time at constant pressure allows to directly predict the rate of generated void. Obtained results are consistent with data derived from models described in the literature, which predict a minimum of voids for an optimal rate front, i.e a given capillarity number.

Mots clefs : vides, RTM, saturation, capteur

1 Introduction

L'injection RTM (Resin Transfer Molding) est un procédé de mise en œuvre des matériaux composites où la résine, mélangée au catalyseur, est injectée dans un moule fermé contenant un renfort fibreux. Les principaux problèmes de ce type de procédé de mise en forme sont la création de zones sèches dues à une mauvaise stratégie de remplissage et la création de vides, affaiblissant les caractéristiques mécaniques du produit final [1]. Ces vides sont de deux tailles caractéristiques et peuvent être nommés : macrovides et microvides (figure 1). Ceci provient de la nature des réseaux fibreux utilisés qui contiennent à la fois des fibres et des mèches, d'où des milieux à double échelle de pores [2] [3] [4]. Les macropores correspondent donc aux espaces inter-mèches et les micropores, aux espaces intra-mèches. Les porosités présentes dans les macropores seront nommés macrovides et celles présentes dans les micropores seront appelés microvides. Cette différence d'échelles de pores conduit à deux mécanismes d'imprégnation différents : injection à pression imposée et effets capillaires.

Une injection à pression ou à débit imposé entraîne une différence de perméabilité entre les zones intra- et inter-mèches. Dans les macropores, la résine se déplace plus facilement et donc la perméabilité y est plus élevée. A contrario, dans les micropores, la perméabilité y est plus faible et les effets capillaires plus importants [6]. La vitesse d'injection lors d'un procédé RTM va principalement conditionner le type de vides présents dans le matériau [3] [5]. Dans le cas des vitesses dites « lentes », le phénomène de capillarité va dominer et il y aura des microvides. Dans le cas contraire, il y aura présence de macrovides (figure 1).

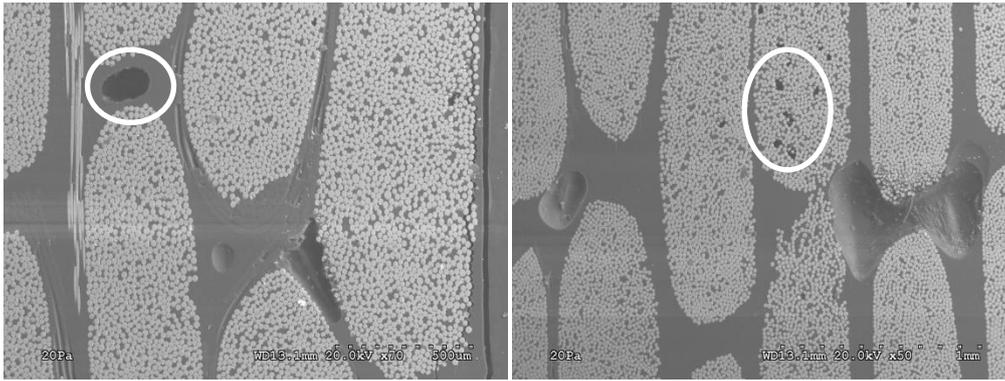


FIG. 1 – Macrovides (à gauche), microvides (à droite).

Un certain nombre de travaux numériques [7] [8] et dans une moindre mesure expérimentaux [9] ont eu pour but de quantifier le taux de vides qu'ils soient microvides ou macrovides. Certains auteurs ont alors utilisé la notion de saturation qui correspond à la fraction de pores remplis de liquide. Cette saturation vaut 0 pour la préforme sèche et 1 pour la préforme totalement imprégnée.

Au lieu de relier directement les taux de microvides et de macrovides à des paramètres de l'écoulement comme la vitesse du fluide, un certain nombre d'auteurs [10] [11] [12] ont proposé d'utiliser un nombre adimensionnel appelé nombre capillaire Ca qui prend en compte les forces dues à la viscosité du fluide ainsi que la tension de surface :

$$Ca = \frac{\mu v}{\gamma} \quad (1)$$

où μ représente la viscosité du fluide, v sa vitesse et γ sa tension de surface.

Afin de prendre en compte l'aspect dynamique de l'écoulement sur les effets de capillarité, l'angle de contact dynamique a été ajouté dans le calcul du nombre capillaire. Il est alors appelé nombre capillaire modifié et s'exprime de la façon suivante :

$$Ca^* = \frac{\mu v}{\gamma \cos \theta} \quad (2)$$

où θ représente l'angle de contact dynamique.

La représentation des taux de macrovides et microvides en fonction du nombre capillaire fait apparaître un nombre capillaire optimal pour lequel le taux global de vides est minimal (figure 2).

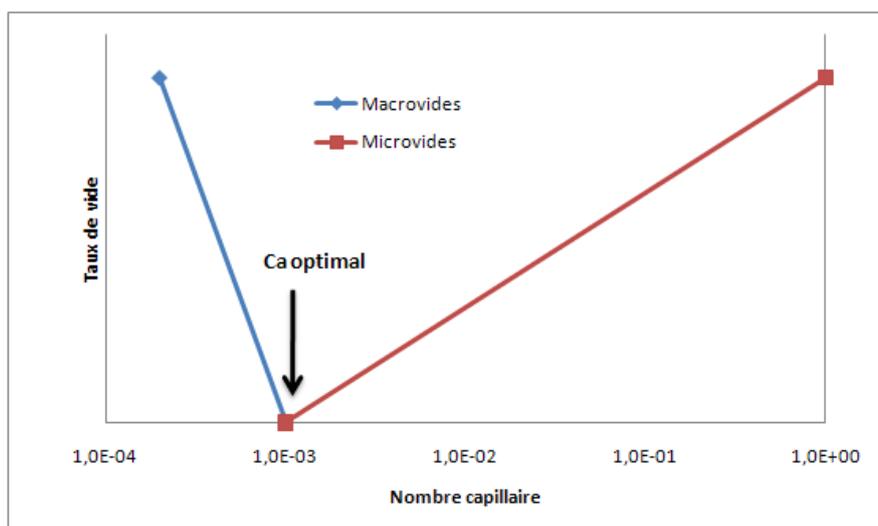


FIG. 2 – Taux de vides en fonction du nombre capillaire

Comme indiqué sur la figure 2, à faible vitesse d'écoulement (c'est-à-dire à faible nombre capillaire), il y a création de macrovides. A vitesse d'écoulement élevée (à fort nombre capillaire), des microvides apparaissent. Dans le cas des procédés de mise en forme de type RTM, ce type de diagramme devrait permettre de choisir l'ensemble des paramètres d'injection (vitesse, viscosité et tension de surface) de manière à avoir un nombre capillaire le plus proche du nombre capillaire optimal. Ce dernier est, d'après différents auteurs [12], de l'ordre de grandeur de 10^{-3} .

L'objectif de cet article est de faire un lien expérimental entre des profils de saturation obtenus par des capteurs de conductivité et les taux de microvides et macrovides. En effet, il est possible d'obtenir un diagramme taux de vides en fonction du nombre capillaire expérimental équivalent à la figure 2 à partir des profils de saturation.

2 Dispositif expérimental

2.1 Dispositif d'injection

Le dispositif expérimental utilisé a été conçu pour modéliser des injections de type RTM. Il est composé de deux parties : une partie inférieure en acier et une partie supérieure vitrée permettant l'observation des écoulements. La partie inférieure en acier est mobile et un système de comparateurs permet de régler précisément l'entrefer. Le moule a les dimensions utiles suivantes : longueur de 550 mm et largeur de 140 mm. L'épaisseur est réglable et a été fixée à 2,6 mm pour l'ensemble de nos expériences. L'étanchéité est assurée par un joint de type feuille de silicone déposé dans l'entrefer du moule. La partie inférieure en acier est jalonnée de plusieurs capteurs de pression et de conductivité ; ces derniers sont détaillés dans le paragraphe suivant.

Les injections de type linéaire sont observées sur toute la longueur de la préforme depuis un point d'injection relié à une pompe injectant à pression constante de 0 à 7 bars.

2.2 Capteur de conductivité

Le capteur de conductivité utilisé, décrit par Labat et al. [9], fonctionne sur le principe de la conductivité électrique du liquide modèle conducteur et les propriétés isolantes de la préforme en verre et de l'air.

Le capteur est composé de deux électrodes parallèles positionnées en vis-à-vis sur chaque partie du moule. Le capteur est relié à une résistance de référence et à une alimentation sinusoïdale de fréquence 100Hz. Une carte d'acquisition de type NIdaq (National Instruments) mesure la valeur de la tension électrique aux bornes de la résistance de référence. Lorsque le volume entre les deux électrodes du capteur est composé de fibres de verre et d'air, la tension mesurée est nulle. Lors du passage du front de liquide modèle, il est possible d'observer un échelon de tension proportionnel au volume de liquide modèle passant entre les électrodes. Vérifier cette linéarité est très simple : en immergeant deux électrodes parallèles dans un récipient de liquide modèle et en déposant entre les électrodes des billes de verre calibrées en volume, on peut faire le lien direct entre taux volumique de billes non-conductrices, correspondant à un taux de « vides », et tension mesurée.

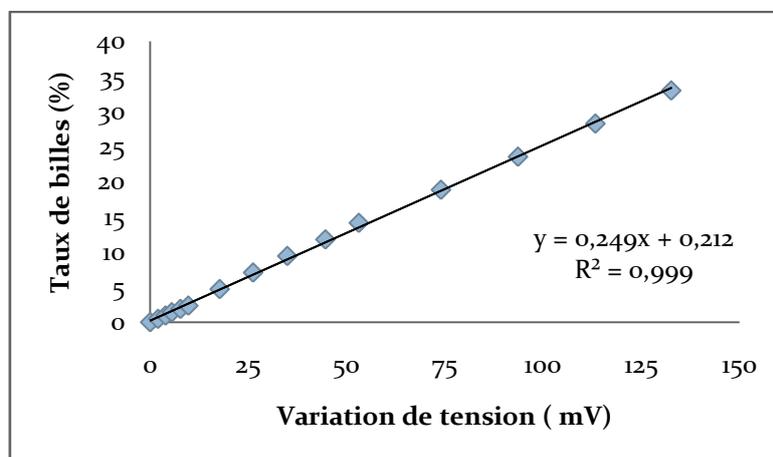


FIG. 3 – Evolution du taux de billes de verre en fonction de la tension.

Comme proposé par Labat et al [9], il existe une relation de linéarité entre tension électrique mesurée et taux de vides donc entre tension et saturation. Il est alors possible d'obtenir directement la saturation en faisant le rapport entre la tension mesurée à l'instant t et la tension qui devrait être obtenue si la préforme fibreuse était totalement saturée, soit :

$$S = \frac{V_{mes}}{V_m} \quad (3)$$

Avec S , saturation de la préforme fibreuse, V_{mes} , la tension mesurée par le système d'acquisition, V_m , la tension pour laquelle la préforme est totalement saturée. V_m est mesurée à la fin de chaque expérience.

2.3 Préforme et liquide modèle

L'ensemble des expériences sont réalisées avec une préforme de plis unidirectionnels de verre et un liquide modèle dont les caractéristiques sont récapitulées (tableau 1). Le liquide modèle utilisé est un mélange eau, glycérol et tensioactif afin d'approcher les caractéristiques des résines usuelles. Les mesures de type conductivité ne fonctionnant qu'avec une préforme isolante et un liquide conducteur, on ajoute du chlorure de potassium (0,3% en masse) afin d'augmenter de manière conséquente la conductivité de la solution.

Liquide modèle	Tension de surface	Angle de contact	Préforme	Unidirectionnel de verre
Eau	72	$\sim 0^\circ$	Masse surfacique	646g.m^{-2}
Glycérol	63	80°	Taux volumique	50,4 %
15% eau / 85% glycérol / 0,3% tensioactif	46,96	60 à 80 (Dynamique)	Densité du verre	2,6

TAB. 1 – Caractéristiques des liquides modèles (à gauche) et de la préforme (à droite).

3 Résultats expérimentaux

Les expériences sont des injections à pression constante du mélange eau/glycérol dans une préforme fibreuse de verre. Cette dernière mesure 450 mm et est composée de 5 plis d'unidirectionnel pour un taux volumique de fibres fixé à 50,4%. Les pressions d'injections vont de 1 bar à 2 bars par pas de 0,2 bar entre chaque expérience. Quatre capteurs de conductivité jalonnent la préforme (à 125 mm, 273 mm, 383 mm et 430 mm).

La figure 4 représente les échelons de tension mesurés (à gauche de la figure) ainsi que les courbes de saturation obtenues en fonction du temps pour une expérience (1 bar). Les courbes liées à la saturation en fonction du temps sont déduites des variations de tension en post-traitement à l'aide de l'étalonnage de chaque capteur suivant l'Eq. (3).

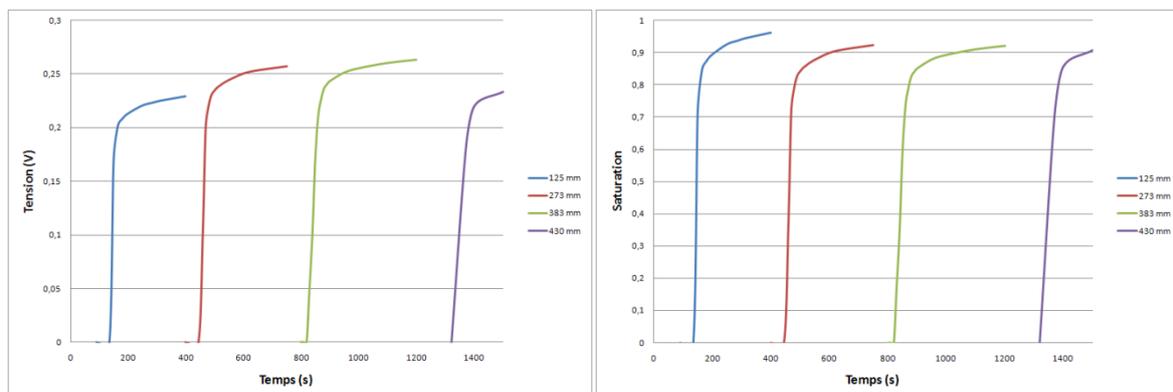


FIG. 4 – Echelons de tension (gauche) et courbes de saturation (droite) en fonction du temps pour les différentes positions des capteurs dans le moule.

Pour chaque courbe de saturation obtenue (1 capteur et 1 expérience), on compare avec l'observation visuelle du front de liquide en fonction du temps. Lorsque le front a passé le capteur de conductivité d'une distance de 5mm, on récupère le temps et on extrait le taux de saturation à cet instant (figure 4). Les différentes valeurs de saturation sont transformées en taux de vides. Chaque taux de vide obtenu et validé est tracé en fonction du nombre capillaire modifié correspondant (figure 5). Ca^* est lui-même obtenu à partir de la position du front en fonction du temps et des caractéristiques du liquide dont l'angle de contact dynamique qui dépend de la vitesse de l'écoulement (Eq. 2).

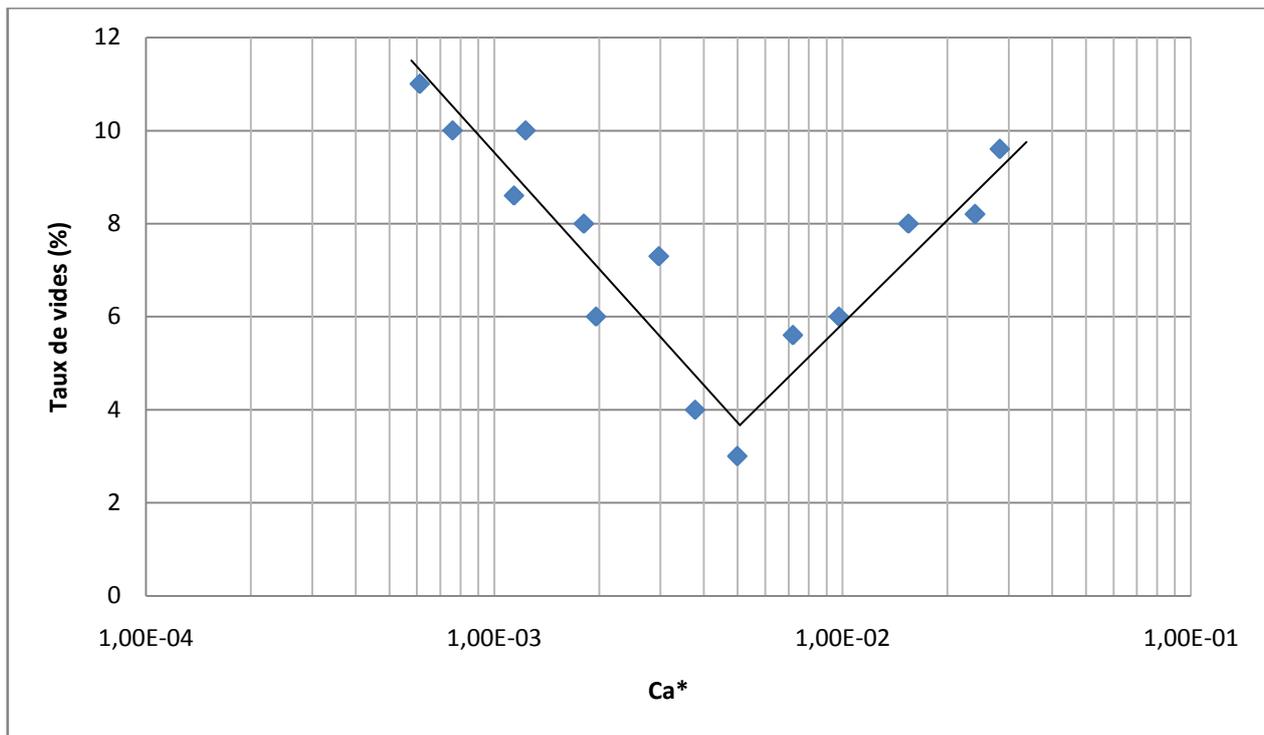


FIG. 5 – Taux de microvides et macrovides en fonction du nombre capillaire modifié.

En observant la disposition des points sur la figure 5, on remarque qu'il existe deux parties distinctes correspondant à deux types de vide. Par analogie avec la figure 2, il est possible de les identifier. Pour des valeurs de nombre capillaire modifié inférieur à 5.10^{-3} , on confirme la présence de macrovides dans la préforme. Pour des valeurs supérieur à 5.10^{-3} on confirme la présence de microvides.

4 Discussion

S'il existe un phénomène de création de bulles, alors il peut y avoir un effet de transport de bulles non-négligeable. Une partie des bulles créées est susceptible de rester bloquée tandis que l'autre partie peut se déplacer. Pour minimiser l'influence de cet éventuel transport de bulles sur nos mesures de taux de vides, il est nécessaire de bien choisir l'instant de mesure du taux de vide et du nombre capillaire. Prendre la mesure du taux de vides juste après la sortie du fluide modèle hors du volume du capteur nous permet d'affirmer que la valeur du taux de vides mesuré prend en compte seulement la création de bulles. On suppose que les bulles créées en amont n'ont pas encore atteint le volume compris entre les électrodes du capteur et celles créées dans ce volume ne l'ont pas encore quitté.

Parmi tous les résultats expérimentaux obtenus (24 courbes de saturation), un certain nombre de mesures n'a pas été pris en compte sur la figure 5. En effet, dans le cas où la vitesse du fluide modèle devient trop élevée (~ 60 mm/min), l'angle de contact dynamique mesuré devient supérieur à 90° et le liquide, dans ces conditions de vitesse, peut être considéré comme non-mouillant. Dans ce dernier cas, au lieu d'observer une compétition entre forces capillaires et visqueuses, on observe un écoulement purement visqueux.

5 Conclusion

L'objectif de ce travail était la corrélation expérimentale entre courbe de saturation et taux de vides en fonction du nombre capillaire pour des phénomènes de création de bulles dans une préforme fibreuse. Les résultats expérimentaux donnent une courbe similaire aux modèles numériques qui prévoient une création de vides dont le taux dépend du nombre capillaire dans une préforme à double-échelle de pores. Le nombre capillaire modifié optimal est de 5.10^{-3} , ce qui entre dans la gamme des valeurs proposées dans la littérature.

References

- [1] Greszczuk L. B., Effect of voids on strength properties of filamentary composites, Proceeding of 22nd Annual Meeting of the Reinforced Plastics Division of the Society of the Plastic Industry, 1967
- [2] Patel N, Lee LJ. Effects of fiber architecture on void formation and removal in LCM. *Polymer Composites* 1995;16(5):386-399.
- [3] Breard J et al. Analysis of dynamic flows through porous media. Part I: Comparison between saturated and unsaturated flows in fibrous reinforcements. *Polym Compos* 2003;24(3):391-408.
- [4] Lee GW, Lee KJ. Mechanism of void formation in composite processing with woven fabrics. *Polym Compos* 2003;11(7):563-72.
- [5] Patel N, Rohatgi V, Lee LJ. Micro scale flow behavior and void formation mechanism during impregnation through a unidirectional stitched fiberglass mat. *Polym Eng Sci* 1995;35(10):837-51.
- [6] M.K. Kang, Lee W.I., Hahn H.T., Formation of microvoids during resin-transfer molding process, *Composites Science and Technology*, 60, 2427-2434, 2000.
- [7] Gourichon B., Binetruy C., Krawczak P., A new numerical procedure to predict dynamic void content in liquid composite molding, *Composites Part A: applied science and manufacturing*, 37, 1961-1969, 2006.
- [8] Schell J.S.U., Deleglise M., Binetruy C., Krawczak P., Ermanni P., Numerical prediction and experimental characterization of meso-scale-voids in liquid composite moulding, *Composites Part A : applied science and manufacturing*, 38, 2460-2470, 2007.
- [9] Labat L., Bréard J., Pillut-Lesavre S., Bouquet G., Void fraction prevision in LCM parts, *The European Physical Journal Applied Physics*, 16, 157-164, 2001.
- [10] Leclerc J. S., Ruiz D., Porosity reduction using optimized flow velocity in Resin Transfer Molding, *Composites: Part A*, 39, 1859-1868, 2008
- [11] Lee D. H., Lee W. I., Kang M. K., Analysis and minimisation of void formation during Resin Transfer Molding process, *Composites Science and Technology*, 66, 3281-3289, 2006
- [12] Ruiz E., Achim V., Soukane S., Trochu F., Bréard J., Optimization of injection flow rate to minimize micro/macro-voids formation in resin transfer molded composites, *Composites Science and Technology*, 66, 475-486, 2006.