



## Deliverable n°3.4.1

Rapport technique décrivant les conclusions scientifiques des mesures de perméabilité

21/01/04

PP LEADERS: UBS/Cambridge



European Regional Development Fund



## Partenaires

PP Leader: UBS, Cambridge

## Contenu

### ➤ Objectifs:

L'objectif de ce rapport est de fournir une évaluation scientifique de la méthodologie expérimentale, discutant de la cinétique de la résine dans les directions transversale et longitudinale des tissus non frisés biaxiaux (BX NCFs) élaborés dans l'activité précédente. Ces résultats permettront de formuler des recommandations pour modifier et optimiser l'architecture textile du renforcement biaxial afin d'obtenir la configuration la plus favorable à l'imprégnation de la résine.

### ➤ Matières:

Les NCFs sont fournis par Teillage Vandecandelaère et seront comparés aux références commerciales disponibles fournies par Safilin, Sicomin, Terre de Lin et la société BComp.

Samples	Producer	Fibres	Areal weight (g/m <sup>2</sup> )
BX TV 312	TV	Flax	312
BX TV 424	TV	Flax	424
BX SF 600	Safilin	Flax	600
BX BC 350	BComp	Flax	350
BX TDL 250	Terre de Lin	Flax	250
BX GF 600	Sicomin	Glass	600

Des caractérisations de perméabilité saturée (à l'UBS) ont été réalisées avec de l'huile de colza fournie par METRO ( $72 \leq \eta \leq 85$  mPa.s).

Les caractérisations de perméabilité non saturée (à l'UoCambridge) ont été réalisées en utilisant la résine Infugreen 810 avec le durcisseur standard SD 8824 (Sicomin Epoxy Systems, France). Les infusions ont eu lieu dans les 30 minutes suivant le mélange de la résine, le processus d'imprégnation prenant entre 2 et 5 minutes. L'infusion a été réalisée dans des conditions ambiantes (environ 15 °C), pour lesquelles la viscosité de la résine est estimée à environ 400 mPa.s.



➤ Méthods:

La **perméabilité non saturée** a été évaluée en suivant la progression du front d'écoulement dans un processus d'infusion de résine assisté par le vide, la pression étant maintenue entre  $\Delta P = 0,85-0,95 \times 10^5$  Pa (vide 85%-95%). Trois couches de tissu de la préforme ont été infusées par injection centrale, l'épaisseur du moule rigide étant maintenue constante à environ 2-2,5 mm. Une caméra numérique haute définition a été utilisée pour enregistrer le processus d'infusion ; les fichiers vidéo ont été convertis en fichiers d'image avec horodatage.

Pour calculer la perméabilité non saturée  $K_{unsat}$  des préformes de lin, la distance du front d'écoulement ( $x$ ) à des orientations spécifiques (intervalles de  $45^\circ$ ) a été mesurée pour le temps de remplissage correspondant ( $t$ ) par analyse d'image dans ImageJ. La perméabilité non saturée ou transitoire  $K_{unsat}$  se réfère à la perméabilité d'un tissu pendant qu'il est fraîchement imprégné (c'est-à-dire que la saturation complète n'a pas eu lieu). Le  $K_{unsat}$  peut être calculé en réarrangeant la loi de Darcy dans l'équation 1, où  $x$  est la position du front d'écoulement au temps  $t$ ,  $\phi$  est la porosité du tissu,  $\Delta P$  le gradient de pression appliqué et  $\mu$  la viscosité de la résine. La porosité du tissu  $\phi$  est directement liée à la fraction volumique des fibres ( $1-v_f$ ) ; dans notre cas, pour le BX TV 312  $\phi = 0,76$  (pour 30wt% ou 24v%) et le BX TV 424  $\phi = 0,66$  (pour 40wt% ou 34v%). En traçant le carré de la position du front d'écoulement  $x^2$  en fonction du temps de remplissage  $t$ , on obtient un graphique en ligne droite, et la pente du graphique  $x^2/t$  peut être utilisée comme entrée dans l'équation 1 pour déterminer  $K_{unsat}$ . Seule la perméabilité non saturée dans des orientations spécifiques dans le plan a été déterminée.

$$K_{unsat} = \frac{x^2}{t} \frac{\phi \mu}{2\Delta P}, \text{ where } \phi \equiv 1 - v_f \quad (1)$$

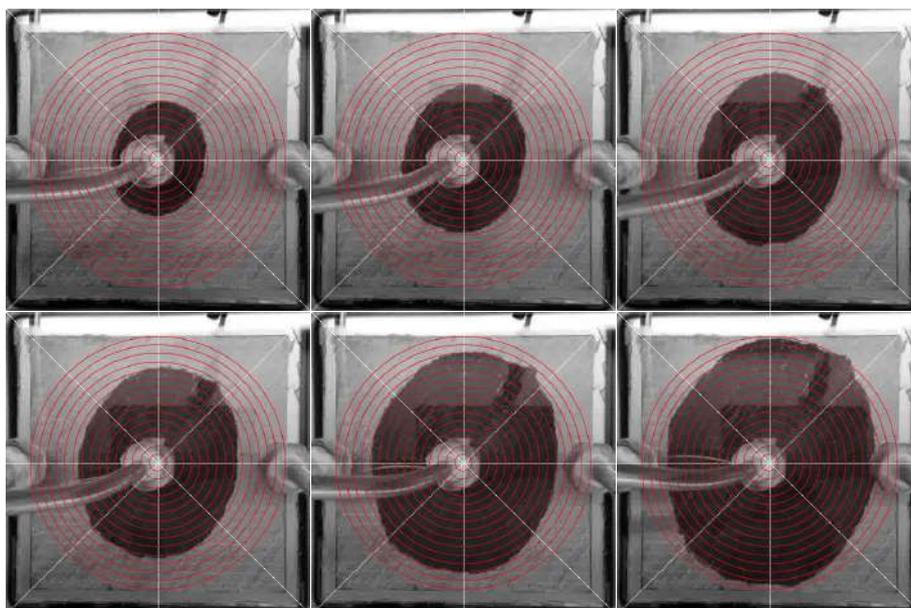


Figure 1 – Infusion de la préforme BX TV 424. Images à  $t = 30s, 60s, 90s, 120s, 180s$  et  $240s$ . La grille radiale rouge indique les distances  $x = 5$  mm, avec une zone de perfusion totale d'environ 150 mm de côté. Les angles sont à 0, 45, 90, 135, 180, 225, 270, 315 dans le sens des aiguilles d'une montre, 0 étant perpendiculaire à la direction du point.



La **perméabilité saturée** a été évaluée par la méthode du banc EASYPERM qui est basée sur la loi de Darcy modifiée ci-dessous :

$$K_{xy} = \frac{Q \cdot \eta \cdot \Delta L}{A \cdot (P_i - P_e)} = \frac{Q \cdot \eta \cdot \Delta L}{A \cdot \Delta P}$$

Où Q est le débit d'injection constant contrôlé,  $\eta$  la viscosité de l'huile mesurée par la coupe d'écoulement de viscosité ISO 24314,  $\Delta L$  les dimensions de l'échantillon,  $\Delta P$  la variation de pression et A la section du trou d'alimentation du point d'injection supérieur (fig.X).

Pendant la mesure **dans le plan**, les variations de pression sont enregistrées sur 6 points (un au point d'injection, 2 le long de l'axe X, 2 le long de l'axe Y et le dernier sur l'axe XY) (fig.1). La perméabilité saturée est obtenue par la mesure de la vitesse d'écoulement Q lorsque les pressions sont stabilisées.



Figure 2 - Capteurs de ligne à l'intérieur du moule (a) et schéma de l'injection radiale (b)

La même méthode a été utilisée pour la caractérisation de la perméabilité transversale. Seule la forme du moule a changé et les variations de pression sont enregistrées entre l'injection et le point d'événement (fig.2).

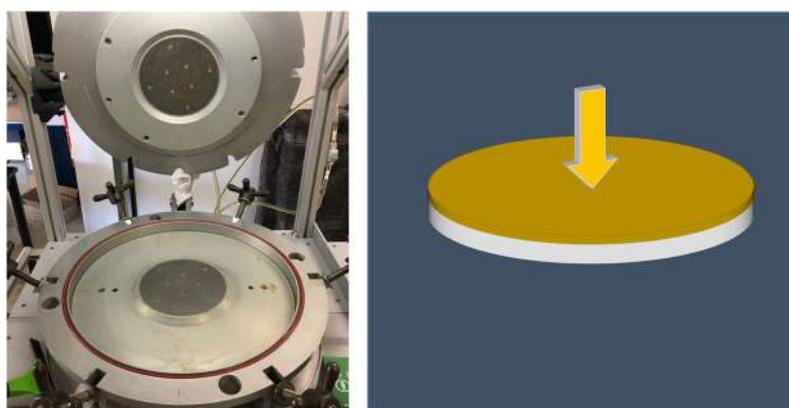


Figure 3 - Moule circulaire utilisé pour l'imprégnation transversale (a) et écoulement d'huile à travers l'échantillon



Des échantillons ont été découpés à partir d'une couche des tissus en forme carrée et circulaire pour les mesures longitudinales et transversales respectivement. Tous les calculs ont été effectués en triplicata. La fraction volumique des fibres a été fixée à 40% en faisant varier l'épaisseur du moule qui reste constante pendant l'imprégnation.

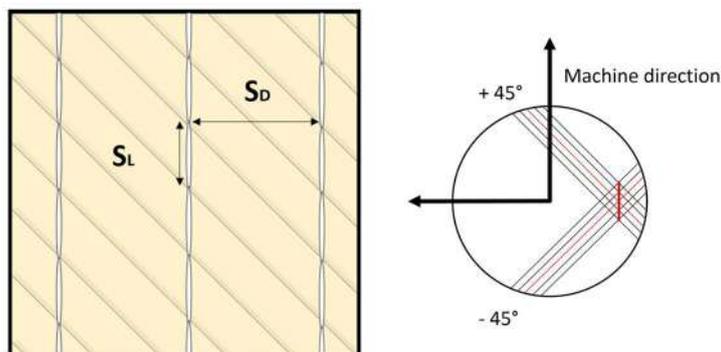


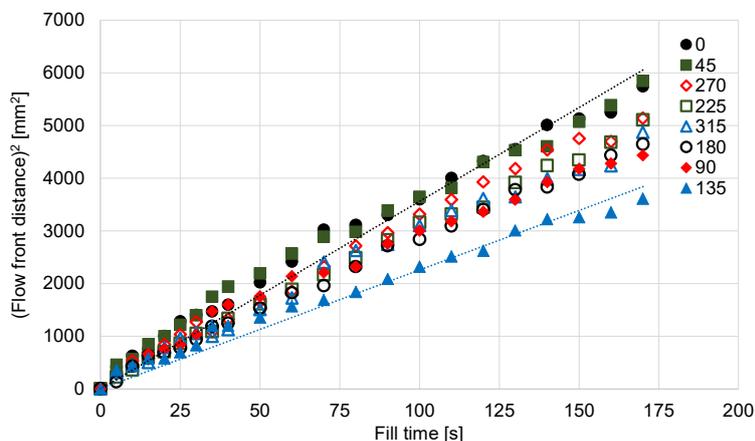
Figure 4 - Schéma du NCF avec les paramètres de couture : longueur de point (SL) et distance entre les points (SD) (a) et l'orientation de la mèche par rapport au sens de la machine (b)

Pendant les mesures dans le plan, le fil de couture des NCFs (sens machine dans la fig.3) était aligné avec la ligne du capteur de l'axe Y (fig3).

➤ Résultats:

**Perméabilité non saturée**

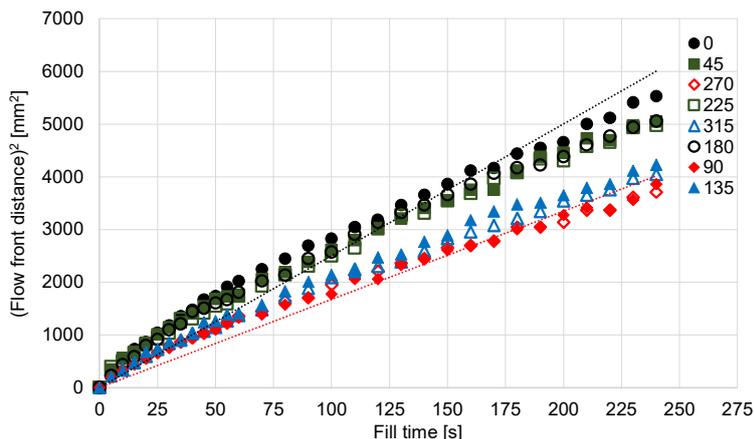
BXTV312



Orientation	Kunsat [m²]
0,180	5.68E-11
45,225	5.85E-11
90,270	5.37E-11
135,315	4.60E-11
average	5.37E-11
stdev	7.57E-12
cov	14%

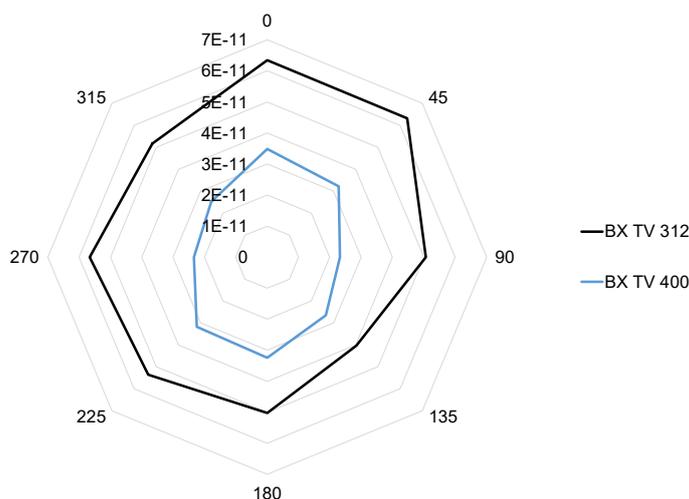
BXTV424

Orientation	Kunsat [m²]
0,180	3.36E-11
45,225	3.20E-11
90,270	2.33E-11
135,315	2.59E-11
average	2.87E-11

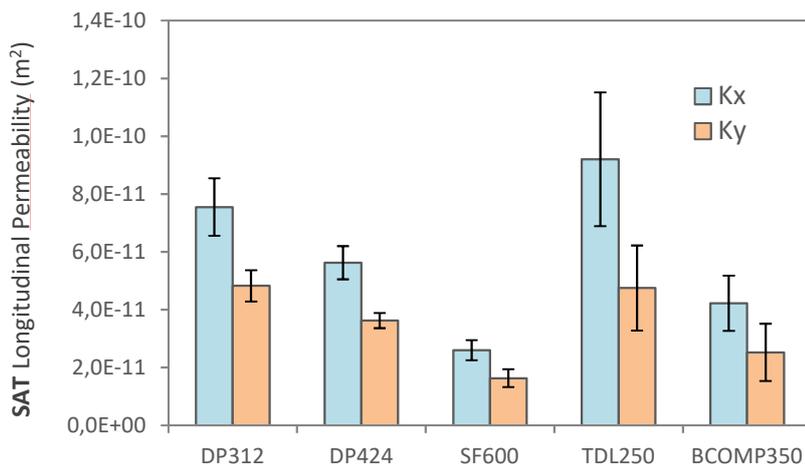


stdev 4.61E-12  
 cov 16%

La perméabilité non saturée dans le plan des renforts en lin BX TV 312 et BX TV 424 a été obtenue à différentes orientations. En moyenne, pour le tissu BX TV 312 (à  $\phi = 0,76$ )  $K_{unsat} = 5,37E-11 \pm 7,57E-12$  m<sup>2</sup>, alors que pour le BX TV 424 (à  $\phi = 0,66$ )  $K_{unsat} = 2,87E-11 \pm 4,61E-12$  m<sup>2</sup>. Le coefficient de variance décrivant la dispersion des valeurs de perméabilité des différentes orientations était de 14-16%, similaire à l'effet d'un changement de 10-15% de la pression ou de la teneur en fibres. En effet, le BX TV 312 présente une perméabilité plus élevée, bien que cela soit en partie dû à la teneur en fibres plus faible.

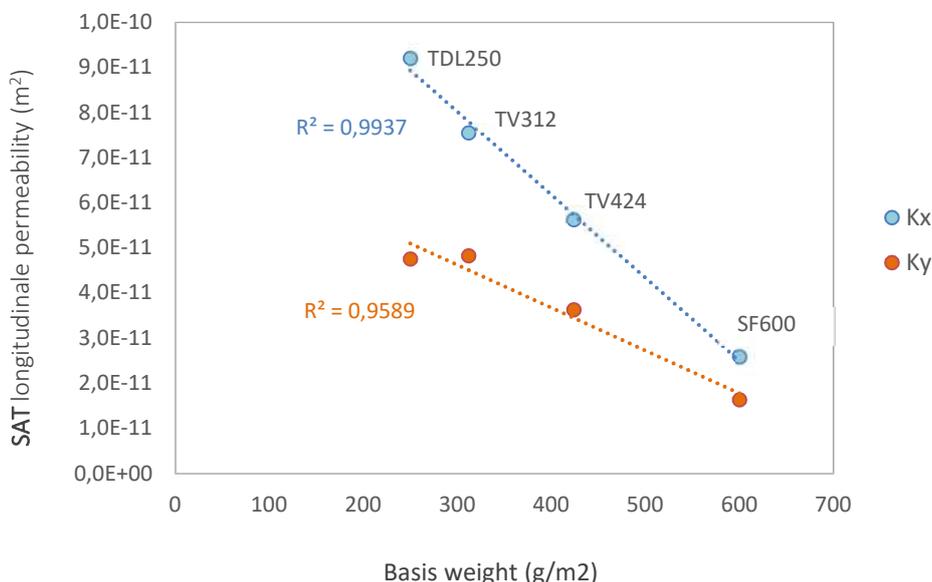


Ce qui est particulièrement remarquable dans nos mesures, c'est la carte de flux asymétrique (elliptique), qui décrit l'anisotropie de la perméabilité. Plus précisément, la perméabilité était plus élevée dans les orientations 0/180 (perpendiculaires à la direction des points) que dans l'orientation 90/270. Ceci est également visualisé dans une carte araignée présentant la perméabilité des renforts aux différentes orientations. Cette observation est également faite dans les mesures de perméabilité saturée présentées ci-dessous.

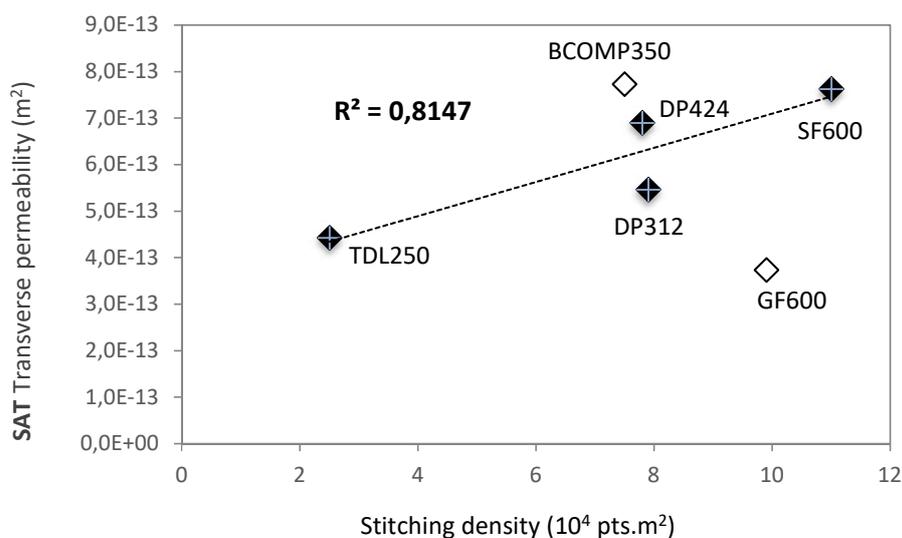
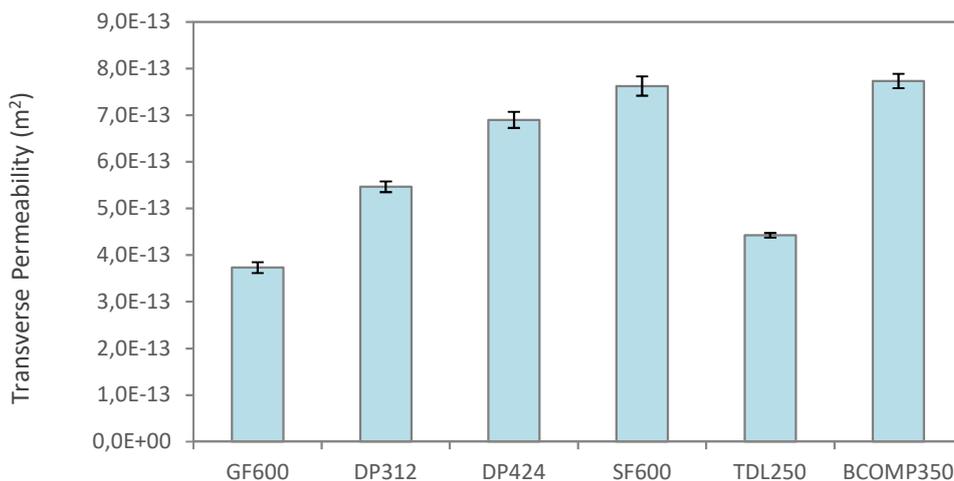


La perméabilité du GF600 :  $KX=2,7.10^{-10}$  et  $KY=4,1.10^{-11}$  qui n'est pas tracée sur le graphique ci-dessus est plus élevée de presque un ordre de grandeur. Selon la littérature, la perméabilité du verre NCF le long du fil de maille est plus élevée que la perméabilité perpendiculaire. Comme discuté ci-dessus, le comportement opposé est observé pour tous les NCFs de lin en supposant que les effets capillaires et de gonflement sont impliqués.

Nous avons essayé de corrélérer ces variations avec différents paramètres tels que la longueur et la distance des points, la densité, l'individualisation ou le désalignement des fibres, mais celui qui a le plus de sens est le poids surfacique du tissu, surtout si nous nous référons aux tissus Depestele avec des paramètres de couture similaires.



En ce qui concerne la mesure transversale, l'écart-type est beaucoup plus faible que dans le plan et nous avons mis en évidence que la perméabilité transversale est moins affectée par les phénomènes de compaction mais principalement par la densité de couture des NCF qui agissent comme des voies de résine.



## Conclusion

La perméabilité dans le plan a été mesurée en utilisant les variations de pression et le suivi du front d'écoulement en fonction du temps. Nous avons constaté que les deux méthodes sont fiables et, surtout, comparables. Le tableau ci-dessous présente la perméabilité des tissus Depestele :

BX 312	Permeability (10 <sup>-11</sup> m <sup>2</sup> )		StDEV (10 <sup>-12</sup> m <sup>2</sup> )
	Unsaturated	5.37	7.57
Saturated	6.2	7.65	



BX 424	Unsaturated	2.87	4.61
	Saturated	4.6	4.15

La perméabilité transversale, inférieure de deux ordres de grandeur, n'a été évaluée que par la méthode de saturation :

		Permeability ( $10^{-13} \text{ m}^2$ )	StDEV ( $10^{-14} \text{ m}^2$ )
BX 312	Saturated	5.5	1.2
BX 424	Saturated	6.9	1.7

Par rapport aux références de tissus de lin biaxial disponibles dans le commerce, les produits Depestele présentent de bonnes propriétés de perméabilité. Cependant, afin d'améliorer ces propriétés, de nombreux paramètres, agissant simultanément, pourraient être modifiés tels que la longueur des coutures, le poids surfacique, la densité des coutures ou l'individualisation des fibres.