

Analyse et modélisation du développement de porosités lors de la cuisson de composites thermodurcissables.

GDR MIC, MIC Week, Bordeaux, 16 novembre 2017

Steven Le Corre, Basile de Parscau du Plessix, Patrice Lefebure,
Vincent Sobotka, Frédéric Jacquemin

¹ LTEN, ² GeM, ³ Airbus Group Innovation, ⁴ Ariane Group

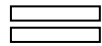


Contexte

Matériau :

Préimprégné HP à matrice thermodurcissable (époxy) renforcée par des fibres de carbone (CFRC)

Porosités éventuelles



Objectif industriel :

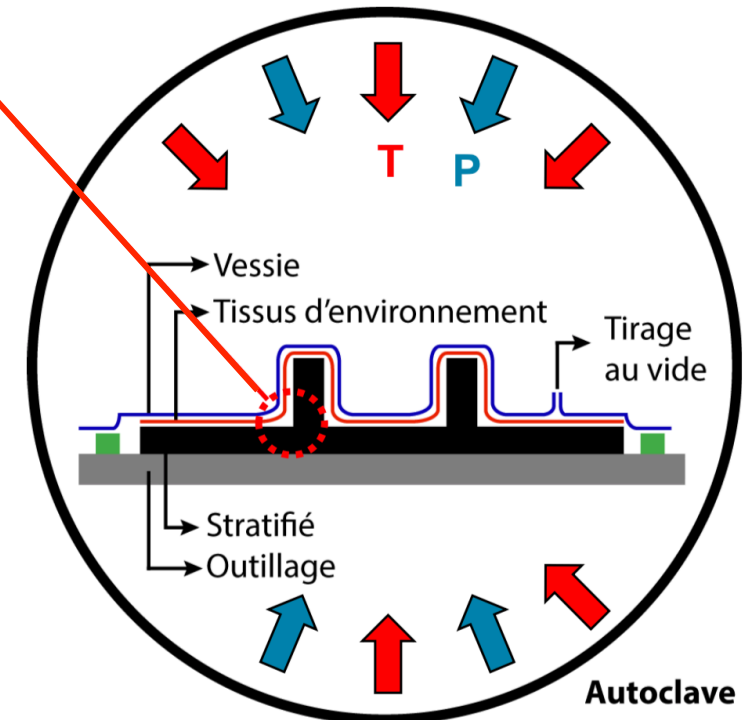
Réduire les coûts de production

- Maîtriser la santé des pièces produites

Problématique :

Comment maîtriser le développement de porosités lors de la cuisson ?
Effets de l'humidité, aléas de stockage ?

- Modèle de croissance de bulles quantitatif



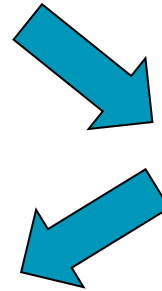
Etat de l'art modélisation de la croissance des porosités

Croissance de bulles

P.S. Epstein et M.S. Plesset (1950)

L.E. Scriven (1958)

- Stabilité d'une bulle de gaz dans une solution liquide saturée en gaz



J.L. Kardos et al. (1986)

J.R. Wood and M.G. Bader (1993)

- Application des modèles précédents à la fabrication de pièces composites

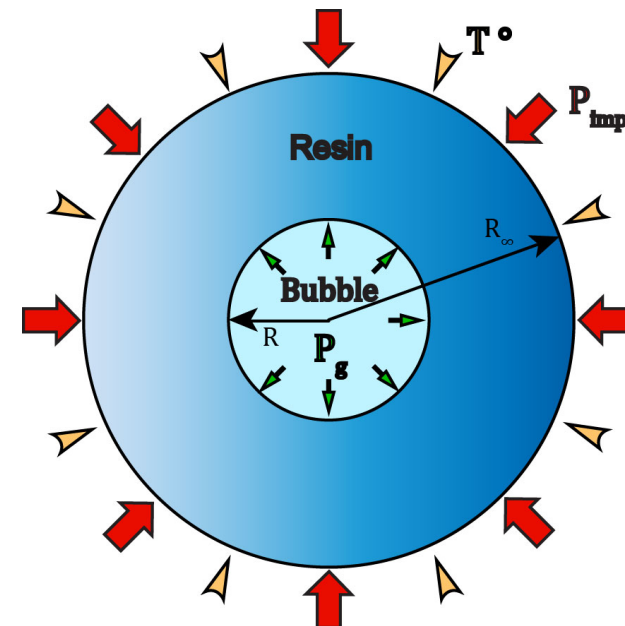
Y. Ledru (2009)

- Couplage du modèle de Wood avec les effets thermo-mécaniques et avec un modèle de polymérisation



Hypothèses principales :

- Bulle sphérique entourée seulement de résine
- Matrice = fluide newtonien incompressible
- Matrice = milieu infini
- Pas de coalescence



Etat de l'art modélisation de la croissance des porosités

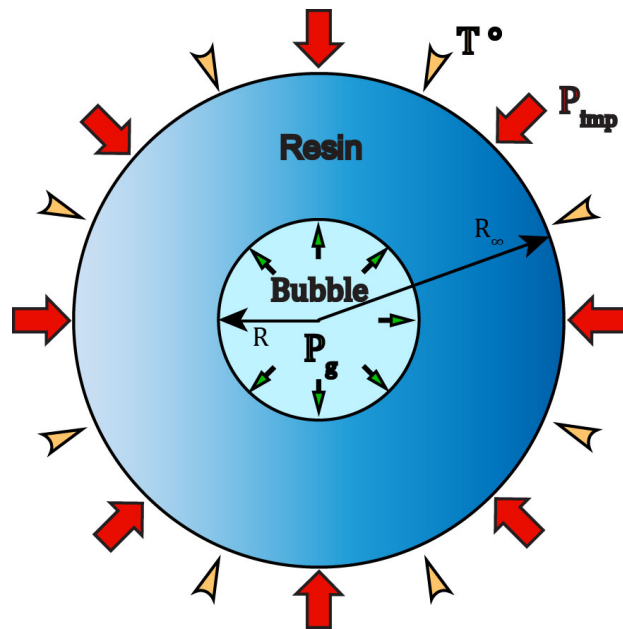
Equations de base

$$v(r) = \frac{\dot{R}R^2}{r^2} \quad \text{Cinématique incompressible}$$

$$\dot{R} = \frac{(p_g - p_{imp})R}{4\eta} - \frac{\gamma_S}{2\eta} \quad \text{Equilibre mécanique} \quad p_g = \frac{3nR_bT}{4\pi R^3} \quad \text{Gaz parfait}$$

$$\frac{dn}{dt} = -\frac{4\pi R^2 J(R)}{M_{gaz}} \quad \text{Diffusion interfaciale} \quad J(R) = -D \left(\frac{\partial C}{\partial r} \right)_{r=R} \approx D \left(\frac{C_\infty - C_{sat}}{R} \right)$$

Solution analytique de Crank (1975)



Paramètres essentiels

- Viscosité η
- Tension de surface γ_S
- Température T
- Coefficient de diffusion D
- Concentration vapeur initiale C_∞
- Concentration vapeur à saturation C_{sat}
- Évolutions dues à la réaction chimique α $\eta(T, \alpha)$ $D(T, \alpha)$

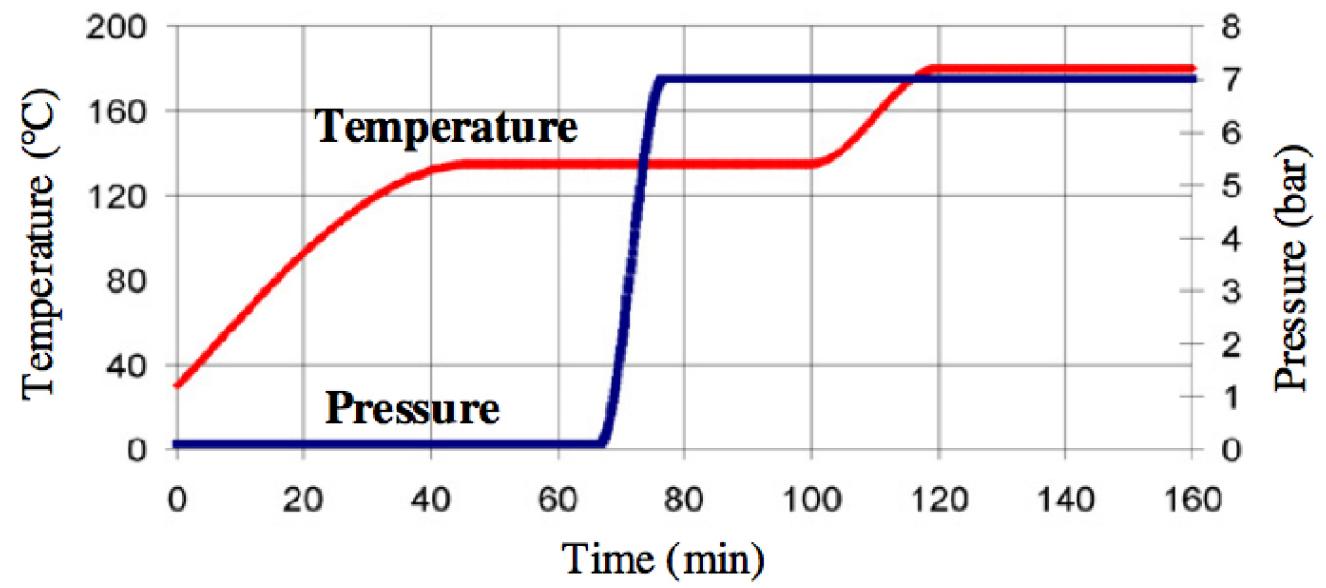
Etat de l'art : modélisation de la croissance des porosités

Résultats sur composites

Cycle de cuisson classique

Prédiction de ces approches:

$R \approx 20mm$



Y. Ledru, « Etude de la porosité dans les matériaux composites stratifiés aéronautiques », Ph.D. dissertation, Université de Toulouse, 2009.

Démarche

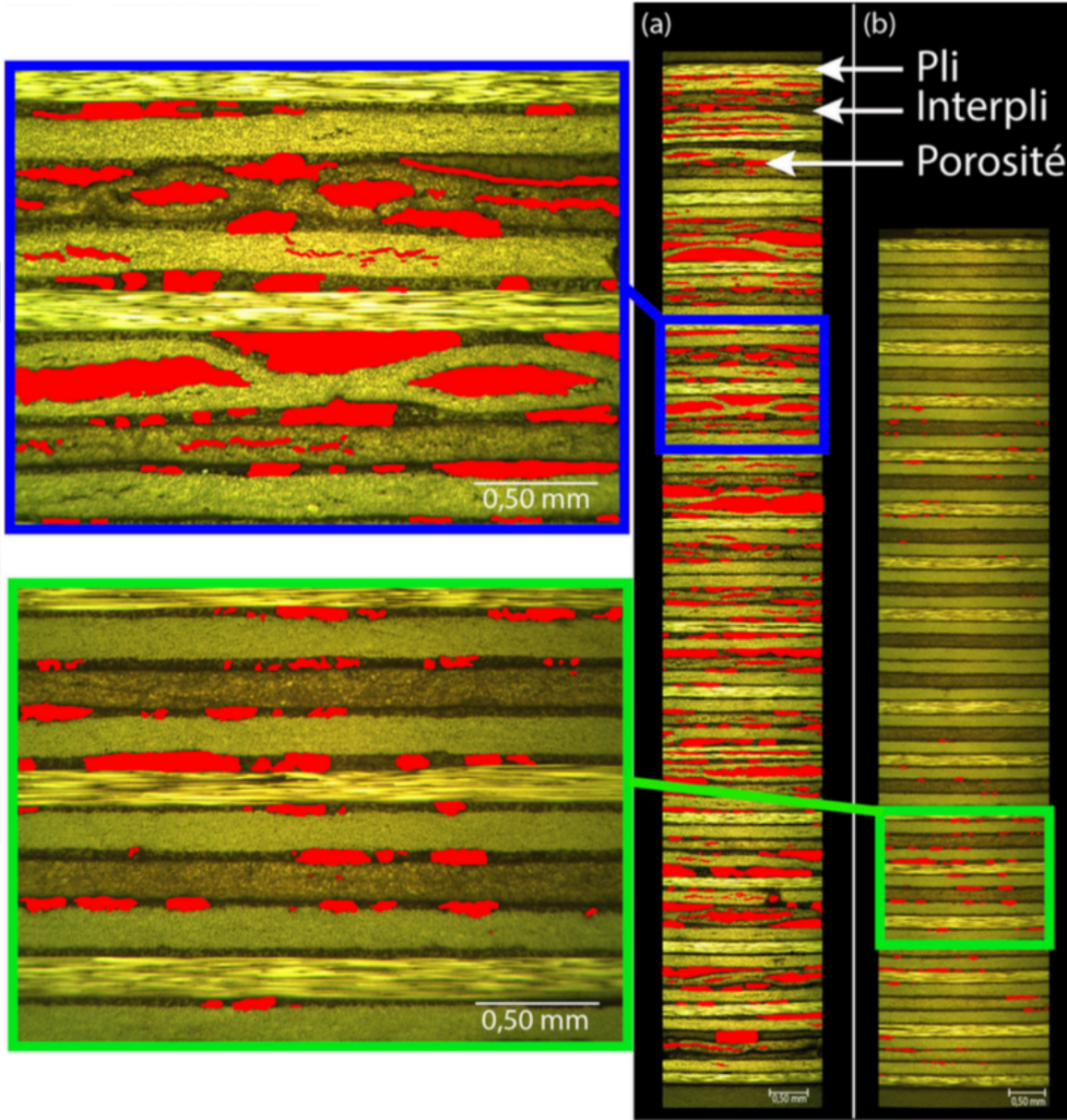
- Compréhension des phénomènes
- Caractérisation des propriétés matériaux
- Modélisation de la croissance des porosités

Compréhension des phénomènes

Origine des porosités

- Solvants ?
- Humidité ?**
- Air piégé ?

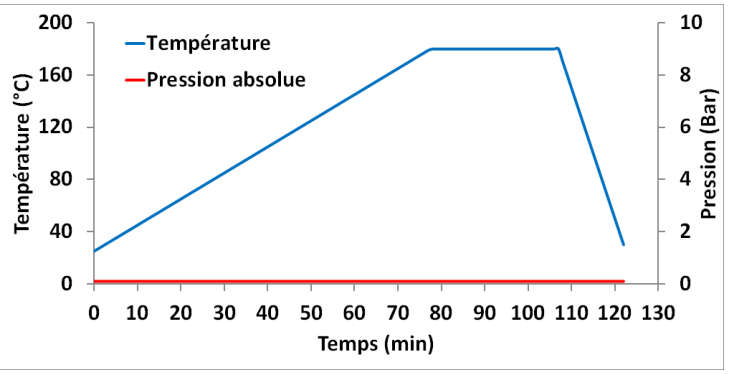
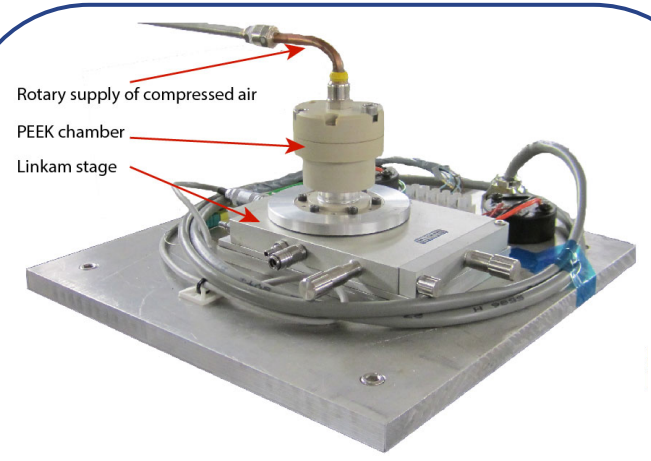
| | Stratifié (a) | Stratifié (b) |
|-------------------------|------------------------------|-------------------------|
| Pression | Vide uniquement | Vide uniquement |
| Température de palier | 140 °C | 140 °C |
| Vieillessement humide | 84% RH, 50°C, 7 jours | 55% RH, 25°C, 8h |
| Teneur en eau théorique | 0.8 % | 0.07 % |
| Taux de porosité | 12,6 % | 2,2 % |



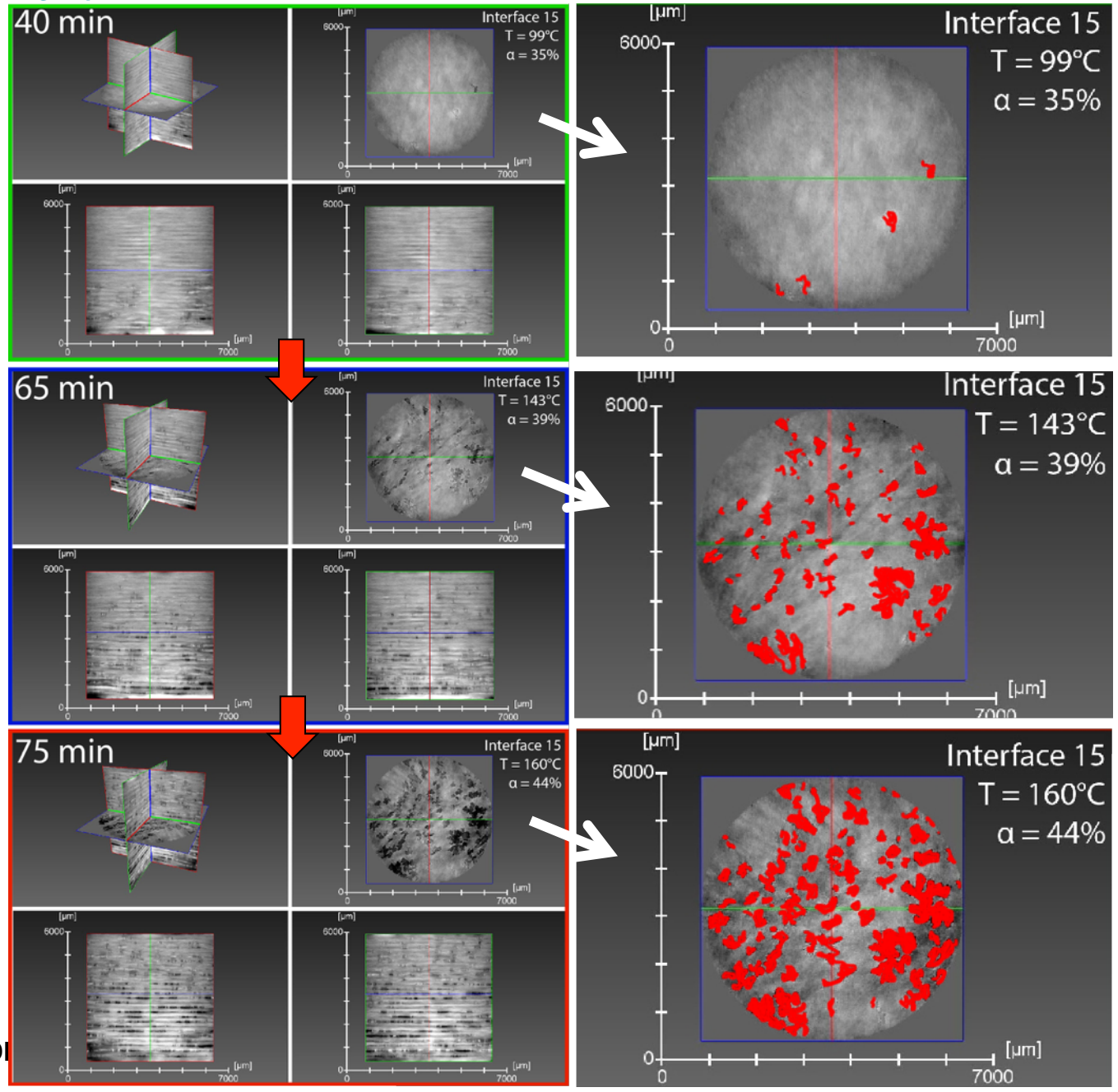
Compréhension des phénomènes

Observation in-situ du développement

Manip à l'ESRF



Cuisson d'un échantillon partiellement polymérisé (35%) après vieillissement humide (30°C / 84%RH / 7 j)

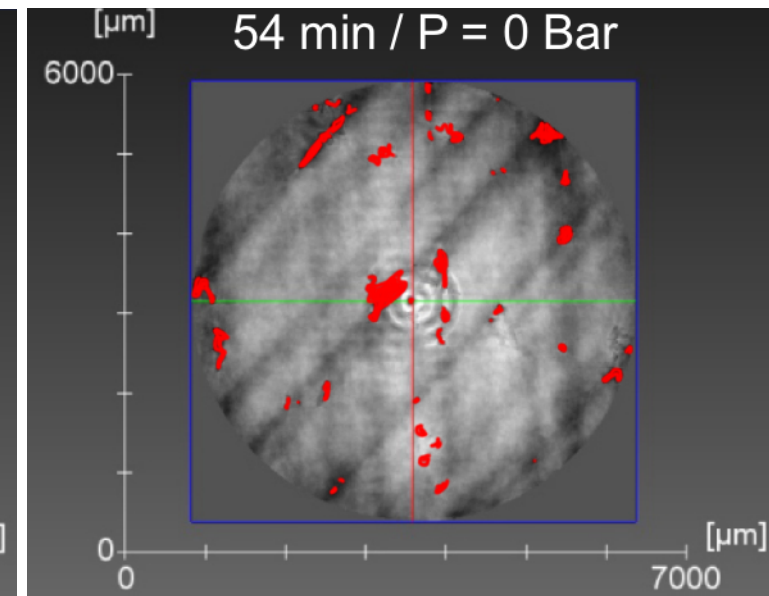
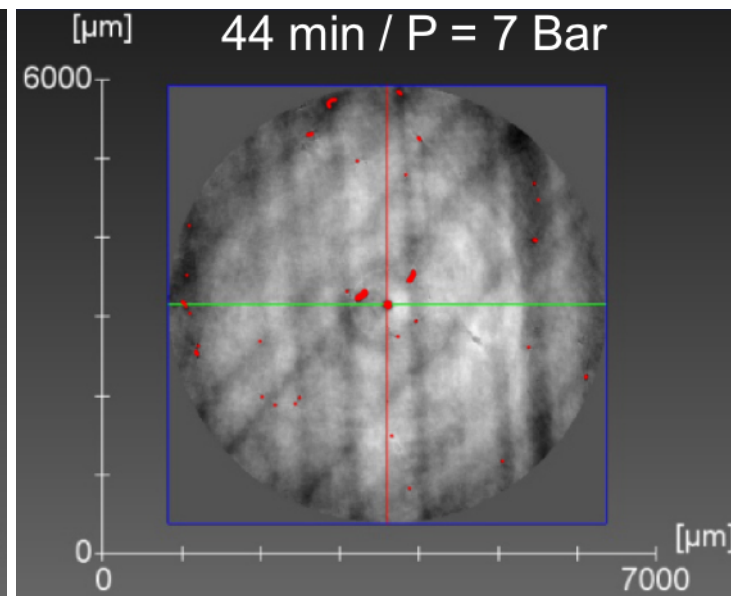
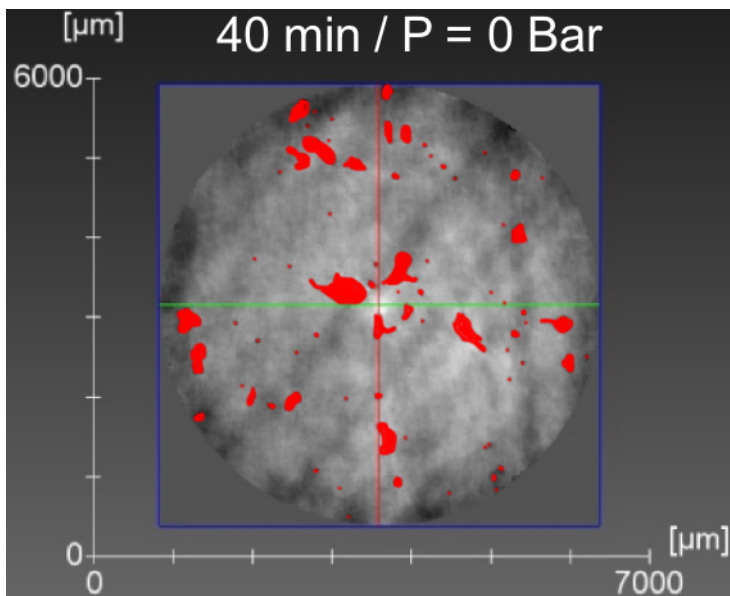
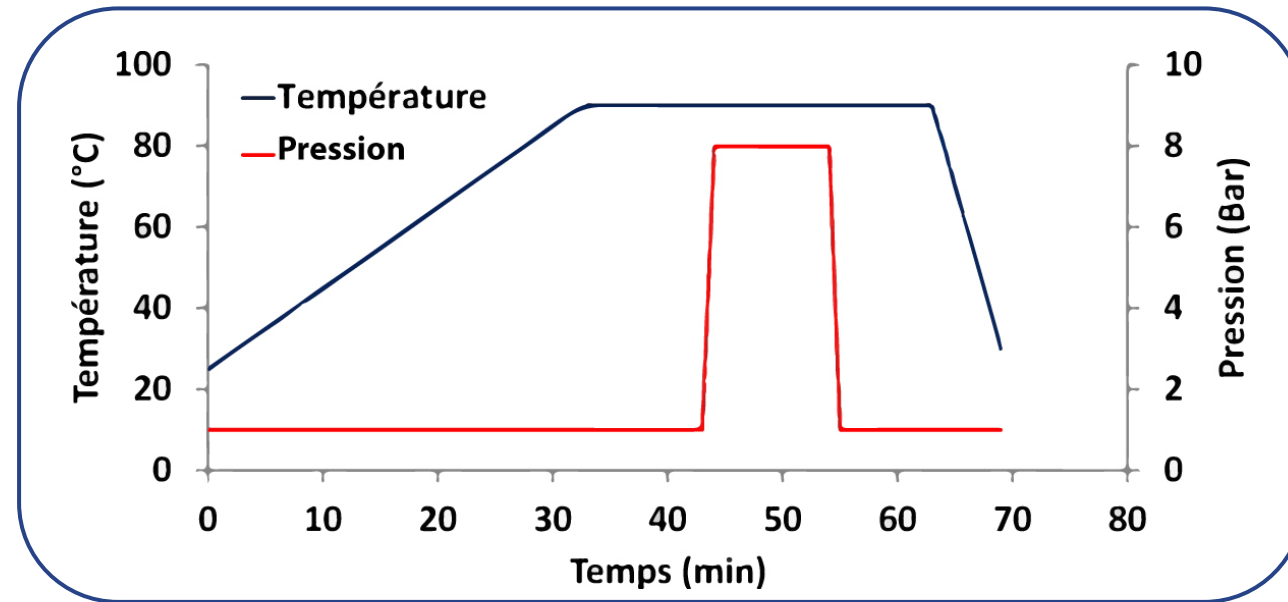


GDI

Compréhension des phénomènes

Phénomènes réversibles

Cuisson d'un échantillon cru
après vieillissement humide
(30°C / 84%RH / 7 j)

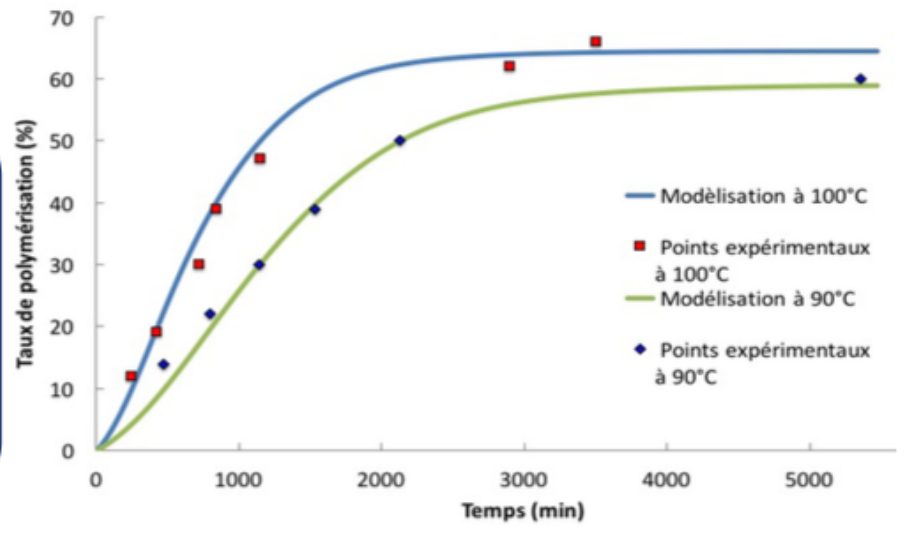


Caractérisation des propriétés matériaux

Polymérisation et Rhéologie

Cinétique : Modèle développé par AGI

$$\frac{d\alpha}{dt} = \underbrace{(k_1(1 - \alpha)^{n_1} + k_2\alpha^{n_2}(1 - \alpha)^{n_3})}_{\text{Kamal \& Sourour}} \underbrace{\left(\frac{2}{1 + \exp\left(\frac{\alpha - \alpha_{max}}{b}\right)} - 1\right)}_{\text{Fournier}}$$

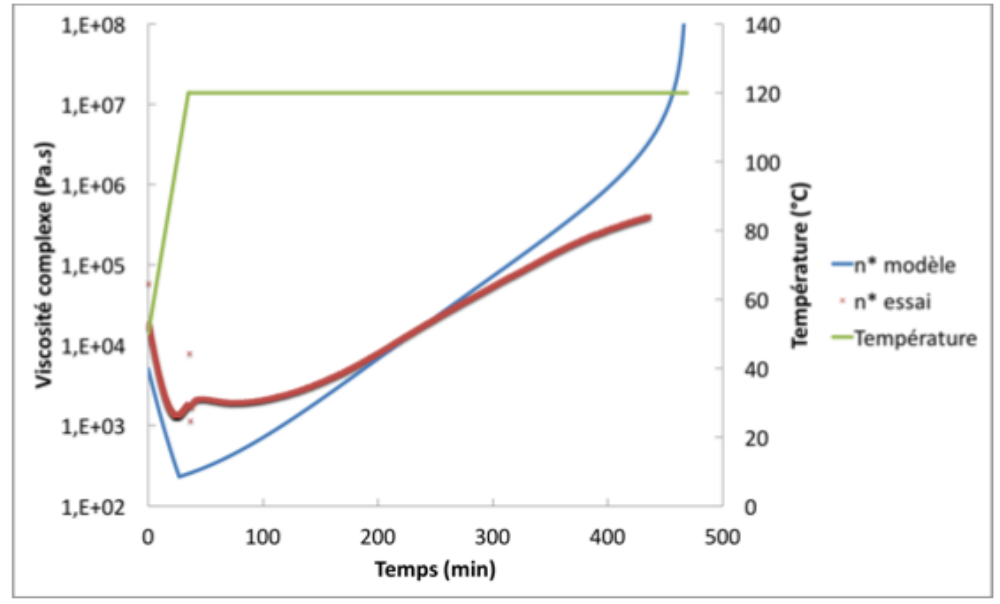


Tg : Modèle de Dibenedetto

$$\frac{(T_g - T_{g0})}{(T_{g\infty} - T_{g0})} = \frac{\lambda\alpha}{[1 - (1 - \lambda)\alpha]}$$

Chimio-rhéologie : Modèle de Castro & Macosko

$$\eta(T, \alpha) = \eta_g \exp\left[-\frac{C_1(T - T_g(\alpha))}{C_2 + T - T_g(\alpha)}\right] \left[\frac{\alpha_{gel}}{\alpha_{gel} - \alpha}\right]^{\eta_{rheo}}$$



Caractérisation et modélisation des propriétés matériaux

Comportement diffusif

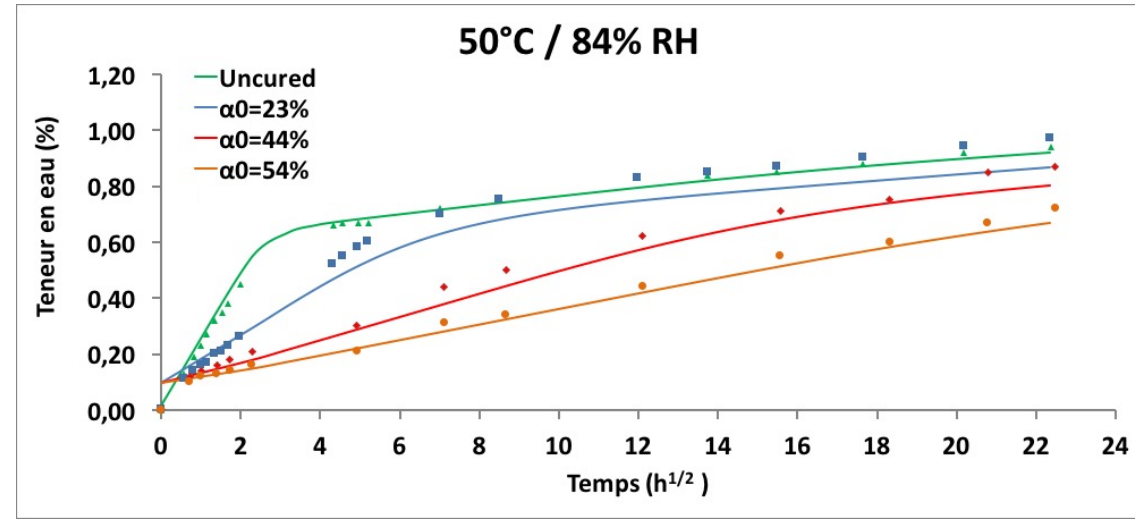
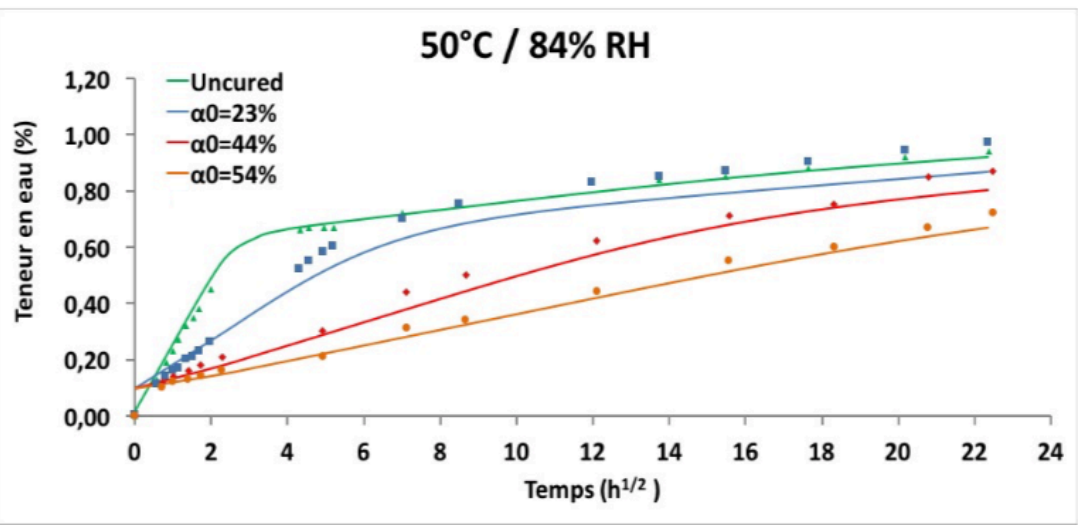
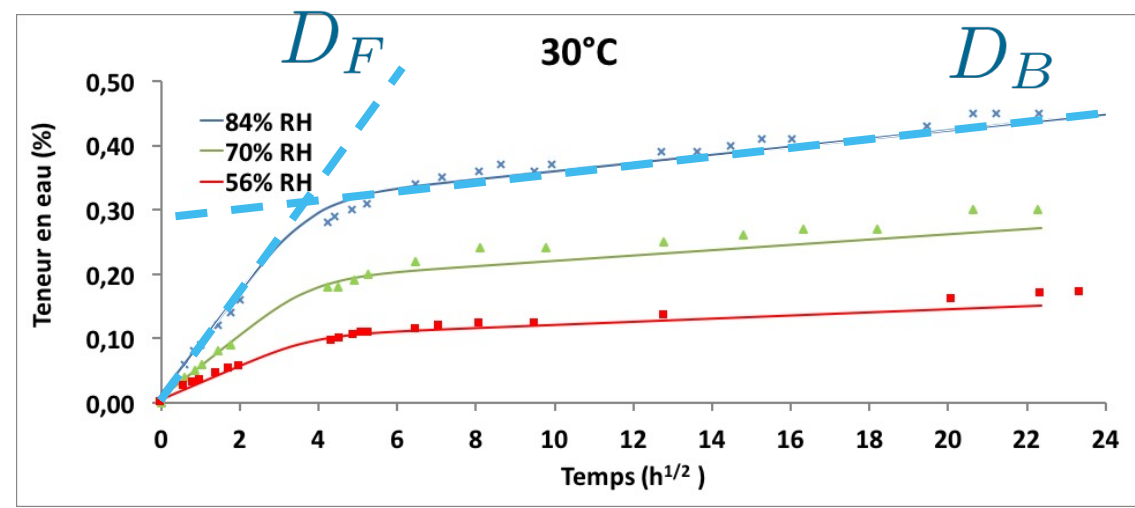
B. de Parscau et al. J. Composite Materials, 2015.

❑ Essais de vieillissement humide à différents : $T, \%RH, \alpha(0)$

❑ Comportement type Dual-Fick

$$\frac{\partial C_F}{\partial t} = D_F(T, \alpha) \frac{\partial^2 C_F}{\partial x^2}$$

$$\frac{\partial C_B}{\partial t} = D_B(T, \alpha) \frac{\partial^2 C_B}{\partial x^2}$$



Modélisation de la croissance de porosités

Approche classique + modèle diffusif amélioré + cinétique + rhéologie

$$\frac{d\alpha}{dt} = f(T, \alpha)$$

$$\dot{R} = \frac{(p_g - p_{imp})R}{4\eta} - \frac{\gamma S}{2\eta}$$

$$\frac{dn}{dt} = -\frac{4\pi R^2 (J_F(R) + J_B(R))}{M_{gaz}}$$

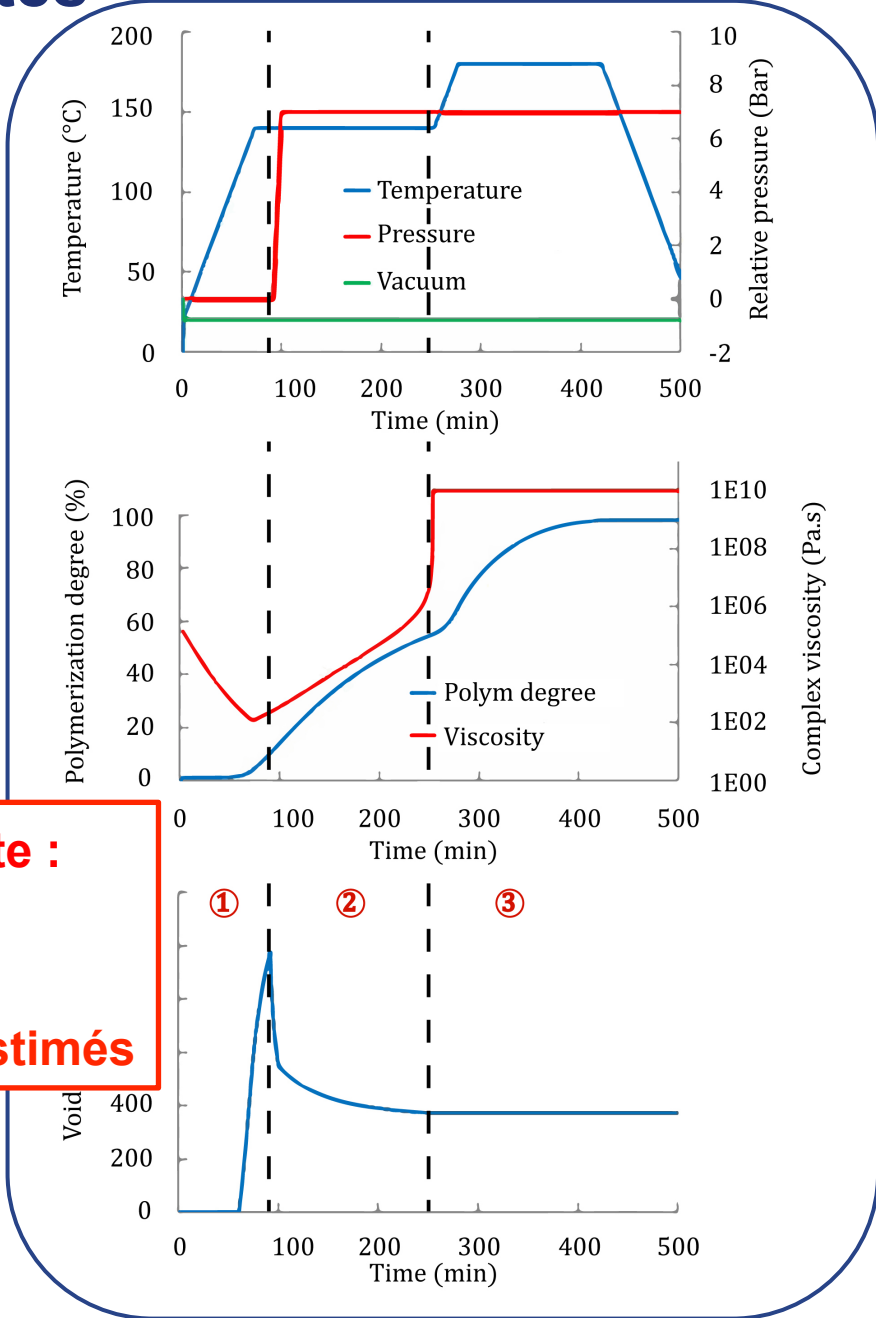
$$J_F(R) = -D_F \left(\frac{C_\infty - C_{sat}^F}{R} \right)$$

$$J_B(R) = -D_B \left(\frac{C_\infty - C_{sat}^B}{R} \right)$$

$$R_0 = 1\mu m$$

$$\alpha_{gel} = 55\%$$

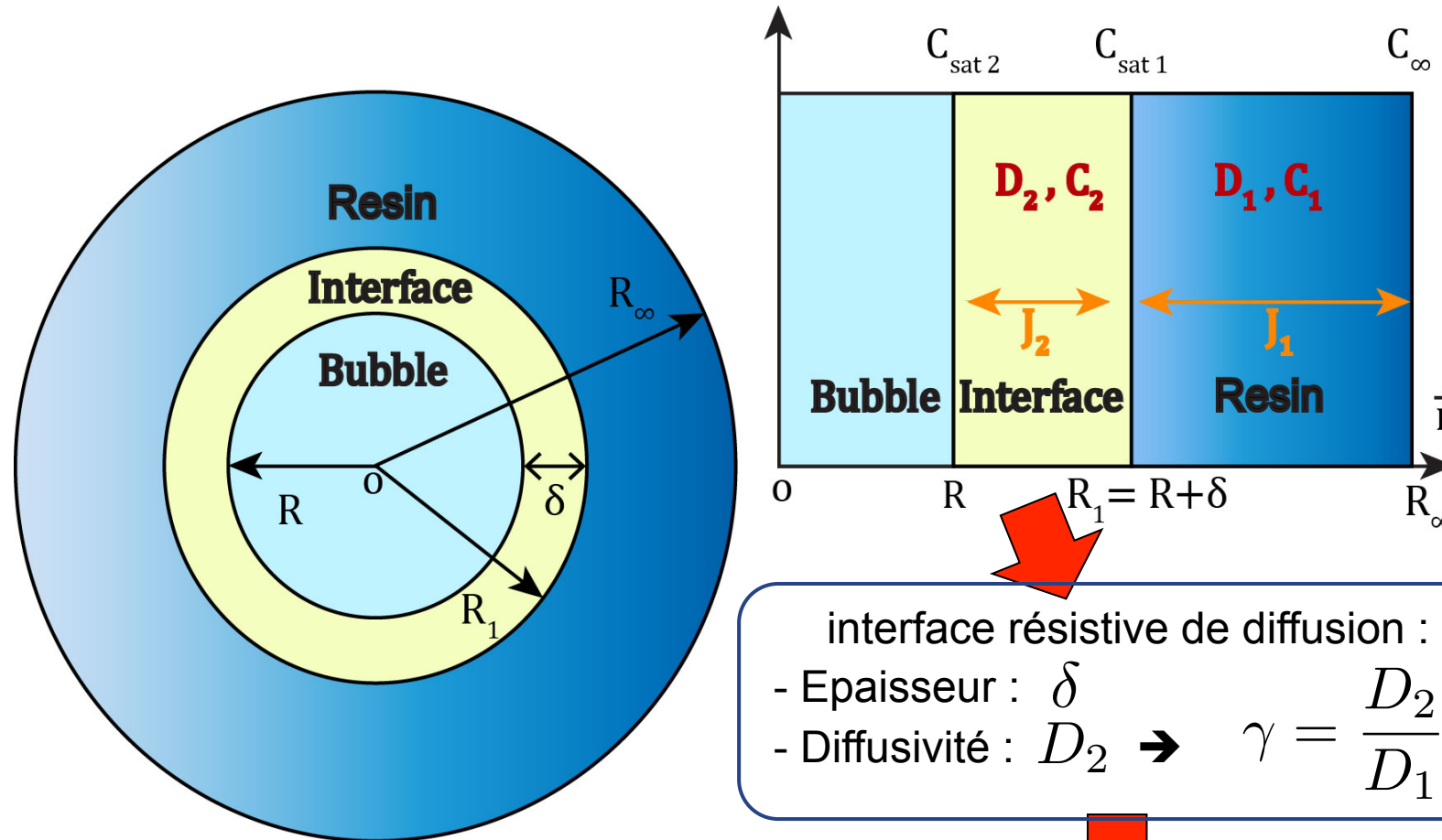
Prédiction toujours irréaliste :
 $R = 400\mu m$
→ Phénomènes diffusifs surestimés



Modélisation de la croissance de porosités

Modèle modifié : *interface résistive de diffusion*

B. de Parscau et al. Comp. Part A, 2016.



interface résistive de diffusion :

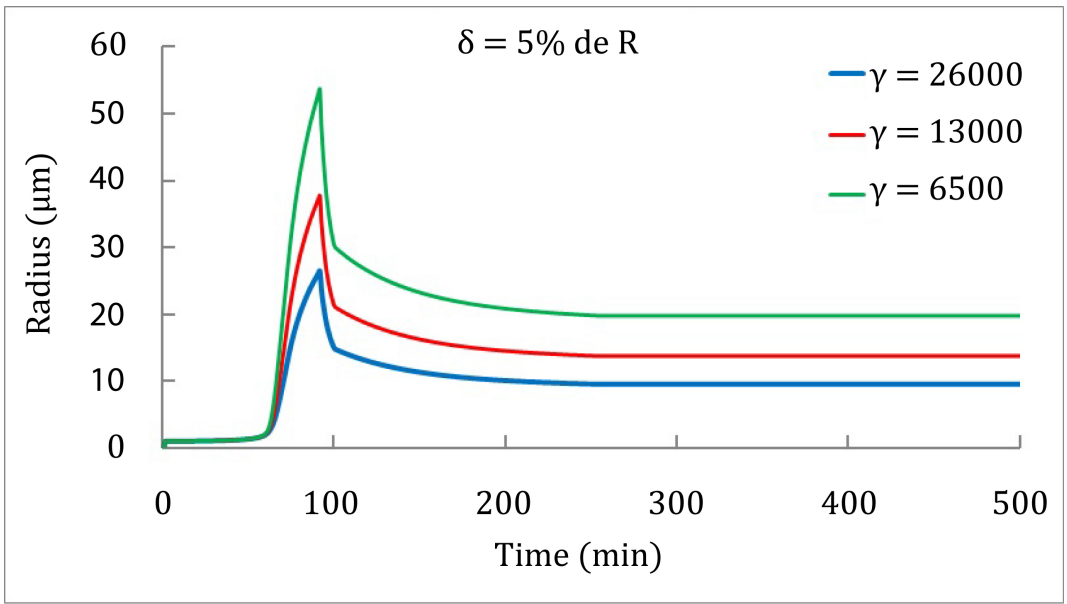
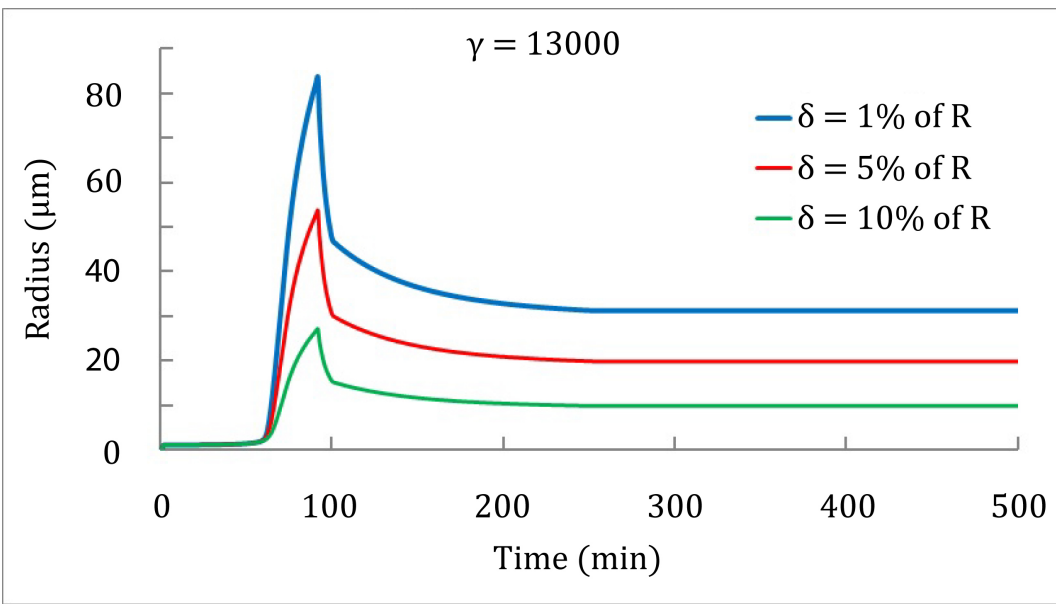
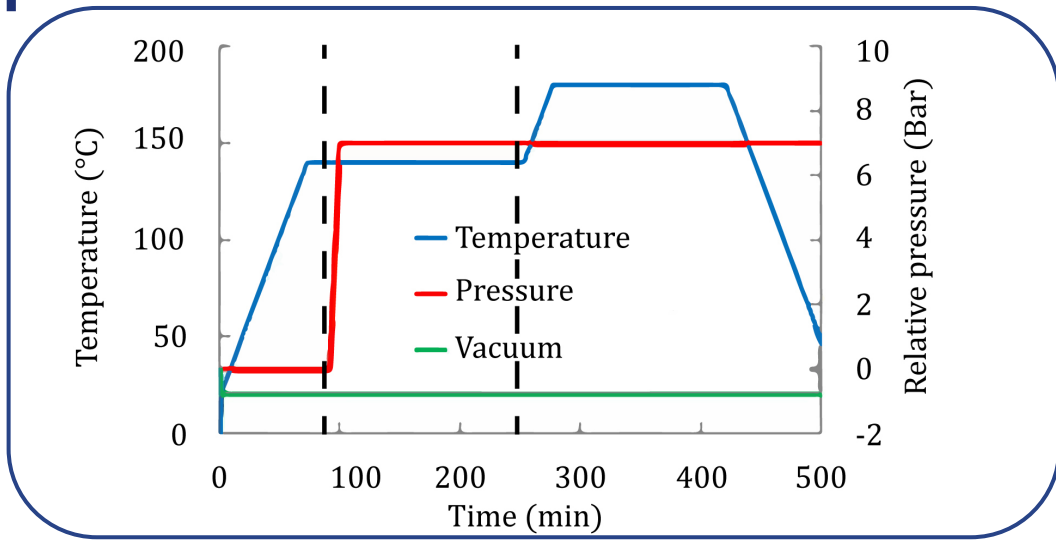
- Epaisseur : δ
- Diffusivité : $D_2 \rightarrow \gamma = \frac{D_2}{D_1}$

Solution analytique [Crank, 1975]

Flux interfacial :
$$J(R) = D_1 \frac{C_\infty - C_{sat2}}{R} \left(\frac{R + \delta}{R + \gamma\delta} \right)$$

Modélisation de la croissance de porosités

Analyse de l'effet des paramètres de la couche limite

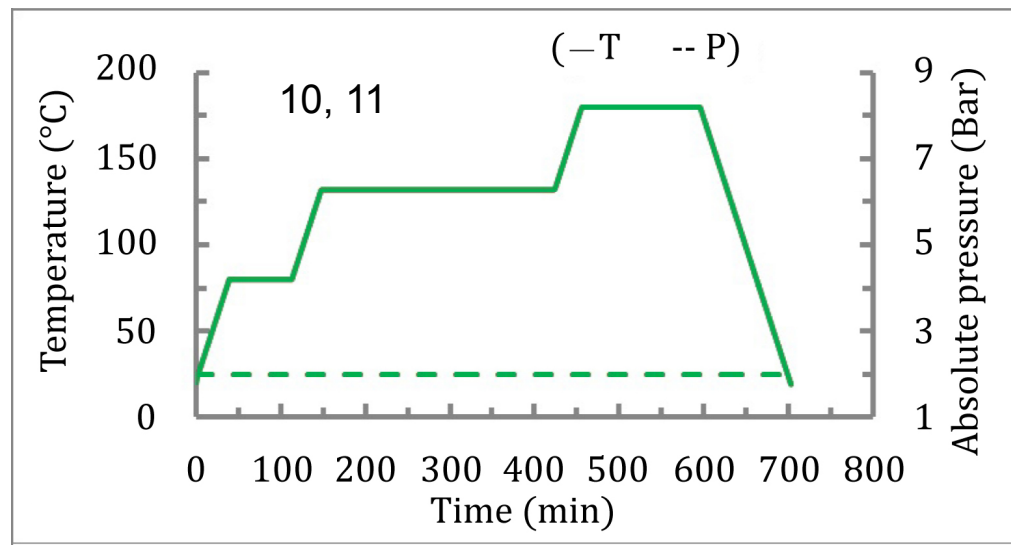
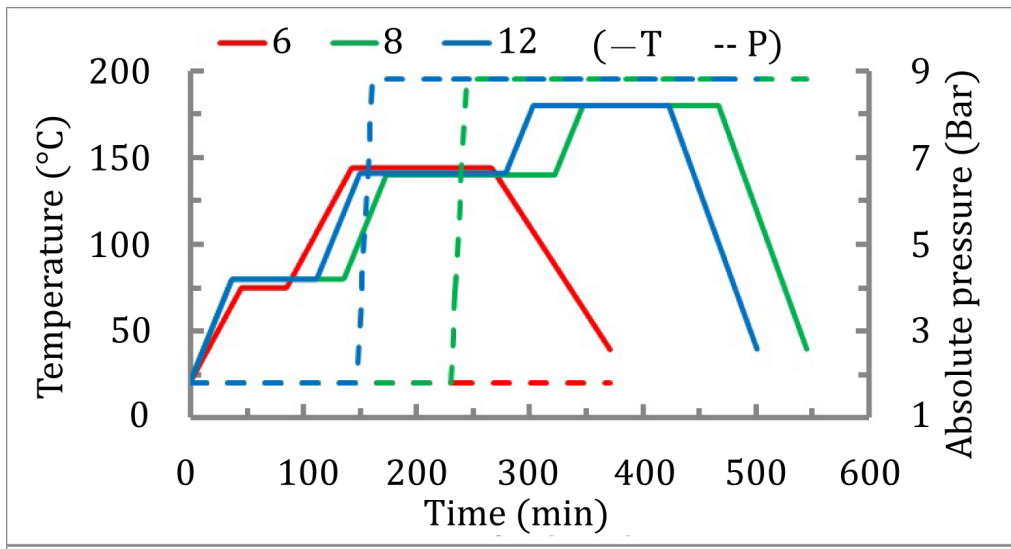
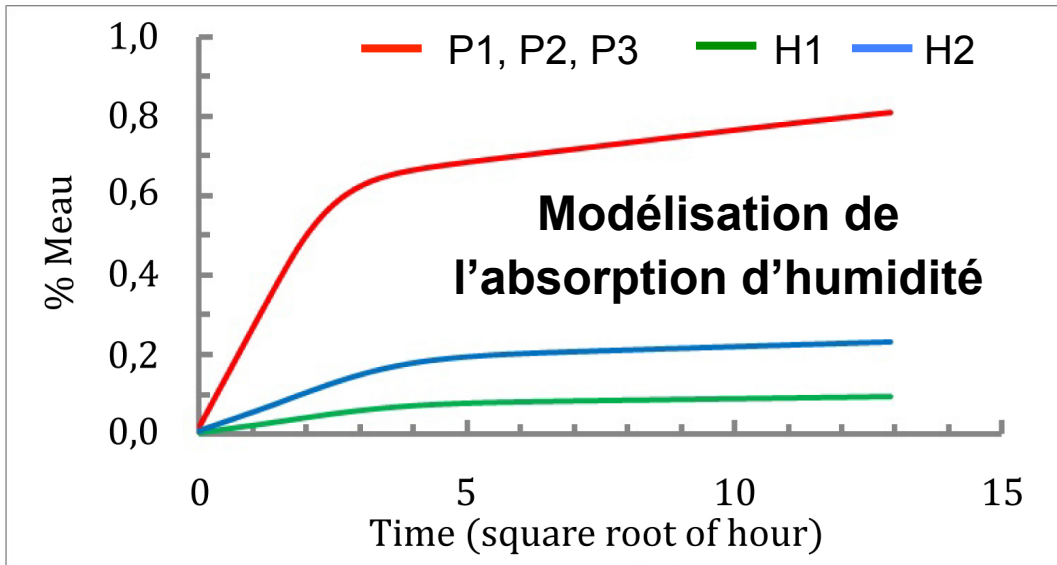
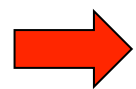


Résultats réalistes possibles

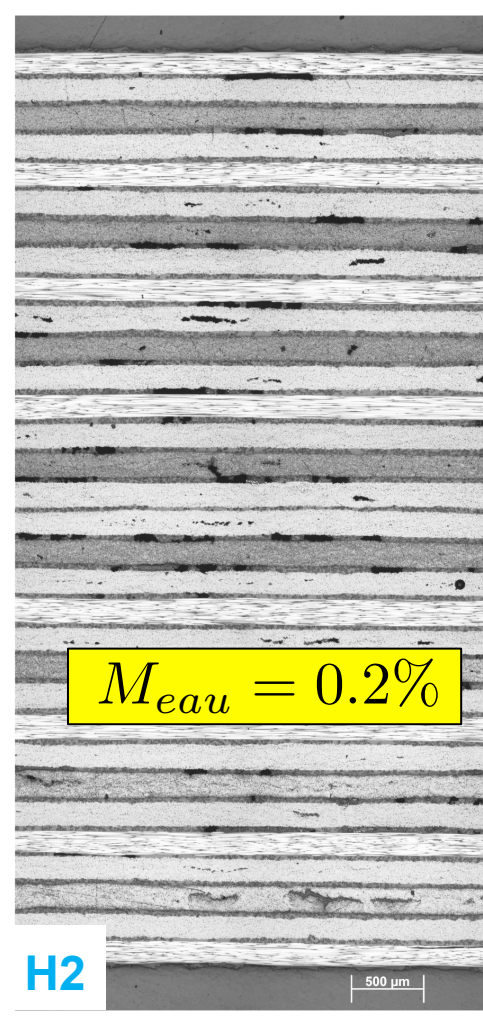
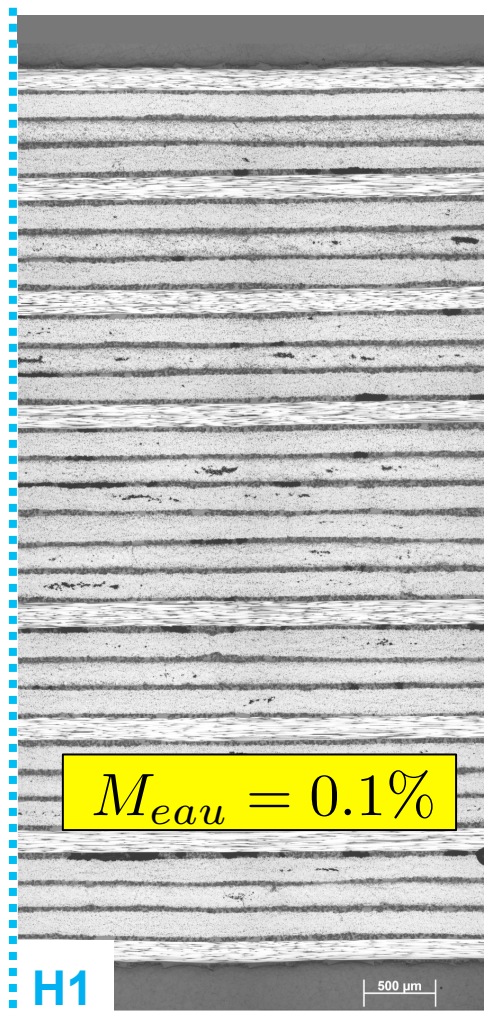
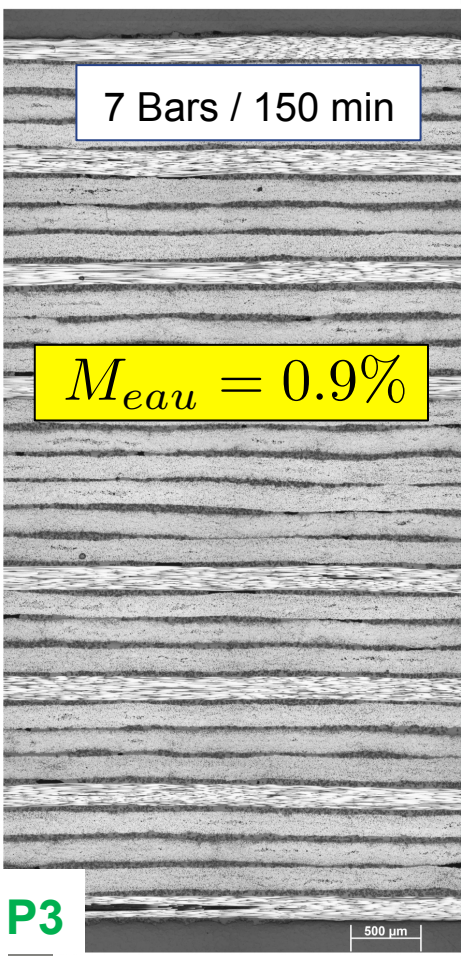
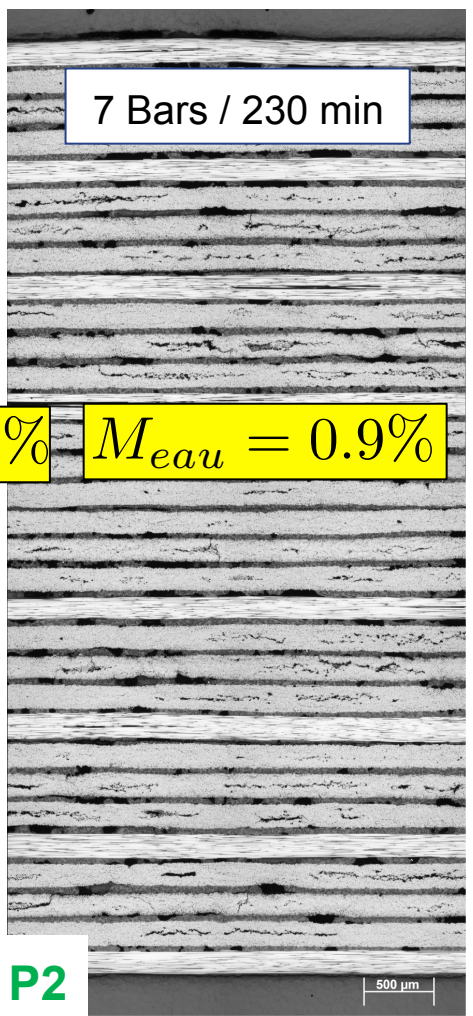
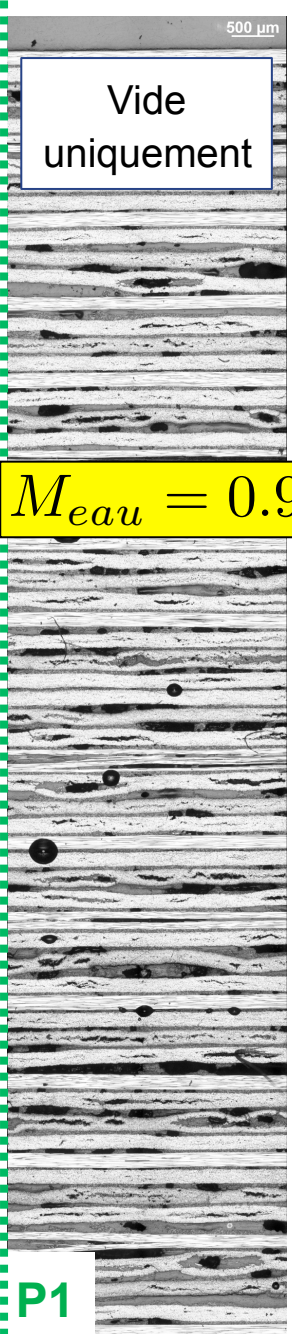
Modélisation de la croissance de porosités

Validations expérimentales

| Plaque | Viellissement |
|------------|-------------------------|
| P1, P2, P3 | 84% RH / 50°C / 7 jours |
| H1 | 50% RH / 30°C / 7 jours |
| H2 | 70% RH / 30°C / 7 jours |



Modélisation de la croissance de porosités



Même cycle de cuisson (vide uniquement)

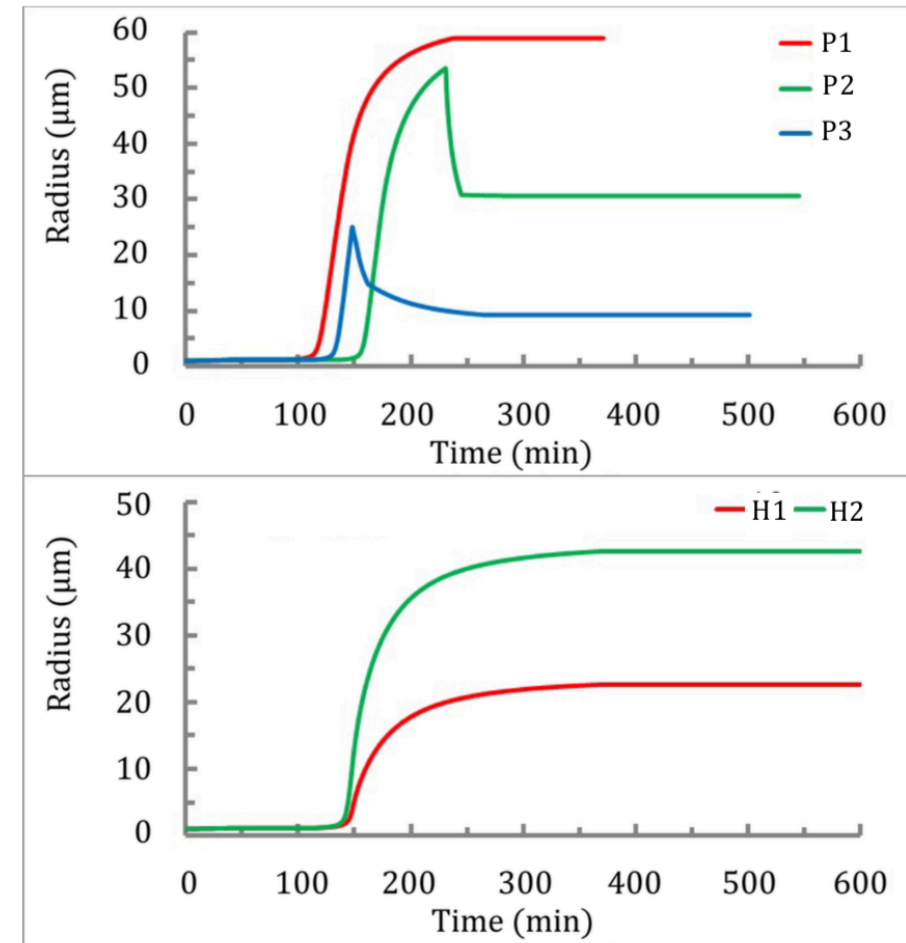
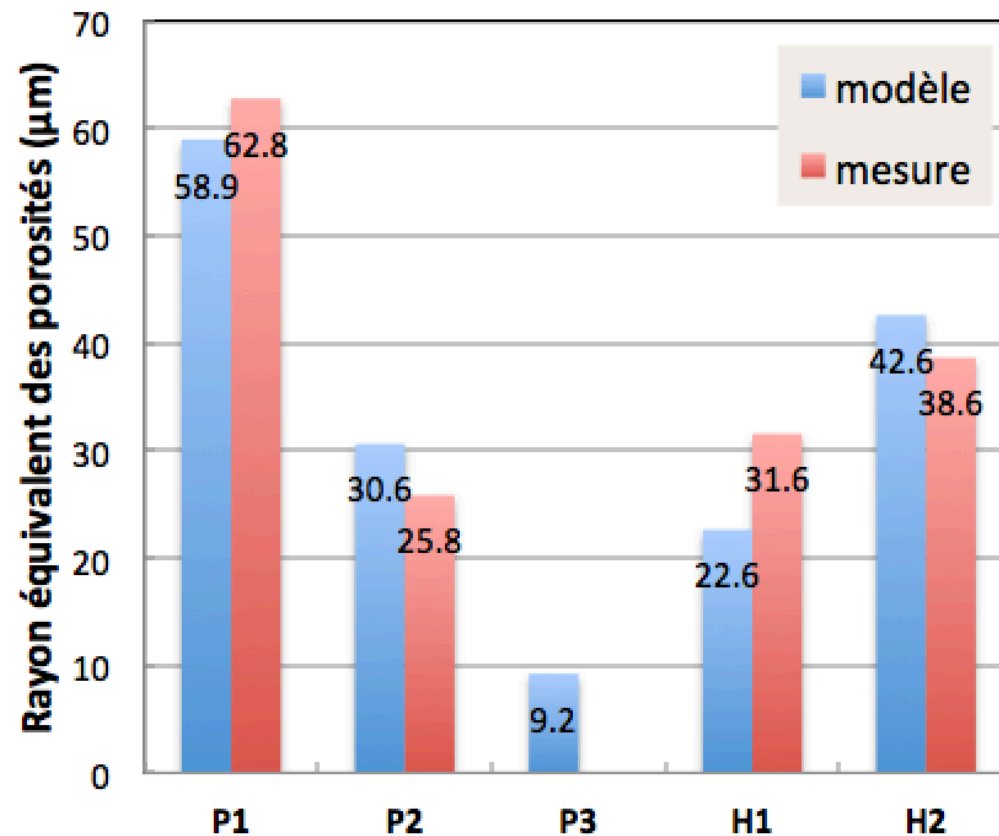
| Plaque | P1 | P2 | P3 | H1 | H2 |
|----------------------|-----|-----|-----|-----|-----|
| Taux de porosité (%) | 7,0 | 3,5 | 0,5 | 0,2 | 1,5 |

Modélisation de la croissance de porosités

Identification du paramètre γ , pour δ fixé, $\delta=0.05R$

Ajustement manuel : $\gamma \approx 15000$

B. de Parscau et al. Comp. Part A, 2016.



Résultats qualitativement et quantitativement satisfaisants

Conclusion

□ Éléments de compréhension physique

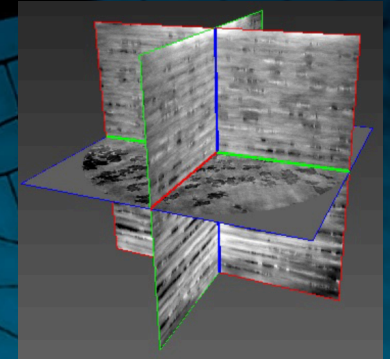
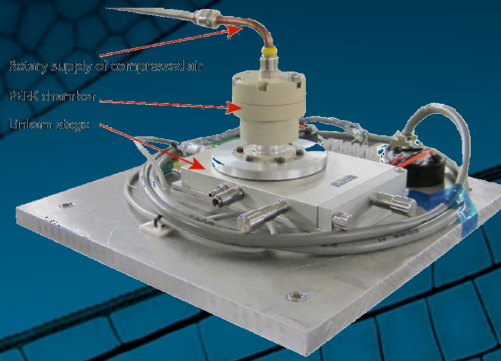
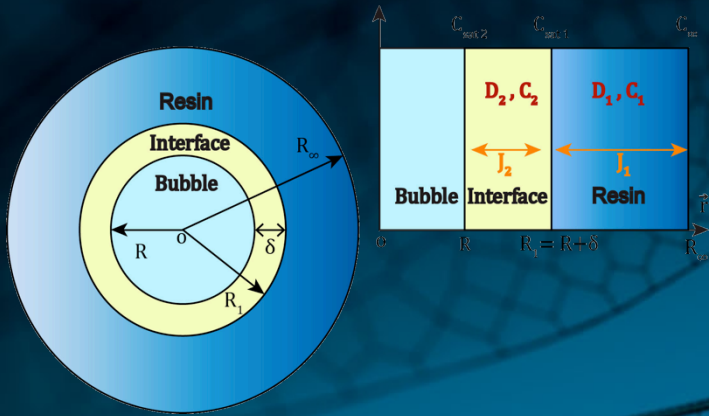
- **Rôle de l'humidité,**
- **Observation in-situ** : forte complexité des phénomènes.

□ Comportement diffusif couplé à la polymérisation

- **Modèle Dual-Fick,**
- Estimation de la teneur en eau initiale.

□ Modèle de croissance sphérique modifié

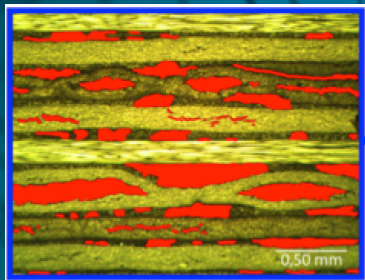
- **Interface résistive de diffusion,**
- Outil quantitatif simple pour le contrôle des cycles de cuisson.



Merci pour votre attention.

Analyse et modélisation du développement de porosités lors de la cuisson de composites thermodurcissables.

Steven Le Corre, Basile de Parscau du Plessix,
Patrice Lefebure, Vincent Sobotka, Frédéric Jacquemin



¹ LTEN, ² GeM,
³ Airbus Group Innovation, ⁴ Ariane Group

