



HAL
open science

Analyse expérimentale du procédé RTM appliqué aux pièces ablatives = Experimental study of the RTM process for ablative parts

Romain Agogué, Damien Soulat, Aurélie Telmar, Didier Zanelli

► To cite this version:

Romain Agogué, Damien Soulat, Aurélie Telmar, Didier Zanelli. Analyse expérimentale du procédé RTM appliqué aux pièces ablatives = Experimental study of the RTM process for ablative parts. JNC 16, Jun 2009, Toulouse, France. 9 p. hal-00385515

HAL Id: hal-00385515

<https://hal.science/hal-00385515>

Submitted on 11 Jun 2009

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

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

Analyse expérimentale du procédé RTM appliqué aux pièces ablatives

Experimental study of the RTM process for ablative parts

Romain Agogue¹, Damien Soulat¹, Aurélie Telmar¹, Didier Zanelli²

1 : Institut PRISME /MMH

Polytech'Orléans, 8 rue Léonard de Vinci, 45072 Orléans cedex 2

Email : romain.agogue@univ-orleans.fr, damien.soulat@univ-orleans.fr, aurelie.telmar@univ-orleans.fr,

2 : Roxel / Protac

Route d'Ardon, 45240 La Ferté Saint Aubin

Email : d.zanelli@roxelgroup.com

Résumé

Dans le cadre d'une application de géométries axisymétrique en matériaux composites ablatifs, ce travail décrit les étapes du procédé de fabrication, de type RTM, mises en place pour cette étude. L'importance des paramètres procédés et matériaux lors des différentes phases est mise en évidence. En adéquation avec le cahier des charges et le procédé, le choix des matériaux est justifié. La démarche expérimentale des différentes phases spécifiques au procédé est présentée. Parmi les paramètres étudiés la variation de la fraction volumique ainsi que l'angle de cisaillement sont plus spécifiquement analysés lors de l'étape de dépose du renfort. Ces paramètres étant essentiels pour la phase d'injection mais également pour évaluer la qualité des pièces réalisées. Un modèle de déformabilité des mèches, basé sur l'angle de cisaillement, est mis en œuvre et comparé avec les relevés expérimentaux sur les gaines utilisées. Concernant l'étape d'injection, le banc expérimental développé pour l'étude est détaillé. Ce banc permet de réaliser des pièces axisymétriques mais également, afin de s'affranchir de la géométrie, des plaques planes. Associée à la fraction volumique de renforts, l'importance de la connaissance de la perméabilité des renforts est mise en évidence.

Abstract

In case of tubes in composite ablative materials, this work describes the several step of the RTM fabrication process. The importance of the processes and materials parameters during the various stages is shown. The choice of materials in adequacy with the specifications and the process is justified. The experimental development is detailed. The shear angle and the density of fibres after the reinforcement placing step are particularly analyzed. These parameters are essentials for the injection step and for the quality of the piece realized. A model of deformability, in case of pure shearing, is presented and compared to experimental measure on braids used for this application. For the injection step, the experimental frame is presented. This machine is well adapted for geometry like tube or plane plate and all parameters like flow rate, pressure gradient, temperature can be measured during this step. Associated to the fibre density the importance of the permeability of the reinforcement is shown. In collaboration with the University of the Havre, some permeability results for the braid used are presented.

Mots Clés : Procédé RTM, matériaux ablatifs, approche expérimentale, déformabilité des renforts.

Keywords : RTM process, ablative materials, experimental approach, reinforcement deformability

1. Introduction

La conception des structures composites est fortement dépendante de la méthode de fabrication utilisée. Pour un matériau donné, c'est à dire un type de renfort et une résine, certaines géométries sont envisageables, d'autres non, dans le cadre d'un procédé de mise en œuvre. Celui-ci conditionne également le caractère optimal ou non de la pièce fabriquée dans la mesure où il influe de façon significative sur l'état final, en particulier sur la disposition (orientation et densité) des renforts et sur la présence ou non de défauts. En conséquence, la conception des structures composites demande des outils, numériques ([1], [2]) ou expérimentaux ([3], [4]) permettant de prendre en compte le procédé de fabrication. Parmi les procédés utilisés pour la mise en œuvre des composites, on distingue les technologies utilisant des matrices thermodurcissables (drapage des pré imprégnés et famille des procédés LCM (Liquid Composite Molding)) de celles basées sur la mise en forme, à chaud, de plaques à matrice thermoplastique [5].

Dans ce travail on s'inscrit dans le cadre de procédé par injection de la famille des LCM et plus spécifiquement au procédé R.T.M. (Resin Transfert Moulding). Ce procédé, en moule fermé, présente l'avantage de réduire la quantité de volatils, d'obtenir de très bonnes tolérances géométriques et un faible taux de porosité ([6], [7], [8]). Par ailleurs ce procédé présente l'avantage de se dissocier en phases distinctes. En tout premier lieu les étapes sur le renfort sec (mise en forme ou dépose, éventuellement suivi d'une compaction sèche), qui permettent de quantifier les paramètres procédés ou matériaux propres aux renforts fibreux. Sur ces premières étapes nous nous intéresserons principalement à la déformabilité des renforts considérés. De nombreuses études ont montré que cette déformabilité est associée à l'état de cisaillement des renforts [9], [10]. L'état de cisaillement des renforts est un problème particulier à cause de la complexité des renforts, dont notamment : matériau non continu, problème multi échelle. Les caractéristiques en cisaillement peuvent être identifiées expérimentalement indépendamment du procédé par le biais d'essais de cadre de cisaillement (« Picture Frame ») ou de traction hors direction des renforts (essai « bias-test »). Ces approches ont fait l'objet de nombreuses études [11], [12], [13] dont un benchmark international [14]. Dans le cadre de ce papier, nous nous intéressons à la déformabilité des renforts considérés lors du procédé de dépose, l'objectif étant de définir un modèle permettant d'évaluer l'angle de cisaillement localement et d'en déduire la fraction volumique de fibres le long de la pièce. Associé à ce modèle, la démarche expérimentale permet de corréliser ces développements analytiques. Les phases du procédé RTM mises en œuvre dans le cadre de cette étude qui suivent cette étape de dépose concernent d'une part une étape de compaction sèche permettant d'homogénéiser la préforme et surtout l'imprégnation de ces renforts par des résines de faible viscosité. L'importance d'une bonne connaissance de la fraction volumique de fibres pour cette phase d'injection est essentielle d'une part pour la perméabilité, mais également pour évaluer la qualité de la pièce finale.

L'application industrielle traitée dans ce travail concerne la fabrication de tubes composites. Nous décrirons dans une première partie la problématique ainsi que le choix des matériaux de même que l'ensemble des étapes spécifiques du procédé de fabrication. Dans une seconde partie un modèle a été développé permettant d'estimer la fraction volumique mais également l'angle de cisaillement le long du rayon lors de l'étape de dépose. Associée à la phase d'imprégnation nous décrirons le banc instrumenté mis en place ainsi que la détermination de la perméabilité. Notons que cette étude s'inscrit dans le cadre du projet ANR Matériaux et Procédés LCM3M « Procédés LCM nouveaux. Analyse multi échelles ».

2. Problématique et descriptif des étapes

Les matériaux considérés sont de types ablatifs [15]. En fonction de l'application envisagée des pièces, et plus spécifiquement des différents écoulements gazeux avec lesquelles elles sont en contact deux classes de natures de fibres sont envisagées. Soit des fibres de carbone pour des pièces en contact avec des gaz réducteurs, mais également des fibres de silice ou de basalte pour des pièces en contact avec des gaz oxydants. Concernant les résines, les choix se sont tournés sur des résines de type phénoliques. Dans le cahier des charges imposé, le contrôle de l'orientation des fibres relativement à l'axe des tubes, est un paramètre essentiel à respecter. Afin de satisfaire à ces contraintes (géométrie et respect de l'orientation) le procédé de fabrication des pièces se décompose en quatre étapes distinctes dont trois sont représentées sur le schéma (Fig.1).

Dans la figure 1, sont indiqués à gauche les paramètres mis en jeu, soit inhérents aux étapes du procédé mais également propres aux matériaux utilisés et à droite apparaissent les quantités à contrôler, à l'issue de chaque étape. Les trois phases principales du procédé sont les suivantes :

- Une phase de dépose du renfort sec sur un moule ayant la forme d'un tube. La structure choisie associée à cette étape de dépose se présente sous forme de gaine (Fig.2). Lors de cette étape chaque épaisseur de gaine est positionnée, ligaturée puis repliée. Notons que la déformabilité des gaines est spécifique relativement à celle des renforts tissés ou tricotés.

- Une phase de compaction sèche au cours de laquelle une pression homogène est exercée sur la préforme de renfort.
 - Une phase d'injection de la résine
- La quatrième étape non représentée sur le schéma est une phase de cuisson/polymérisation. Dans le cadre de cette étude, dédiée au procédé RTM, nous n'aborderons pas cette phase spécifique à l'utilisation de certaines résines.

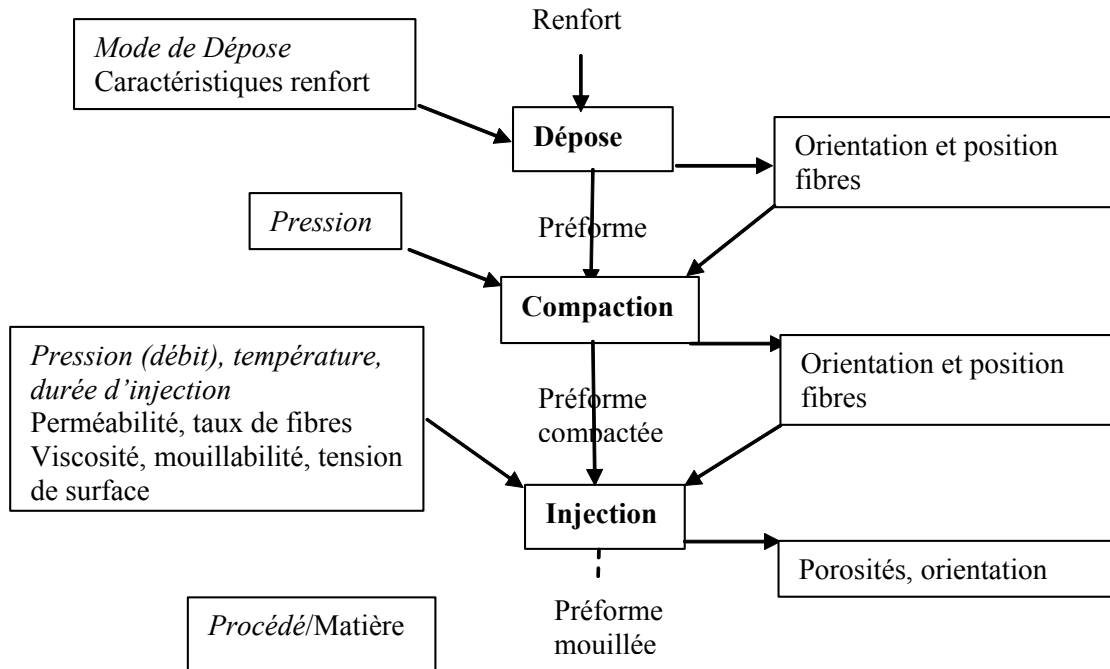


Fig. 1. Étapes du procédé



Fig. 2. Gaines de silice et de carbone

3. Étude de la déformabilité des renforts lors de la dépose

Le cisaillement des renforts influe sur le taux volumique et sur l'orientation des mèches. Ces deux paramètres sont essentiels pour la perméabilité [16], [17] mais également sur les caractéristiques mécaniques de la pièce. Le mode de dépose du renfort laisse supposer que le cisaillement et le taux volumique de fibres ne sont pas constants sur toute la pièce. L'objectif consiste à les évaluer localement et plus spécifiquement, en fonction de r , distance à l'axe du tube. Dans ce travail, on s'inscrit, en première approximation, sur le fait que la variation volumique de fibres n'est due qu'au cisaillement entre les mèches qui est le mode de déformabilité étudié. Si θ, V_{f0} désignent respectivement l'angle de cisaillement et taux volumique de fibre initial ; en cisaillement pur la fraction volumique est donnée par [18], [19] :

$$V_f = \frac{V_{f0}}{\cos \theta} \quad (\text{eq. 1})$$

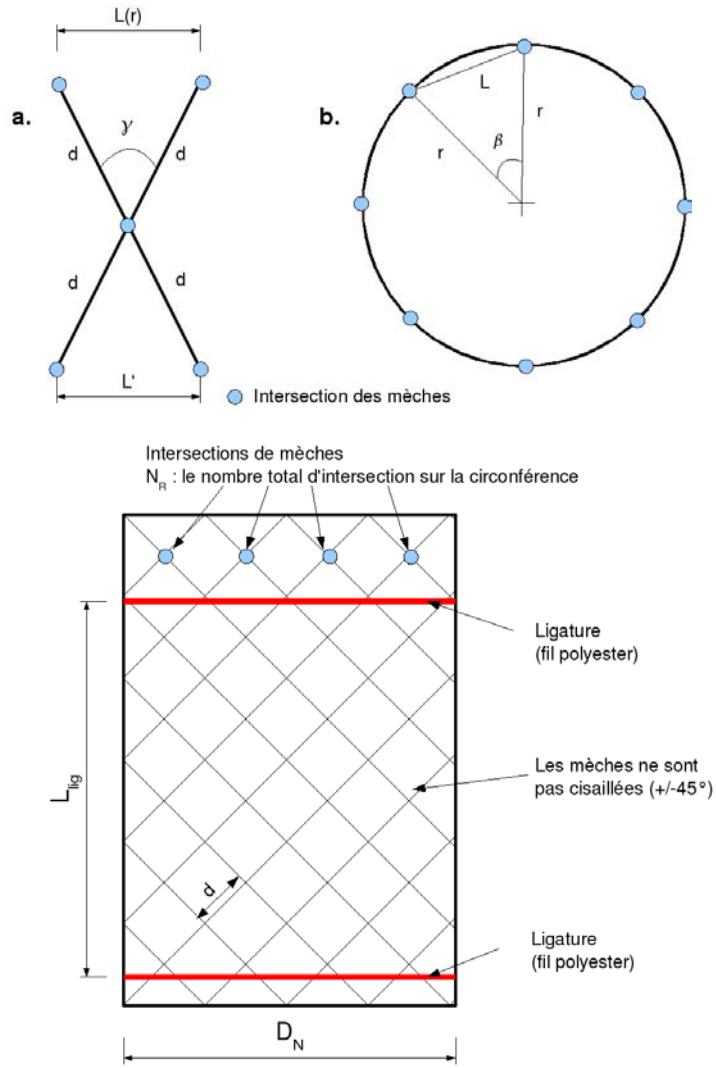


Fig. 3. (a) schéma de mèches extraites de la gaine ; (b) section du tube ; (c) Gaine mise à plat

L'analyse du procédé nécessite d'introduire un certain nombre de paramètre propre aux gaines utilisées qui peuvent être définies sur la gaine mise à plat (Fig.3.c) mais également à l'aide de la position des mèches (Fig.3.a) à la circonférence du tube (Fig.3.b). On définit (Fig.3.c) par N_r le nombre d'intersection de mèches sur la circonférence du tube, d la distance entre les mèches, L_{lig} la distance entre les deux ligatures (paramètre procédé) et D_N le diamètre nominal de la gaine. Ces paramètres sont définis pour une gaine non cisailée soit à l'état initial. L'objectif est de trouver une relation entre l'angle de cisaillement entre les mèches et le rayon r (Fig.3.b) distance à l'axe du tube, c'est-à-dire l'endroit où elles se trouvent. A l'aide de la figure 3, la distance entre les intersections des mèches, s'écrit alors :

$$L(r) = 2 * r * \sin\left(\frac{\pi}{N_r}\right) \tag{eq. 2}$$

Nous pouvons alors estimer l'angle entre les mèches (γ), ainsi que l'angle de cisaillement (θ):

$$\begin{aligned} \gamma &= 2 * \arcsin\left(\frac{r}{d} \sin\left(\frac{\pi}{N_r}\right)\right) \\ \theta &= \frac{\pi}{2} - \gamma = \frac{\pi}{2} - 2 * \arcsin\left(\frac{r}{d} \sin\left(\frac{\pi}{N_r}\right)\right) \end{aligned} \tag{eq. 3}$$

Dans ces formules (eq.3) intervient d , la distance entre les mèches (Fig.3.c), celle-ci peut-être estimée dans le cas non cisailée en fonction des caractéristiques des gaines, par:

$$d = \frac{D_N}{\sqrt{2}} * \sin\left(\frac{\pi}{N_r}\right) \quad (\text{eq. 4})$$

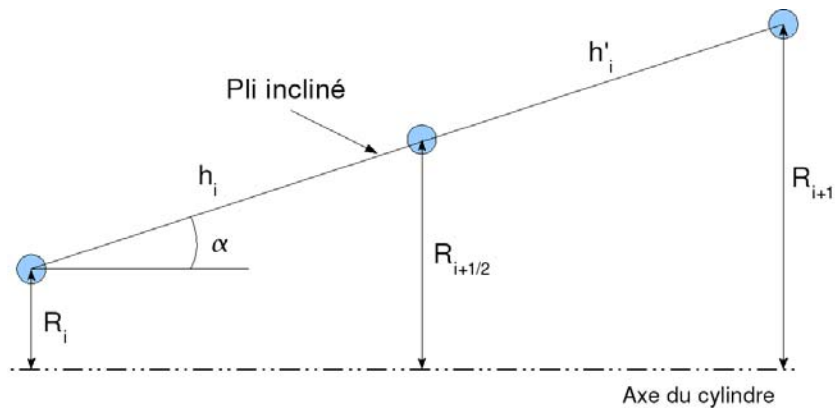


Fig. 4. Schéma d'un pli incliné par rapport à l'axe du cylindre.

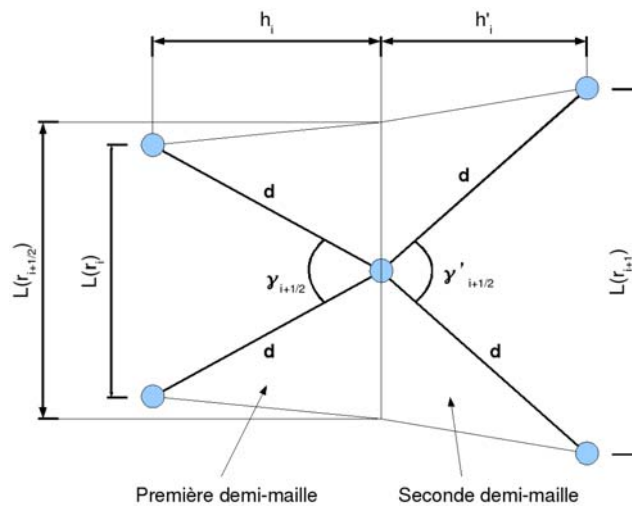


Fig. 5. Schéma du pli incliné remis à plat.

D'après les spécifications les plis doivent être inclinés d'un angle précis, noté α , par rapport à l'axe du tube, (Fig. 4). Lorsque les plis sont inclinés, les nœuds ne sont plus sur le même rayon, par conséquent (eq.2) les distances entre les intersections (des mèches) ne sont pas identiques. Pour obtenir les plis inclinés on fait l'hypothèse de non glissement entre les mèches, mais que celles-ci se courbent ce qui se traduit par une variation de l'angle de cisaillement entre les mèches de part et d'autre d'une intersection commune. On cherche à estimer la déformabilité locale, par l'angle de cisaillement dans chacune des mailles positionnées sur le tube, pour, à l'aide de l'équation 1, disposer de la fraction volumique de renforts localement.

On définit alors un modèle de 4 barres représentant une maille (Fig. 5) associée au pli incliné, mais remise à plat. Dans cette démarche on suppose que les mèches ont une longueur constante (notée d), mais que l'angle de cisaillement n'est pas identique dans les deux demi mailles. Par ce modèle, la méthode de calcul, en fonction des paramètres définis sur la figure 5, s'effectue de la manière suivante :

- Calcul sur la première demi maille : des positions des nœuds, angle entre les mèches ($\gamma_{i+1/2}$) et angle de cisaillement ($\theta_{i+1/2}$).
- Calcul sur la seconde demi maille : des positions des nœuds, angle entre les mèches ($\gamma'_{i+1/2}$) et angle de cisaillement ($\theta'_{i+1/2}$).
- Calcul sur la maille complète : du volume, et de la fraction volumique.

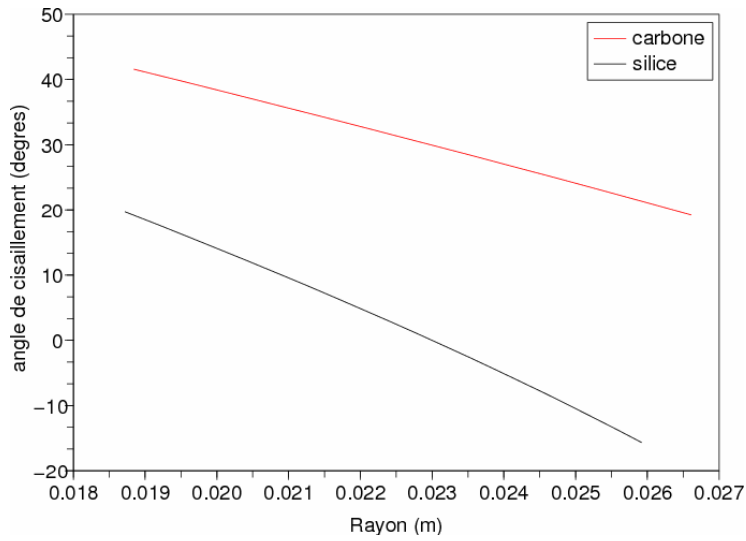


Fig. 6. Évolution de l'angle de cisaillement le long du rayon pour les gaines considérées

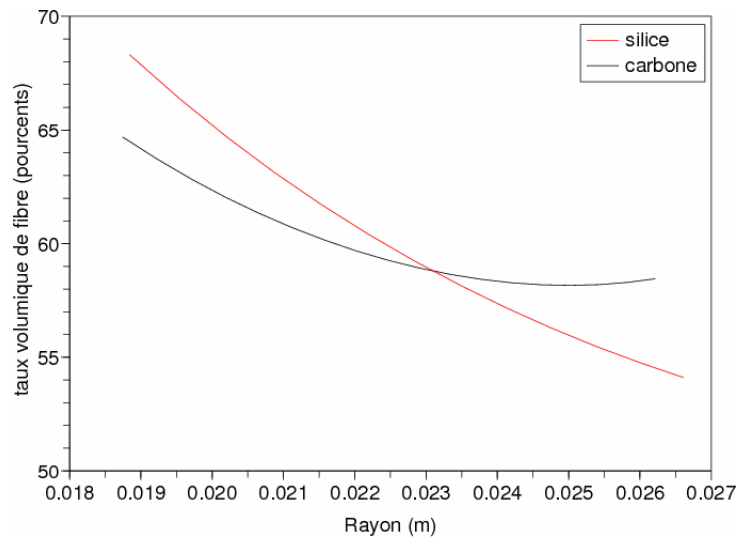


Fig. 7. Évolution de la fraction volumique le long du rayon pour les gaines considérées

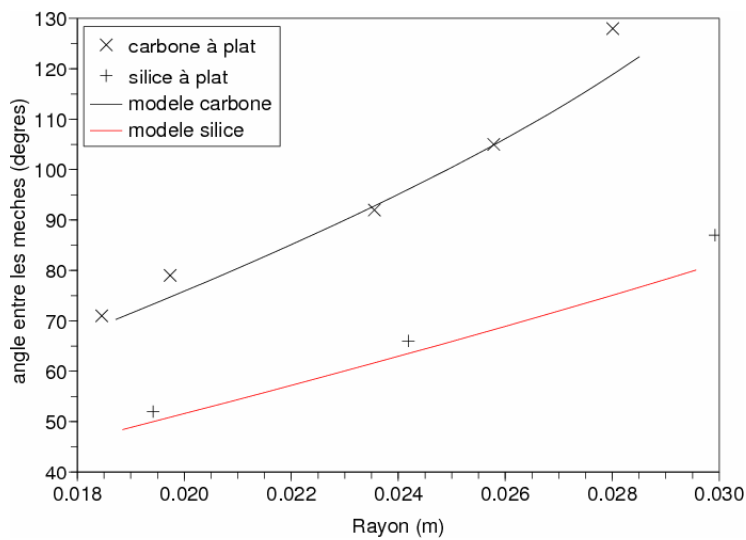


Fig. 8. Comparaison modèle – expériences sur l'angle entre les mèches le long du rayon.

Ce modèle a été développé en C++, pour l'ensemble des mailles concernées sur la pièce. Il permet d'obtenir les évolutions de l'angle de cisailment (Fig.6) et du taux volumique de fibres (Fig.7) le long du rayon du tube. Concernant l'évolution de l'angle entre les mèches le long du rayon ces résultats ont été comparés à ceux obtenus expérimentalement avec les deux gaines considérées (Fig.8). Ces comparaisons ont été réalisées pour la même fraction volumique de renfort (60%), et le même paramètre procédé ($L_{lig} = 70$ mm) ; seule diffèrent les caractéristiques matériaux ($D_N=46$ mm pour le carbone ; 65 mm pour la silice). Le modèle défini est en bonne adéquation avec les points expérimentaux.

La valeur moyenne (sur la gamme des rayons) de la densité de renforts (Fig. 7) correspond à une fraction volumique de 60% de matière. On constate pour la gaine de silice une décroissance monotone de la fraction volumique de fibres en adéquation avec la décroissance de l'angle de cisailment le long du rayon (Fig. 6). Concernant la gaine de carbone, on constate que la fraction volumique décroît jusqu'à un rayon de 25 mm, valeur qui correspond à un angle de cisailment nul (Fig. 7). Ce résultat est cohérent pour un diamètre nominal D_N de 46 mm.

4. Étude de l'étape d'injection

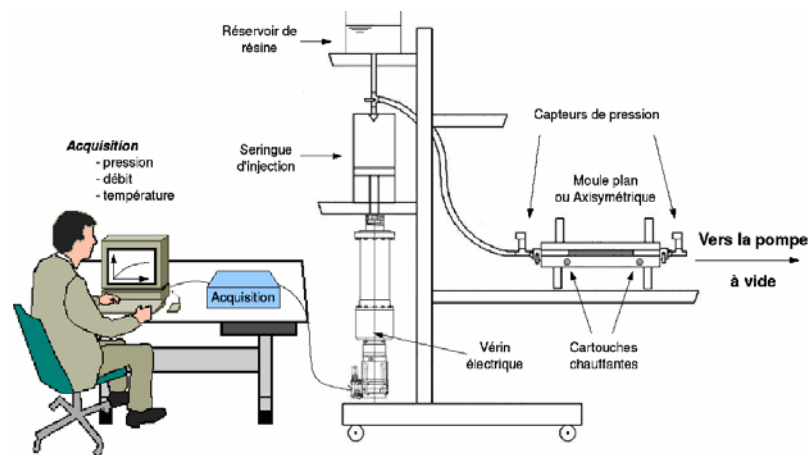


Fig. 9. Schéma du système d'injection

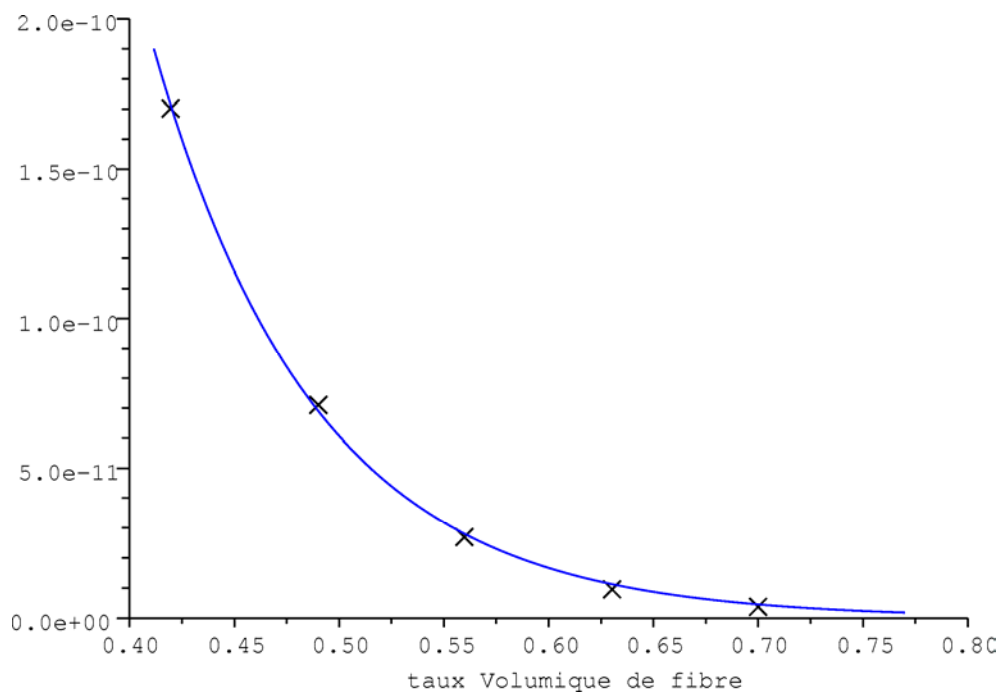


Fig. 10. Perméabilité (m^2) de la gaine de carbone.

Une fois la dépose et la compaction sèche réalisée, l'outil et sa préforme sont introduits dans un moule fermé afin de réaliser l'étape d'injection qui se déroule sur un banc expérimental (Fig.9). Cette instrumentation contient principalement quatre postes : un poste d'injection de la résine piloté en pression ou en débit via un ensemble vérin seringue ; un poste d'acquisition/régulation qui permet d'asservir le vérin, de réguler la température mais également d'enregistrer les paramètres (température, débit, pression) lors de cette étape ; un système de chauffage spécifique associé à chaque géométrie de moule ; et enfin le poste constitué des moules dont le rôle est de maintenir le renfort lors de l'injection et de donner la forme à la pièce. Afin de s'affranchir de la complexité géométrique, en parallèle des tubes, des plaques planes constituées des mêmes matériaux (renforts, résines) sont également réalisées. Ces deux géométries peuvent s'insérer dans ce banc expérimental et disposent chacune de leur propre système de chauffage (crayons ou colliers chauffants).

Dans le cas du procédé RTM, et sur la base des hypothèses suivantes : incompressibilité de la résine, écoulement à faible nombre de Reynolds, la relation entre le champ de vitesse dans le renfort fibreux et le gradient de pression est régit, à l'échelle macroscopique par l'équation de Darcy [18]:

$$\vec{V} = -\frac{\bar{K}}{\mu} \nabla \bar{P} \quad (\text{eq. 5})$$

Où \bar{K} , μ désigne respectivement le tenseur de perméabilité et la viscosité de la résine. Considérant qu'à l'aide du banc expérimental décrit à la section précédente on est susceptible de mesurer le gradient de pression (le débit), de cette équation il ne subsiste comme inconnues que la viscosité de la résine (caractéristique matériau) et la perméabilité. Notons que la perméabilité dépend de la densité de fibres suite aux étapes de dépose et compaction. La détermination expérimentale de la perméabilité des renforts fait l'objet de nombreuses études [16], [20]. Pour la gaine de carbone (Fig.2), une analyse expérimentale a été menée en collaboration avec l'Université du Havre [2], [4] pour la détermination de perméabilité insaturée et saturée. On représente (Fig.10) l'évolution de la perméabilité saturée en fonction du taux de fibre, mesurée dans le sens de la gaine. Le liquide utilisé est de l'huile silicone à 0.1 Pa.s-1 à 25°C.

Aux points expérimentaux (marqués avec des croix, Fig.10) est superposée une courbe de régression (en ligne continue, Fig.10) de type exponentielle (eq.6) où les paramètres a et b sont respectivement égaux à $3,86.10^{-8} \text{ m}^2$ et 12,91.

$$k = ae^{-bV_f} \quad (\text{eq. 6})$$

Notons qu'à l'issue de chaque étape du procédé des analyses par rayons X peuvent être réalisées afin de contrôler soit les paramètres spécifiques à chaque phase, soit à l'issue de la polymérisation les défauts dans les pièces.

5. Conclusion

L'objectif de cette étude est de développer un banc expérimental instrumenté permettant l'acquisition des paramètres procédés et variation matière lors de la fabrication de pièce, par le procédé RTM. Et ce afin de quantifier la faisabilité de la réalisation de telles pièces. La prise en compte du cisaillement et son influence sur le taux de fibre fait l'objet d'un modèle analytique afin de connaître localement, lors de l'étape de dépose, sur toute la pièce ces paramètres influant pour l'étape d'injection. Ce modèle a pu être comparé avec la déformabilité expérimentale des gaines utilisées. Le suivi de l'orientation des fibres après cette étape de dépose est en cours de développement. De même, l'étape de compaction sèche qui consiste à appliquer une pression sur la préforme, vont nécessiter de prendre en compte, dans l'analyse de la déformabilité des renforts, ces déformations en compaction [21], en plus du cisaillement. Ces paramètres influent sur la perméabilité du renfort lors de la phase d'imprégnation analysée sur le banc expérimental. La compréhension des défauts générés lors de la réalisation de plaques planes tout autant que des tubes nécessite la connaissance de la perméabilité des renforts qui s'effectue en collaboration avec les partenaires du programme ANR LCM3M. L'analyse des défauts à l'échelle macroscopique est réalisée après chaque étape par l'utilisation de la tomographie. Dans les travaux à venir nous nous pencherons sur les analyses à l'échelle microscopique lors du régime transitoire de l'écoulement, des études de mouillabilité sont ainsi envisagées.

Références

- [1] Boisse P., Hamila N., Helenon F., Hagege B., Cao J. « Different approaches for woven composite reinforcement forming simulation ». *International Journal of Material Forming*, Vol. 1, pp.21–29, 2008.
- [2] Bréard J., Saouab A., Bouquet G., « Numerical Simulation of Void Formation in LCM ». *Composites Part A*, Vol. 34, pp. 517-523, 2003.
- [3] Allaoui S., Launay J., Soulat D., Chatel S. « Experimental Tool of woven Reinforcement Forming ». *International Journal of Material Forming*, Springer. DOI 10.1007/s12289-008-0260-4, 2008.
- [4] Hattabi M., Echaabi J., Bensalah M.O., Bréard J., Saouab A. « Flow Analysis during On-line and Radial Injection Applications in Permeability Measurements ». *Journal of Reinforced Plastics and Composites*. Vol. 24, pp. 1909-1920, 2005.
- [5] Soulat D., Cheruet A., Boisse P. « Simulation of continuous fibre reinforced thermoplastic forming using a shell finite element with transverse stress ». *Computer & Structures*, Vol. 84, pp.888-903, 2006.
- [6] Carronnier D., Gay D. « Approche intégrée du RTM ». *Revue des composites et des matériaux avancés*, Vol. 6, 1996.
- [7] Bickerton S., Pavel S., Sarah E.G., Suresh G.A. « Investigation of draping and its effects on the mold filling process during manufacturing of a compound curved composite part ». *Composites Part A*, Vol. 28, pp. 801–816, 1997.
- [8] Potter K.D. « The early history of the resin transfer moulding process for aerospace applications ». *Composites Part A*, Vol. 30 n° 5, pp. 619– 621, 1999.
- [9] Badel P., Vidal-Sallée E., Boisse P. « Large deformation analysis of fibrous materials using rate constitutive equations ». *Computers Structures*, Vol. 86, pp. 1164–1175, 2008.
- [10] Lomov S.V., Boisse Ph., Deluycker E., Morestin F., Vanclooster K., Vandepitte D., Verpoest I., Willems A. « Full-field strain measurements in textile deformability studies ». *Composites Part A*, Vol. 39, pp.1232–1244, 2008.
- [11] Lomov SV., Stoilova TZ., Verpoest I. « Shear of woven fabrics: Theoretical model, numerical experiments and full field strain measurements ». *In: Proceedings of the 7th int. ESAFORM conference on Material Forming*, Trondheim, pp. 345–348, 2004.
- [12] Boisse P. « Finite element analysis of composite forming ». *Composite Forming technologies*, Woodhead Publishing, pp. 46–79, 2007.
- [13] Duong A.V. « Étude expérimentale du comportement mécanique de renforts composites lors de la mise en forme sur géométries non développables ». Thèse de doctorat de l'Université d'Orléans, décembre 2008.
- [14] Cao J., R. Akkerman B, P. Boisse , J. Chen , H.S. Cheng , E.F. de Graaf , J.L. Gorczyca , P. Harrison , G. Hivet , J. Launay , W. Lee , L. Liu, S.V. Lomov , A. Long , E. de Luycker , F. Morestin , J. Padvoiskis , X.Q. Peng , J. Sherwood , Tz. Stoilova , X.M. Tao , I. Verpoest , A. Willems , J. Wiggers , T.X. Yu , B. Zhu. « Characterization of mechanical behavior of woven fabrics: Experimental methods and benchmark results ». *Composites Part A*, pp. 1037–1053, 2008.
- [15] Dauchier M., Cavalier J.C. « Matériaux composites phénoliques ablatifs ». *Techniques de l'Ingénieur*.
- [16] Laine B. « Influence des déformations d'un renfort fibreux sur sa perméabilité : modélisation et expériences ». Thèse de Doctorat de l'ENSAM, décembre 2008.
- [17] Heardman E., Lekakou C., Bader M.G. « In plane permeability of sheared fabrics ». *Composites Part A*, pp. 933-940, 2001.
- [18] Binetruy C. « Physique du moulage des composites avancés : Aspects théoriques ». *Technique de l'ingénieur*, AM3718, 2004.
- [19] Louis M., Huber U. « Investigation of shearing effects on the permeability of woven fabrics and implementation into lcm simulation ». *Composites Science and Technology*, Vol. 63, pp. 2081–2088, 2003.
- [20] FCPM9 9th International conference on Flow Processes in Composite Materials, 2008.
- [21] Somashekar A.A., Bickerton S., Bhattacharyya D. « The viscoelastic compression behaviour of liquid composite molding performs ». *Composites Science and Technology*, Vol. 67, pp. 183–200, 2007.