



Mesures à coeur par réseaux de Bragg pour caractériser la diffusion d'humidité dans les composites = Characterising moisture diffusion in composites using embedded fiber Bragg gratings

Matthieu Mulle, Francis Collombet

► **To cite this version:**

Matthieu Mulle, Francis Collombet. Mesures à coeur par réseaux de Bragg pour caractériser la diffusion d'humidité dans les composites = Characterising moisture diffusion in composites using embedded fiber Bragg gratings. JNC16, Jun 2009, Toulouse, France. 8 p. <hal-00429779>

HAL Id: hal-00429779

<https://hal.science/hal-00429779v1>

Submitted on 4 Nov 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.



HAL Authorization

Mesures à cœur par réseaux de Bragg pour caractériser la diffusion d'humidité dans les composites

Characterising moisture diffusion in composites using embedded fiber Bragg gratings

Matthieu MULLE, Francis COLLOMBET.

Université de Toulouse ; INSA, UPS ; ICA (Institut Clément Ader); 133c, avenue de Rangueil, F-31077 Toulouse, France
matthieu.mulle@iut-tlse3.fr; francis.collombet@iut-tlse3.fr

Résumé

Cet article présente un essai de caractérisation des propriétés hydriques et hygromécaniques d'un composite carbone - époxy au moyen d'une technique novatrice de mesure. Celle-ci repose sur l'utilisation de fibres optiques à réseau de Bragg. Pour estimer la diffusion au sein du matériau composite, trois capteurs optiques sont enrobés d'un polymère très sensible à l'humidité avant d'être incorporés dans l'éprouvette. Ils sont placés à différentes distances du bord à partir duquel va pénétrer l'humidité. Trois autres capteurs optiques nus sont noyés dans le matériau dans des positions correspondantes aux trois premiers pour mesurer les déformations d'origine hydrique. Avant d'être plongée dans un récipient rempli d'eau déminéralisée, l'éprouvette est protégée sur deux faces pour ne permettre qu'une diffusion dans le sens des fibres de renfort.

L'analyse présentée concerne les mesures obtenues sur une période d'immersion de 60 jours. Un accroissement du taux d'humidité a été détecté au bout des 12 premiers jours au niveau du capteur proche de l'interface. Cet accroissement dura jusqu'à ce qu'un seuil de saturation soit atteint. Les autres capteurs d'humidité n'ont pas révélé d'évolution significative. Quand aux déformations, il semble qu'elles évoluent de façon plus globale même si elles sont légèrement plus importantes à proximité de l'interface.

Abstract

This investigation attempts to characterize hydrous and hydro-mechanical properties of a carbon epoxy laminate by means of a novel sensing technique. It relies on the use of optical fiber Bragg gratings. To estimate diffusivities in the core of the composite material, three optical sensors were coated with a moisture-sensitive polymer before being incorporated in the specimen. They were placed at different distances from the moisture ingress edge. Three other bare sensors were embedded in the material in positions corresponding to the first three others in order to measure moisture-induced strains. Before the specimen was drawn in a recipient filled with demineralized water, it was protected on two sides in order that moisture diffusion is possible in the only direction of the reinforcement fibers.

This analysis concerns measurements obtained on a 60-day immersion period. An increase of relative humidity was detected after the first 12 days by the sensor placed close to the interface. This increase last until saturation was reached. The other humidity sensors did not reveal significant changes. As for strains, it seems that they increase in a rather global way although they are slightly higher near the interface.

Mots-clés: Composites; Comportement hygromécanique; Diffusivité; Fibre optique à réseaux de Bragg; Mesures à cœur.

Keywords: Composites; Hygromechanical behavior; Diffusivity; Optical fiber Bragg gratings, Embedded sensors.

1- Introduction

Dans certains domaines comme celui de l'aérospatial ou celui du naval, les matériaux composites sont exposés pour de longues périodes à des conditions sévères d'humidité. Les systèmes époxy conventionnels des matrices ont révélé depuis longtemps leur tendance à absorber l'humidité [1-2] affectant de façon non négligeable les propriétés mécaniques ainsi que la stabilité dimensionnelle du matériau [3-4-5]. La question de l'absorption est d'autant plus importante que les systèmes époxy actuels intègrent de plus en plus de thermoplastiques sous diverses formes (phases liquides, nodules, couches minces...) qui sont particulièrement hydrophiles. Ainsi si l'on souhaite exploiter au mieux les qualités des matériaux composites, il est indispensable d'analyser leur comportement à cœur en milieu humide.

Pour estimer l'absorption d'humidité dans un matériau composite la méthode expérimentale la plus couramment utilisée est basée sur une pesée de l'échantillon test avant et après exposition à un environnement humide [2]. La variation de masse mesurée est directement proportionnelle à l'humidité absorbée. L'opération est répétée jusqu'à ce qu'un équilibre soit obtenu (saturation) et l'évolution du taux d'humidité en fonction du temps permet de quantifier la diffusivité du matériau. Cette méthode présente l'inconvénient d'impliquer une phase de séchage superficielle difficilement contrôlable qui induit des imprécisions de mesure. Une récente étude se base sur la mesure de déformation hydrique pour remonter au taux d'humidité [6]. Cette méthode permet de conserver le matériau dans son environnement tout au long de l'essai, limitant les incertitudes de mesure. Elle permet, de surcroît, de déterminer les propriétés hydromécaniques dans les directions d'anisotropie. Les informations délivrées restent cependant globales. La méthode utilisée dans les travaux présentés ci-après échappe aux inconvénients de la méthode conventionnelle et permet d'obtenir une distribution spatiale et temporelle de l'humidité absorbée grâce à des points de mesure localisés. Elle est basée sur la technique de mesure par fibre optique à réseaux de Bragg. Ces capteurs ont déjà montré leur grand intérêt pour la caractérisation thermomécanique des composites grâce à leur exceptionnelle faculté à s'intégrer au cœur du matériau. Ils possèdent en effet deux vertus principales, une résistance aux températures élevées et un faible caractère intrusif [7-8-9]. Depuis quelques années ces capteurs sont utilisés pour mesurer l'humidité relative [10-11] grâce à un enrobage spécifique du réseau de Bragg améliorant sa sensibilité à cette grandeur. Ce nouveau moyen de mesure a alors suscité un grand intérêt, notamment dans le domaine du génie civil, pour contrôler le séchage à cœur des ciments et bétons [12].

Le travail présenté ici est une tentative d'exploitation de cette technique de mesure pour une caractérisation (plus fine) des propriétés hydromécaniques d'un matériau composite. La technologie et la méthode de mesure sont décrites dans une première partie de cet article. Une phase indispensable d'étalonnage du capteur fera l'objet d'une seconde partie. Ensuite, le matériau et l'instrumentation de l'éprouvette test sont présentés ainsi que la procédure expérimentale. Enfin, les premiers résultats d'une campagne nécessairement longue sont analysés.

2 - Méthode de mesure

Le principe de fonctionnement des réseaux de Bragg (RB) a déjà été présenté en détail dans plusieurs articles [13-14-15] parus au cours des 10 dernières années. Les RB sont principalement sensibles à la température (T) et aux déformations axiales (ϵ_{xx}). Ils délivrent une information qui est reliée à la variation de longueur d'onde de Bragg ($\Delta\lambda_B$) comme l'indique l'équation 1.

$$\frac{\Delta\lambda_B}{\lambda_B} = K_T \Delta T + K_\epsilon \epsilon_{xx} \quad (\text{éq. 1})$$

Les coefficients K_T et K_ϵ dépendent de la nature de la fibre optique et des paramètres du procédé d'inscription du réseau. Ils sont respectivement liés à la sensibilité à la température et aux déformations mécaniques. Etant donné que les contraintes mécaniques et thermique peuvent agir en même temps sur le capteur il est nécessaire de distinguer l'influence de chaque grandeur pour comprendre l'information délivrée. Plusieurs méthodes existent et sont présentées dans la littérature [13-14-15-16]. La technique utilisée ici repose sur une combinaison de deux capteurs RB, l'un donnant une information globale l'autre la température. En déduisant la seconde information de la première, on remonte à la déformation. Une telle technique nécessite une procédure de calibrage très précise afin de déterminer les coefficients K_T et K_ϵ .

Pour rendre le capteur sensible à l'humidité le réseau de Bragg est enduit d'un polymère (comme le polyimide) doté d'une forte capacité à absorber l'humidité [10-11]. Cette absorption induit un gonflement qui entraîne à son tour un allongement axial du réseau de Bragg. Celui-ci réfléchit alors vers le système d'acquisition une nouvelle longueur d'onde qui, après une étape d'étalonnage du capteur en environnement humide, peut être associée à un taux d'humidité.

3 - Etalonnage des capteurs

Si l'essai de diffusion humide dans le stratifié doit se faire à température constante, la longue durée de l'essai rend inévitable des petites fluctuations. Il est donc nécessaire de découpler les grandeurs qui peuvent provoquer des variations dans l'information délivrée. L'étape décrite ci-dessous concerne d'une part l'étalonnage de RB nus qui renseignent uniquement sur la température (la silice étant insensible à l'humidité) et d'autre part sur les réseaux revêtus d'une couche de polyimide et qui renseignent sur l'humidité relative. Dans le cadre de ces essais, l'influence de l'épaisseur de polyimide est analysée. L'étalonnage est réalisé pour des capteurs enduits de couche de 30 μm et 60 μm de polyimide.

Les différents capteurs optiques sont étalonnés dans une enceinte climatique. Plusieurs séries de mesures sont entreprises. Dans chacune d'elles la température est fixée et maintenue constante alors que le taux d'humidité varie par palier. Les séries se différencient par le niveau de température. Le graphique 1 présente les résultats à une température de 70°C pour 3 capteurs d'humidité. On remarque que la sensibilité du capteur revêtu d'une couche de 30 μm polyimide est moins importante que celle des capteurs avec 60 μm de polyimide. Par ailleurs les deux capteurs de ce dernier type présentent une réponse très similaire à celle mesurée par le capteur d'humidité propre à l'enceinte climatique. Il apparaît donc que si les changements d'humidité ne sont pas trop rapides, les mesures d'humidité peuvent être envisagées avec confiance.

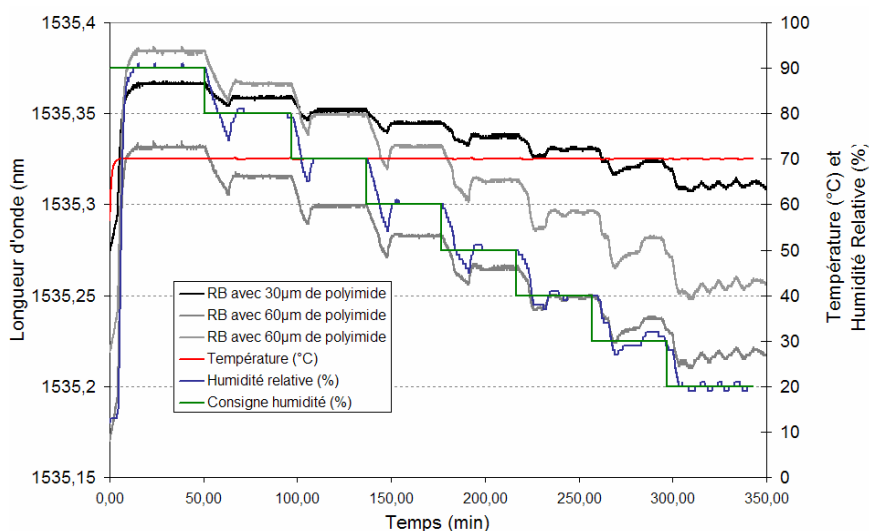


Fig. 1. Longueurs d'onde données par 3 réseaux Bragg soumis à des paliers d'humidité et une température constante (70°C). Influence de l'épaisseur du revêtement.

Les essais sont réalisés pour 10, 15, 20, 25, 30, 50, 70 et 90°C. Les résultats permettent d'abord l'étalonnage des capteurs en fonction de la température. La figure 2 montre l'évolution de la longueur d'onde d'un réseau de Bragg (avec polyimide) en fonction de la température pour différents taux d'humidité.

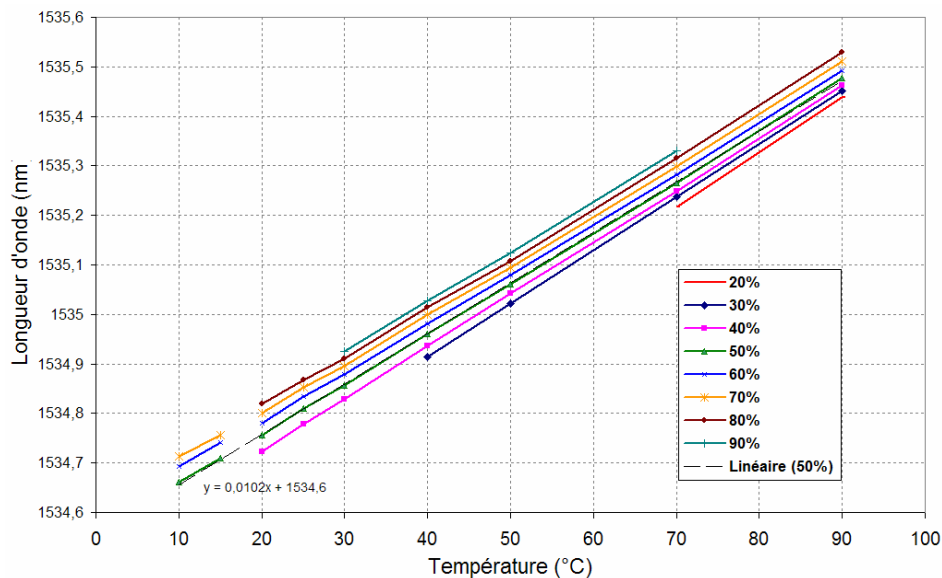


Fig. 2. Evolution de la longueur en fonction de la température pour différents taux d'humidité

Les évolutions à différents taux d'humidité sont très similaires. La pente de la courbe est calculée pour 50 % d'humidité et donne la sensibilité du capteur à la température. Celle-ci est de 10,2 pm/°C. Cette valeur est très proche des valeurs trouvées dans la littérature [13-14-15-16].

Les résultats des essais en enceinte climatique permettent ensuite d'étalonner les capteurs par rapport à l'humidité. La figure 3 montre l'évolution des longueurs d'onde en fonction de l'humidité relative pour différentes températures. La sensibilité des capteurs d'humidité se situe entre 1,5 pm et 2 pm / % HR.

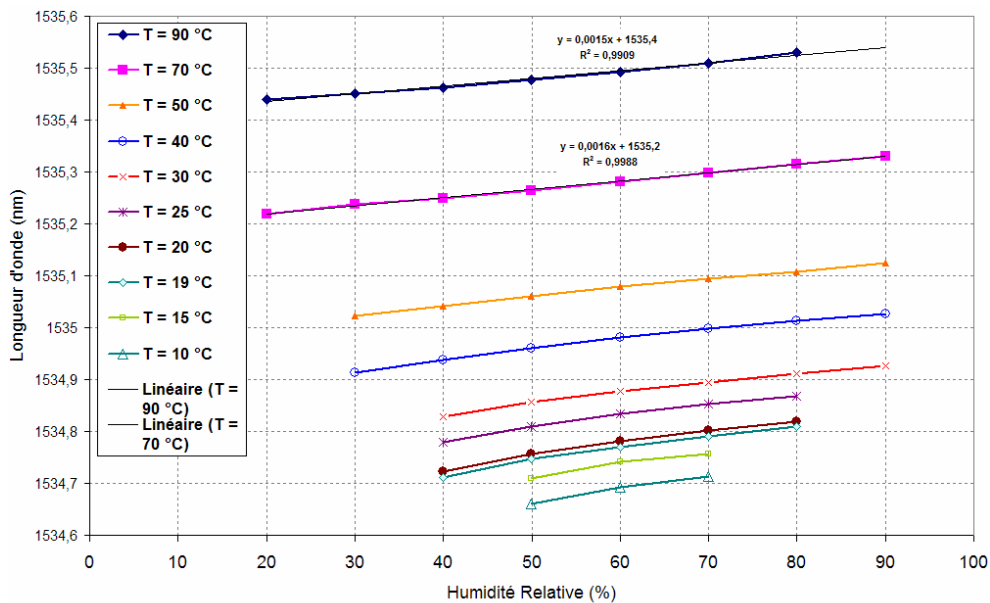


Fig. 3. Evolution de la longueur d'onde en fonction de l'humidité relative pour différentes températures.

3 – Matériau, instrumentation et procédure expérimentale

L'éprouvette carrée de 100 mm de côté est constituée d'un empilement de 56 plis HexPly M21-T700 GC unidirectionnels ($[0]_{56}$). Son épaisseur est approximativement 15 mm. Comme le montrent les figures 4 et 5, trois réseaux de Bragg, capteurs d'humidité, sont intégrés à différentes distances de la surface en contact avec le milieu humide. A proximité de chacun de ces capteurs, un réseau de Bragg est noyé dans le matériau afin de mesurer les déformations. L'objectif est de relever l'évolution du taux d'humidité aux différents points de mesure et de relever les déformations d'origine hydrique correspondantes. L'éprouvette est disposée dans un récipient rempli d'eau déminéralisée dont le niveau est maintenu juste en dessous de la face supérieure. Avant cela, les faces parallèles aux renforts sont étanchées à l'aide d'une couche mince d'aluminium afin de garantir la diffusion dans le sens de l'orientation des fibres de renfort (Fig. 5). L'objectif

est bien de caractériser la diffusion dans chaque direction du stratifié. Cependant, dans cette étude nous nous attachons uniquement au sens des fibres du fait de la durée des essais mais aussi parce que la diffusion se fait plus rapidement dans cette direction [5]. Les mesures sont acquises quotidiennement grâce à un interrogateur de longueur d'onde et un analyseur de spectre optique.

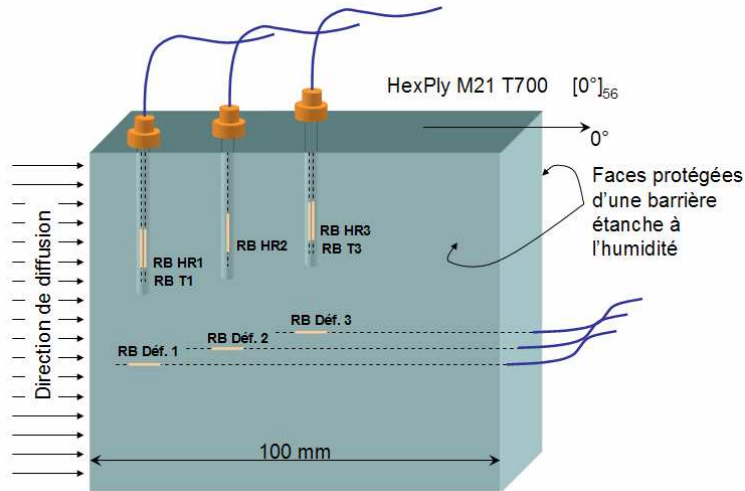


Fig. 4. Schéma et instrumentation de la plaque en HexPly M21 T700 $[0^\circ]_{56}$.

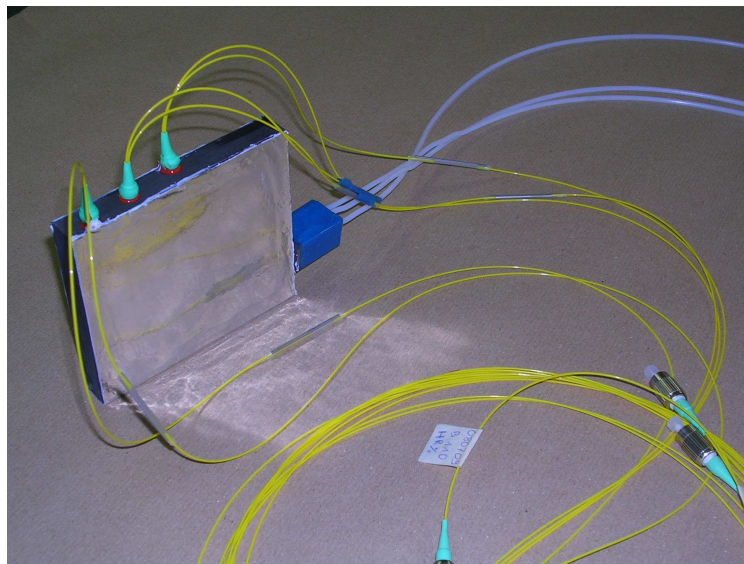


Fig. 5. Photo de l'éprouvette instrumentée.

4 - Premiers résultats

La première étape de cette campagne d'essais est de mesurer la diffusion dans la direction des fibres de renfort. Avant cela, nous devons nous assurer que la fluctuation de la température, aussi petite soit elle, n'ait pas d'influence significative sur les mesures d'humidité. Les mesures de température obtenues dans les différents milieux et par différents capteurs sont rassemblées dans un même graphique (Fig. 6). La première constatation est la nette différence de physionomie entre la courbe de température de l'eau et celle du milieu ambiant. Cela indique que les capteurs optiques ne sont pas influencés significativement par la température extérieure. La deuxième constatation est la grande similitude entre les courbes issues des capteurs optiques et celle du thermocouple placé dans l'eau. Cela signifie que l'hypothèse faite au préalable sur l'homogénéisation de la température au sein du matériau est justifiée. Ceci permet d'envisager la méthode de discrimination des grandeurs en bonne confiance. Il est regrettable cependant que nous n'ayons pas de capteur de température au niveau du RB HR2 (Fig. 4) car nous aurions eu une information en température dans le plan de symétrie.

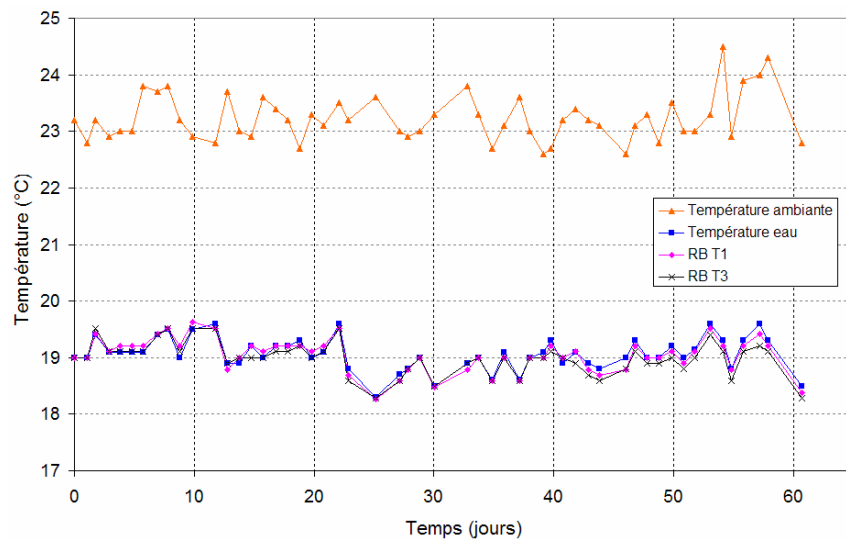


Fig. 6. Evolution de la température en fonction du temps.

La figure 7 présente l'évolution de l'humidité relative au niveau des capteurs d'humidité RB HR1 et RB HR2 sur une première période de 2 mois. Après un délai d'une douzaine de jours, nous remarquons une nette progression de l'humidité au niveau du capteur le plus proche du bord en contact avec l'eau (dans la direction des fibres) tandis qu'aucune évolution significative n'apparaît au niveau du 2nd capteur (Fig. 4). Le principe de mesure semble être probant. Sachant que 10 mm séparent l'interface et le capteur, une vitesse de diffusion peut être évaluée pour cette zone. La deuxième phase est celle de l'accroissement d'humidité relative au niveau de ce premier capteur. Celle-ci augmente à une vitesse approximative de 1% par jour. On remarque que l'évolution est relativement accidentée. On suppose que la diffusion ne se fait pas de façon linéaire car le matériau n'est pas forcément homogène localement. En effet, l'HexPly M21 T700 contient des phases thermoplastiques qui sont disposées de façon relativement aléatoires. Cette phase d'accroissement dure environ 23 jours avant que l'humidité relative ne se stabilise. Un seuil semble être atteint à environ 85% d'humidité relative. Il pourrait s'agir d'un plateau de saturation.

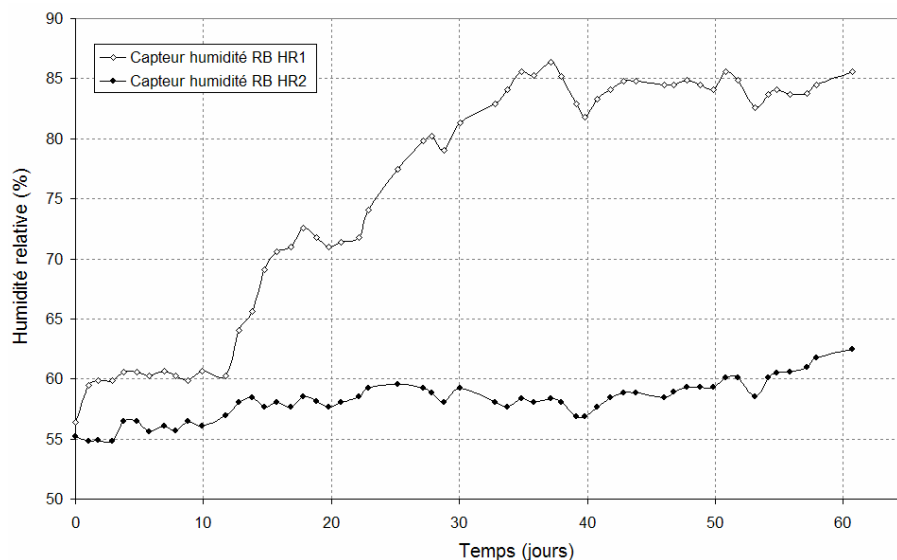


Fig. 7. Evolution de l'humidité relative au niveau des capteurs d'humidité RB HR1 et RB HR2 durant 2 mois.

En ce qui concerne les deux autres capteurs d'humidité, placés plus loin de l'interface, aucune évolution significative n'est notée au bout de deux mois d'immersion. Pourtant, à la vitesse de diffusion mesurée au niveau du premier capteur, le second capteur aurait dû détecter une présence d'humidité. La diffusion semble donc ralentir en fonction de la distance à l'interface.

La figure 8 présente l'évolution des déformations d'origine hydromécanique. Les capteurs mesurent la déformation équivalente à celle que devrait rencontrer le matériau au niveau des capteurs d'humidité. Ces mesures sont interprétées avec réserve étant donné qu'il convient de tenir compte de l'influence du capteur lui-même sur son environnement [17]. Pour effectuer un parallèle entre taux d'humidité et expansion

hydromécanique, les courbes d'humidité sont associées aux courbes de déformation dans la figure 8. On remarque que les déformations se produisent rapidement au niveau de chacun des capteurs. L'évolution est plus globale. Néanmoins, au bout de huit jours les déformations au niveau du capteur le plus éloigné de l'interface ne progressent plus.

Enfin, en supposant que le seuil de saturation soit atteint, il est possible de déterminer le coefficient d'expansion hydrique β . En effet pour une variation de 25% d'humidité relative nous avons 17 $\mu\text{m/m}$ d'expansion donc $\beta = 1,47 \text{ } (\mu\text{m/m}) / \% \text{ HR}$.

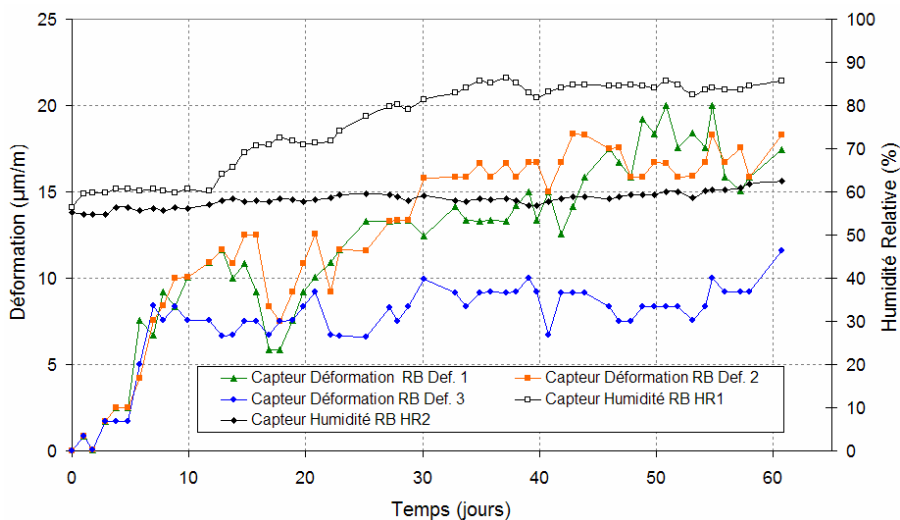


Fig. 8. Evolution des déformations et de l'humidité dans le temps à l'endroit des capteurs.

5 - Conclusion et perspectives

Les premiers résultats d'un essai de caractérisation des propriétés hydriques et hygromécaniques d'un composite carbone - époxy ont été présentés. La technique novatrice de mesure basée sur l'utilisation de capteur fibre optique à réseaux de Bragg apparaît comme très prometteuse. Elle a permis de déterminer des caractéristiques locales et à cœur, telles que le taux d'humidité, la vitesse de diffusion ainsi qu'un taux d'expansion hygromécanique.

Les mesures ont été effectuées pour analyser la diffusion et le comportement dans la direction des renforts. Il s'agira prochainement d'effectuer une caractérisation dans la direction transverse. Enfin il serait judicieux de comparer nos résultats avec ceux obtenus par une méthode plus conventionnelle (comme celle basée sur la pesée).

Remerciements

Les auteurs remercient le conseil régional Midi Pyrénées et la DRIRE ainsi que l'entreprise JEDO Technologie pour leur contribution financière au programme EPICEA-UJEC (Usinage Jet d'eau des Composites) dans le cadre duquel ont été effectués ces travaux.

Références

- [1] R.J. Morgan, J.E. O'Neal, "The durability of epoxies", *Polymer-Plastics Technology and Engineering*, Vol. 10, Issue 1, pp. 49-116, 1978.
- [2] C.H. Shen, G.S. Springer, "Moisture absorption and desorption of composite materials", *J. Composite Materials*, Vol. 10, pp. 2-20, 1976.
- [3] T.A. Collings, D.E.W. Stone, "Hygrothermal effects in CFC laminates: Damaging effects of temperature, moisture and thermal spiking", *Composite Structures*, Vol. 3, Issues 3-4, pp. 341-378, 1985.
- [4] J.R.M. D'Almeida, R.C. D'Almeida, W.R. De Lima, "Effect of water absorption of the mechanical behavior of fiberglass pipes used for offshore service waters", *Composite Structures*, Vol. 83, pp. 221-225, 2008.
- [5] B.F. Boukhoulida, E. Adda-Bedia, K. Madani, "The effect of fiber orientation angle on moisture absorption and material degradation after hygrothermal ageing", *Composite Structure*, Vol. 74, pp. 406-418, 2006.
- [6] C.L. Tsai, I.T. Hung, T.W. Chang, "Characterisation of principal diffusivities of composites by suspension method", *Composite Science and Technology*, Vol. 66, pp. 2837-2843, 2006.
- [7] M. Mulle, R. Zitoune, F. Collombet, P. Olivier, Y.-H. Grunevald, "Thermal expansion of carbon-epoxy laminates measured with embedded FBGs – Comparison with other experimental techniques and numerical simulation", *Composites Part A*, Vol. 38, pp. 1414-1424, 2007.
- [8] M. Mulle, F. Collombet, P. Olivier, Y.-H. Grunevald, "Assessment of cure residual strains through the thickness of carbon-epoxy laminates using FBGs, Part I: Elementary specimen", *Composites Part A*, Vol. 40 (1), pp. 94-104, 2009.
- [9] M. Mulle, R. Zitoune, F. Collombet, L. Robert, Y.-H. Grunevald, "Measuring strains through the thickness of a composite structural specimen subjected to bending", *Experimental Mechanics*, DOI 10.1007/s11340-008-9209-2.
- [10] T.L. Yeo, T. Sun, K.T.V. Grattan, D. Parry, R. Lade, B.D. Powell, "Polymer-Coated Fiber Bragg Grating for relative humidity sensing", *IEEE Sensors Journal*, Vol. 5, No. 5, 2005.
- [11] P. Kronenberg, P.K. Rastogi, P. Giaccari, G. Limberger, "Relative humidity sensor with optical fiber Bragg gratings", *Optics Letters*, Vol. 27, N°16, 2002.
- [12] T.L. Yeo, M.A.C. Cox, L.F. Boswell, T. Sun, K.T.V. Grattan, "Monitoring Ingress of Moisture in Structural Concrete Using a Novel Optical-Based Sensor Approach", *Journal of Physics: Conference Series* 45, pp. 186-192, 2006.
- [13] K.S.C. Kuang, R. Kenny, M.P. Whelan, W.J. Cantwell, P.R. Chalker, "Embedded fibre Bragg grating sensors in advanced composite materials". *Composites Science and Technology*, Vol. 61, pp. 1379-1387, 2001.
- [14] P. Ferdinand, « Capteurs à fibres optiques à réseaux de Bragg ». *Techniques de l'Ingénieur, traité Mesures et Contrôle*, 1999, R 6 735-1 (in french).
- [15] Y.J. Rao, "In-fibre Bragg grating sensors", *Measurements Sciences and Technology*, Vol. 8, pp. 355-375, 1997.
- [16] M. Mulle, F. Collombet, J.N. Périé and al, "Instrumented technological specimen: curing process and mechanical characterisation using embedded fiber gratings", In: *Proceedings of ECCM11 (11th European conference on composite materials)*, 31 May - 3 June 2004 Rhodos (Greece). 2004, CDROM paper#C137.
- [17] F. Jacquemin, S. Fréour, R. Guillén, "Analytical modeling of transient hygro-elastic stress concentration – Application to embedded optical fiber in a non-uniform transient field", *Composite Science and Technology*, Vol. 66, pp. 397- 406, 2006.