



**HAL**  
open science

# Suivi de la cuisson d'un composite fibres de carbone / matrice polymère à l'aide d'une méthode d'impédancemétrie spécifique

Philippe Olivier, Philippe Margueres, Huikangyue Bao

► **To cite this version:**

Philippe Olivier, Philippe Margueres, Huikangyue Bao. Suivi de la cuisson d'un composite fibres de carbone / matrice polymère à l'aide d'une méthode d'impédancemétrie spécifique. CNRIUT 2023 Saint Pierre - La Réunion, IUT de Saint Pierre, Jun 2023, Saint Pierre (La Réunion), La Réunion. hal-04326934

**HAL Id: hal-04326934**

**<https://hal.science/hal-04326934v1>**

Submitted on 6 Dec 2023

**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.

---

# Suivi de la cuisson d'un composite fibres de carbone / matrice polymère à l'aide d'une méthode d'impédancemétrie spécifique.

---

Philippe Olivier<sup>1</sup>

Philippe.olivier@iut-tlse3.fr

Philippe Margueres<sup>1</sup>

[philippe.margueres@iut-tlse3.fr](mailto:philippe.margueres@iut-tlse3.fr)

Huikangyue Bao<sup>1</sup>

huikangyue.bao@univ-tlse3.fr

<sup>1</sup> IUT Paul Sabatier, Dépt. GMP, MFJA  
Institut Clément Ader, UMR 5312

**Thèmes** – Matériaux - Mécanique – Impédancemétrie

**Résumé** – *Les matériaux composites, en particulier les polymères renforcés de fibres de carbone (CFRP, carbon fibres reinforced plastic), sont de plus en plus employés dans l'industrie aéronautique en raison de leurs hautes performances. Lors de la fabrication de structures de cellules (structures aéronautiques) en matériaux composites, un protocole de surveillance de la cuisson (cycle de polymérisation réunissant des conditions de température, de pression et de vide) est essentiel pour assurer la sécurité de la production et la qualité du produit. Dans ce travail, une méthode de surveillance de la cuisson basée sur des mesures d'impédance électrique (Z) est présentée.*

**Mots-Clés** – Matériaux composites, santé matière, suivi de fabrication.

## 1 Introduction

La méthode de suivi de l'état d'un matériau composite en cours de cuisson que nous avons développée est basée non seulement sur la corrélation des propriétés rhéologiques et diélectriques de la matrice thermodurcissable (comme la résine époxy) pendant la polymérisation, mais aussi sur la corrélation des propriétés géométriques et électriques des fibres de carbone pendant la cuisson. Sur la base de cette approche, un protocole fiable et reproductible utilisant la mesure de l'impédance électrique  $Z$  pour la surveillance de la polymérisation des composites thermodurcissables a été élaboré [1]. Cette méthode nous permet non seulement de surveiller le degré d'avancement de la réaction  $\alpha$  en temps réel, mais aussi de détecter les éventuels défauts lors de l'assemblage des plis (couches), du pré-compactage sous vide et du durcissement de ces plis pour former la pièce stratifiée [2]. Sur la base des signatures de référence d'impédance, les processus de durcissement des polymères thermodurcissables employés comme matrices (liant des fibres dans composite) pourraient être suivis, ce qui permettrait de réaliser des économies en évitant les rebuts de pièces de grandes dimensions et coûteuses car renforcées de fibres de carbone, mais aussi d'améliorer la qualité des composites pour les structures aéronautiques. L'objectif final de nos travaux est d'assurer l'optimisation des matériaux et du cycle thermique (dit cycle de polymérisation) conduisant le matériau composite de son état initial (matrice visqueuse plus ou moins fluide) vers son état final de pièce mécanique rigide (matrice vitreuse solide).

## 2 Approche expérimentale

Un banc original à bas coût et portable fait maison a été développé pour mesurer les changements de l'impédance électrique  $Z$  des stratifiés matrice époxy/fibres de carbone (ou CFRP), non seulement pendant le cycle de polymérisation, mais aussi pendant les essais mécaniques de caractérisation des matériaux ou encore durant la vie en service d'une pièce. Le banc conçu (Figure 1-a) est équipé de 8 canaux dédiés aux mesures d'impédances  $Z$  et 2 canaux thermiques pour assurer des mesures de température  $T$  en temps réel. Un tissu en maille de cuivre (copper-mesh habituellement utilisé en protection foudre des structures composites aéronautiques) d'une épaisseur de 20 microns est utilisé comme électrode pour assurer le flux de courant entre la pièce composite soumise à l'essai et le banc de mesure (Figure 1-b). Ces électrodes sont insérées dans le stratifié au tout début de sa fabrication pendant le processus de pré-compression sous vide avant la cuisson (cycle de polymérisation). Selon les directions de mesure (Figure 1-b), la configuration à 2 ou 4 points peut être utilisée pour correspondre à différentes plages de

mesures d'impédance. L'analyse électrique est basée sur les changements d'impédance en termes de module  $|Z|$  et d'argument  $\theta$  pour mettre en évidence l'évolution résistive et capacitive du stratifié composite pendant un cycle de polymérisation. Les principaux points de transitions physicochimiques que subit une matrice thermodurcissable (tel le système époxy utilisé dans cette étude) durant un cycle de polymérisation comme le minimum de viscosité, la gélification (état de gel) et la vitrification (état vitreux) de la matrice peuvent être détectés par les techniques conventionnelles de calorimétrie à balayage différentiel (DSC, mesure de flux de chaleur) et de rhéométrie à plateaux parallèles (mesure de viscosité). Avec des mesures d'impédance électrique, ces points critiques peuvent être identifiés par la zone de changement d'impédance maximale pour une fréquence à 10kHz (Figure 3).

## 3 Bases de modélisation

En ce qui concerne la modélisation électrique, la structure stratifiée 3D CFRP peut être décrite comme un simple réseau de percolation. Les distances de percolation et les nombres de points de contact entre les fibres de carbone conductrices peuvent être estimés par une analyse microscopique pour tenir compte des paramètres géométriques composites. La méthode Monte-Carlo a été utilisée à cet effet [3]. Cette modélisation nous permet de définir le positionnement précis des électrodes noyées entre les plis (ou couches) de la pièce stratifiée en tenant compte de différents types de conduction (surface ou masse) et de différentes directions de courant longitudinales, transversales intraplis ou à travers l'épaisseur du stratifié interplis (Figure 1-b). De plus, cette modélisation révèle la dépendance de la zone conductrice par rapport à la configuration de l'électrode. Ainsi, la résistivité électrique d'un stratifié CFRP peut être déduite de l'analyse d'impédance si les fractions volumiques de fibres ( $V_f\%$ ) et les épaisseurs effectives de conduction et le nombre correspondant de couches de fibres impliquées sont connus.

## 4 Principaux résultats

Une campagne de caractérisation rhéométrique de la matrice thermodurcissable M21 a été menée pour suivre les évolutions des ses modules de conservation (élastique  $G'$ ) et de perte (visqueux  $G''$ ) en cisaillement, sa viscosité  $\mu$  et le facteur d'amortissement  $\tan(\delta)$  (figure 2).

Un stratifié de 8 plis unidirectionnels (épaisseur 2 mm) est équipé d'électrodes d'amenée et de sortie du courant a été polymérisé en autoclave. Les résultats en termes d'impédance et de phase pour des fréquences comprises entre 10 et 100kHz sont présentés respectivement sur la figure 3a et 3b. Comme le montre la figure 3, les

changements de phase de la matrice M21 peuvent parfaitement être détectés tant sur la mesure de l'impédance que sur celle de la phase pour peu que la fréquence du courant transitant dans le composite soit adéquate.

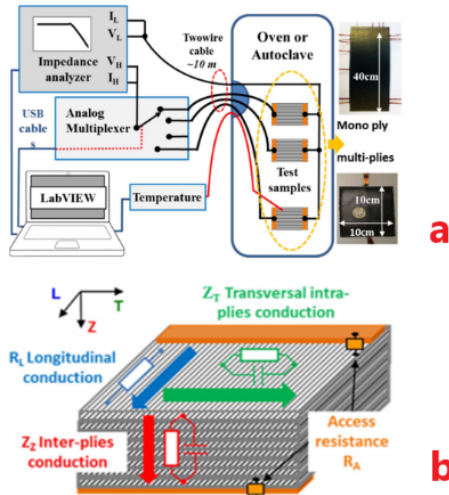


Figure 1 : a) Connexion entre le banc d'impédancemétrie et le composite à l'essai ; b) stratifié CFRP avec électrodes en configuration diagonale et schématisation des passages de courant.

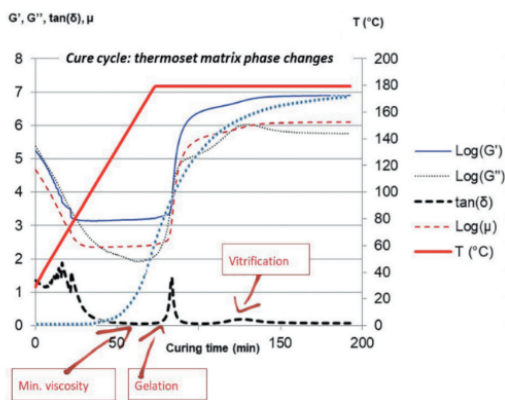


Figure 2 : Changements rhéologiques principaux de la matrice époxy M21 pendant sa cuisson : minimum de viscosité ( $\mu$ ), gélification et vitrification identifiés par rhéométrie sur la courbe de  $\tan(\delta) = G''/G'$  tangente l'angle de perte.

## 5 Conclusions

L'approche proposée ne nécessite pas de capteur dédié puisque c'est le composite CFRP qui est utilisé comme capteur de son propre état [4]. Si la combinaison d'instruments embarqués et de matériaux auto-sensibles pourrait être d'un grand intérêt pour le développement de matériaux intelligents, il n'en reste pas moins, qu'au stade actuel, nous avons fait la démonstration de la faisabilité

du suivi de cuisson (changements de phases durant un cycle de polymérisation) par mesure de l'impédance électrique du stratifié.

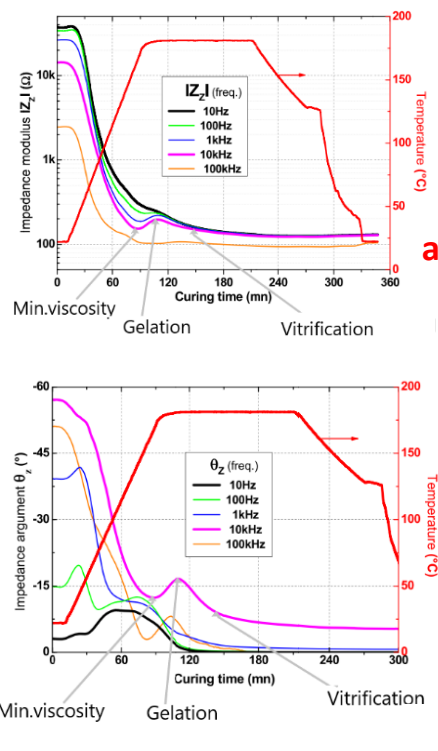


Figure 3 : Changements d'impédance dans l'épaisseur  $Z_z$  (a) amplitude ; b) argument) du stratifié T700/M21 pendant le durcissement pour différentes fréquence. Identification sur  $Z_z$  et  $\theta_z$  du minimum de viscosité, de la gélification et de la vitrification.

## Références

- [1] P. Marguerès, T. Camps, and P. Olivier, "Impédancemétrie électrique pour le monitoring de composites carbone/époxy," *Revue des composites et des matériaux avancés*, vol. 24, no. 2, pp. 207-220, 2014.
- [2] M. Mounkaila et al., "Modelling the electrical behaviour of carbon/epoxy composites and monitoring changes in their microstructure during oven and autoclave curing using electrical impedancemetry," *Smart Materials and Structures*, vol. 27, no. 8, 2018.
- [3] M. Mahamadou, "Analyse impédancemétrie pour le suivi de cuisson ou de santé des structures composites carbone/époxyde : Vers des matériaux intelligents pour le PHM des structures composites," Thèse, Université Toulouse III Paul Sabatier, 2016.
- [4] P. Margueres, P. Olivier, M. Mounkaila, S. Sassi, and T. Camps, "Carbon fibres reinforced composites. Electrical impedance analysis: a gateway to smartness," *International Journal of Smart and Nano Materials*, vol. 11, no. 4, pp. 417-430, 2020.