



HAL
open science

Identification de la perméabilité transverse d'un tissu de lin: Régimes saturé et transitoire

Paul Baral, Sylvain Drapier

► To cite this version:

Paul Baral, Sylvain Drapier. Identification de la perméabilité transverse d'un tissu de lin: Régimes saturé et transitoire. JNC23: Journées Nationales sur les Composites 2023, AMAC, UFC, Supmicrotech-ENSMM, CNRS, Jul 2023, Besançon, France. hal-04606788

HAL Id: hal-04606788

<https://hal.science/hal-04606788v1>

Submitted on 10 Jun 2024

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.

Identification de la perméabilité transverse d'un tissu de lin : Régimes saturé et transitoire

Identification of saturated and transient transverse permeability of flax fabrics

Paul Baral¹, Sylvain Drapier¹

1 : Laboratoire Georges Friedel, centre SMS
Ecole des Mines de Saint Etienne, Univ. Lyon, CNRS UMR 5307
Saint Etienne, 42023, France
e-mail : paul.baral@emse.fr et sylvain.drapier@emse.fr

Résumé

La perméabilité transverse d'un tissu quasi-unidirectionnel de lin a été mesurée en régime saturé et non-saturé à l'aide d'un banc expérimental dédié au suivi *in situ* du front de fluide. Le banc expérimental est instrumenté avec des μ -thermocouples qui sont insérés entre chaque pli de tissu afin de détecter la position du front de fluide par un changement de température rapide. Ce système permet une évaluation précise de la position du front de fluide sur un échantillon de dimension transverse réduite – i.e. $e = 3mm$. Des essais ont été réalisés pour une fraction volumique de fibres $V_f = 42\%$ tout en faisant varier la vitesse du fluide dans la préforme pour caractériser l'apparition des phénomènes capillaires. Une estimation macroscopique de la pression capillaire est réalisée sur la base d'un retard d'augmentation de pression lors de l'infusion de la préforme.

Abstract

Saturated and unsaturated permeabilities of quasi-unidirectional flax fibres preform have been characterized with a dedicated experimental set-up to measure *in situ* the flow front position. The set-up is instrumented with μ -thermocouples inserted between each ply to detect flow front position by a sudden temperature change when fluid enter in contact with the sensors. This apparatus allows to evaluate precisely the flow front position, even with reduced preform thickness – i.e. $e = 3mm$. Tests have been performed for one fibre volume fraction $V_f = 42\%$ while varying the flow velocity to characterize the appearance of capillary effect. A macroscopic estimation of the capillary pressure is done based on delayed pressure rise during preform infusion.

Mots Clés : infusion, perméabilité transverse, lin, capillarité

Keywords : infusion, transverse permeability, flax, capillarity

1. Introduction

L'élaboration de bio-composites à matrice thermoplastique et renfort en fibres végétales est une voie durable et locale de conception de matériaux composites de par le faible impact écologique des fibres et la recyclabilité de la matrice [1]. L'arrivée sur le marché de résines thermoplastiques fluides permet l'élaboration de ce type de composite par infusion, notamment par procédés LCM (Liquid Composite Molding) où la résine liquide infiltre l'architecture fibreuse sous l'effet d'une simple dépression. Dans ce cadre, il est donc essentiel de caractériser expérimentalement la capacité du tissu de lin à se laisser traverser par le fluide, et ce de façon continue depuis l'arrivée du fluide jusqu'à l'imprégnation totale, i.e. la perméabilité du tissu depuis le régime transitoire aux environs du front de fluide, jusqu'au régime établi en aval du front. La particularité liée aux fibres de lin consiste à caractériser cette évolution en fonction du gonflement des fibres et des effets capillaires en jeu [2]. Pour ce faire nous avons développé un banc expérimental permettant de mesurer dans un seul essai la perméabilité transverse en régime saturé et transitoire d'un empilement de tissus [3]. La principale difficulté liée à la caractérisation de la perméabilité transverse transitoire est l'accès à la position du front de fluide au cours de l'infusion

sur des distances de l'ordre du mm . Le suivi du front ne peut que difficilement se faire visuellement, contrairement aux essais de caractérisation de la perméabilité dans le plan. Notre étude est basée sur l'insertion de micro-thermocouples entre les plis pour détecter la position du front de fluide par contraste thermique entre le fluide et le milieu fibreux.

2. Matériau et méthodes

2.1. Mesure de la perméabilité transverse

Le banc expérimental est composé d'un réservoir cylindrique sur lequel est fixé l'empilement de tissu, lui-même maintenu entre deux plaques en nid d'abeilles (voir la vue éclatée de l'assemblage Fig. 1). Le fluide traverse l'échantillon de bas en haut avec un débit constant et la surpression due à la présence de l'empilement est mesurée par un capteur de pression situé dans la partie basse du réservoir. Le capteur de pression possède une plage de mesure de 0-350 mbar en pression différentielle et une précision de 3.5 mbar. Des μ -thermocouples sont placés entre chaque pli afin de détecter le passage du front de fluide dans la préforme. L'acquisition synchronisée des signaux est réalisée par un multimètre Hioki LR8431-20 avec une fréquence d'échantillonnage de 100 Hz.

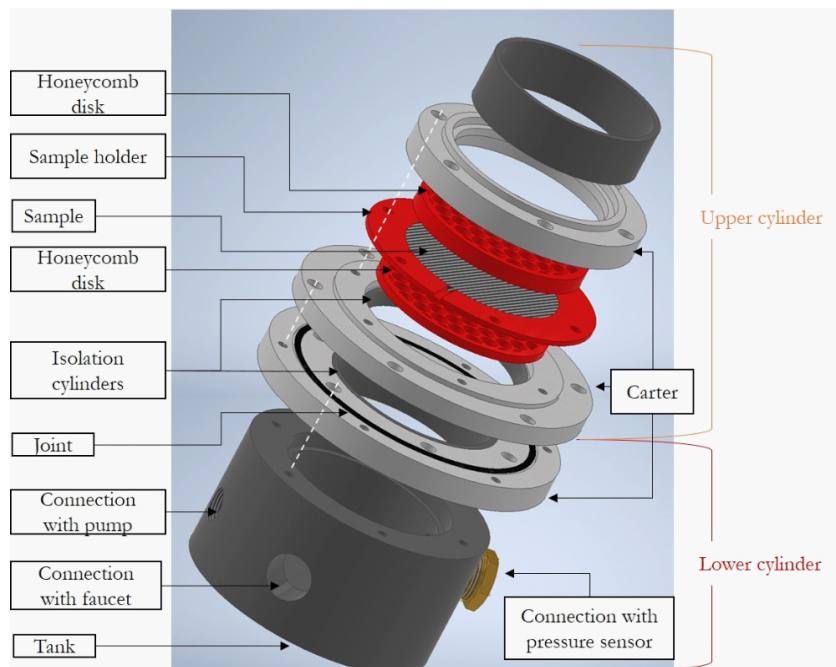


FIG. 1. – Vue éclatée du banc expérimental de perméabilité transverse.

2.2. Matériau de l'étude

Un empilement de 10 plis de lin quasi-unidirectionnel de l'entreprise Libeco, Flaxdry UD 180, a été caractérisé. Les échantillons de tissus ont été découpés par laser pour garantir une dimension répétable et limiter les défauts de tissage aux bords. Les essais de perméabilité ont été réalisés avec de l'eau à 10 °C. L'hygrométrie dans la pièce a été mesurée entre 30 et 40 % d'humidité. Les essais ont été réalisés à fraction volumique de fibres constante ($V_f \approx 0.42$) et pour des vitesses de fluide variant d'une décade ($0.4 \leq v_{fluid} \leq 4 mm.s^{-1}$).

2.3. Suivi du front de fluide

Six μ -thermocouples sont utilisés pour détecter le passage d'un fluide froid dans la préforme. Le changement rapide de température lors du contact du liquide avec le thermocouple donne le signal temporel de passage du front de fluide. Afin de traiter les signaux de température, une dérivée est

effectué pour localiser le gradient de température maximum. Une gaussienne est fittée au signal dérivé pour extraire la largeur du pic. Le point de contact entre le liquide est le μ -thermocouple est déterminé pour le maximum de la gaussienne moins sa demi-largeur [3]. Les signaux de température et de pression étant synchronisés, il est possible de retrouver l'état de pression associé à chaque position du front de fluide (voir Fig. 2).

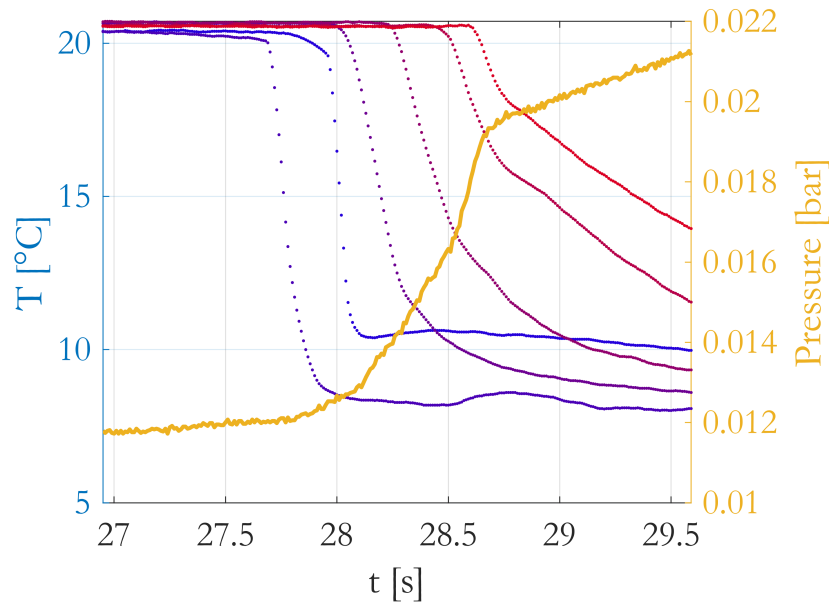


Fig. 2. – Évolution de la température mesurée par les thermocouples, superposée à l'évolution de pression, en fonction du temps.

3. Résultats

3.1. Vitesse du fluide

La vitesse du front de fluide est estimée de deux manières : par l'augmentation de la pression dû à l'élévation de la colonne d'eau et par le passage des μ -thermocouples. Dans le premier cas, nous pouvons estimer la vitesse en amont et en aval de la préforme par l'augmentation de pression due à la colonne de liquide, car la section de tube est constante. Les vitesses de fluide estimées par le signal de pression sont notées $V_{fluid IN}$ et $V_{fluid OUT}$. Nous pouvons remarquer que les vitesses en amont et en aval de la préforme sont identiques, ce qui confirme la condition de débit imposé (voir Fig. 3.a).

La vitesse du fluide dans la préforme est calculée à partir des signaux des thermocouples 2 et 5 en calculant la distance qui les sépare divisée par le délai de détection. Les thermocouples 1 et 6 situés en extrémités de préforme ne sont pas considérés car il sont sujet a beaucoup plus de variabilité sur la détection du fluide. La vitesse du front de fluide dans la préforme est supérieure à la vitesse d'entrée, dû au rétrécissement de la section efficace par la présence du tissu de lin (voir Fig. 3.b).

3.2. Perméabilité saturée

La perméabilité saturée $k_{z sat}$ est calculée à partir de l'équation Eq. 1, avec μ la viscosité du fluide, $V_{fluid OUT}$ sa vitesse en état stationnaire, h la hauteur de la préforme et Δp_{tot} le delta de pression généré par le passage du fluide dans la préforme.

$$k_{z sat} = \frac{\mu h V_{fluid OUT}}{\Delta p_{tot}} \quad (\text{Eq. 1})$$

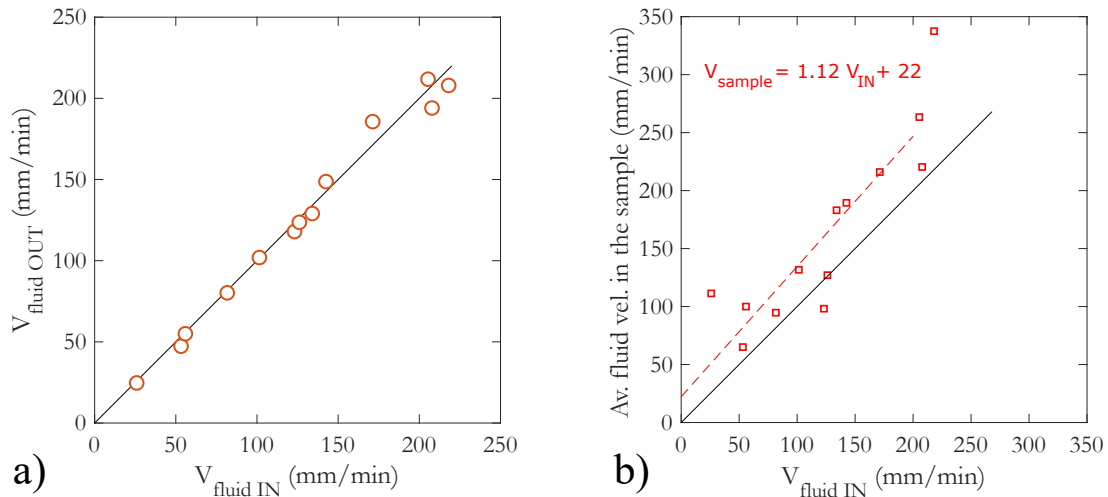


FIG. 3. – Comparaison des vitesses du fluide lors des essais de perméabilité transverse : a) mesurées en amont et en aval de la préforme, en régime stationnaire et b) au sein de la préforme par rapport à la vitesse d'entrée.

La figure 4 représente l'évolution de la perméabilité saturée en fonction de la vitesse du fluide en entrée de la préforme. La perméabilité saturée reste constante sur 1 ordre de grandeur en vitesse. Cette tendance est attendue étant donné qu'après avoir atteint le régime stationnaire, aucun gonflement de fibres supplémentaire ne peut se faire. La perméabilité saturée est mesurée à $k_{z \text{ sat}} = 9.92 \pm 2.88 \times 10^{-12} \text{ m}^2$ pour une fraction volumique de fibres $V_f = 0.42$.

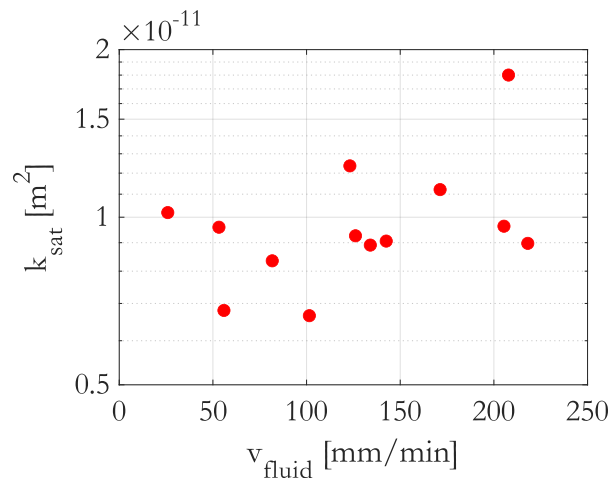


FIG. 4. – Évolution de la perméabilité saturée en fonction de la vitesse de fluide en entrée de la préforme.

3.3. Comportement transitoire

Nous nous intéressons maintenant au comportement du fluide pendant le remplissage de la préforme. La figure 5.a représente l'évolution de la pression relative au cours de l'infusion en fonction du temps normalisé par le temps total de remplissage ($\Delta t = 0$ lorsque le fluide entre en contact avec le premier μ -thermocouple et $\Delta t = 1$ lorsque le fluide entre en contact avec le sixième et dernier thermocouple). L'échelle de couleur représente la vitesse du fluide en amont de la préforme. Nous remarquons que pour les vitesses élevées ($V_{\text{fluid}} \approx 200 \text{ mm/min}$) la pression augmente dès que le fluide entre en contact avec la préforme alors que pour les vitesses plus faibles, la pression augmente après un délais dépendant de la vitesse du fluide. Pour les vitesses les plus faibles ($V_{\text{fluid}} < 50 \text{ mm/min}$) il n'y a pas

d'augmentation de pression. La figure 5.b est un grossissement de la figure 5.a; les flèches indiquent les instants où la pression augmente. Ces délais $t_{r\ press}$ serviront à la discussion.

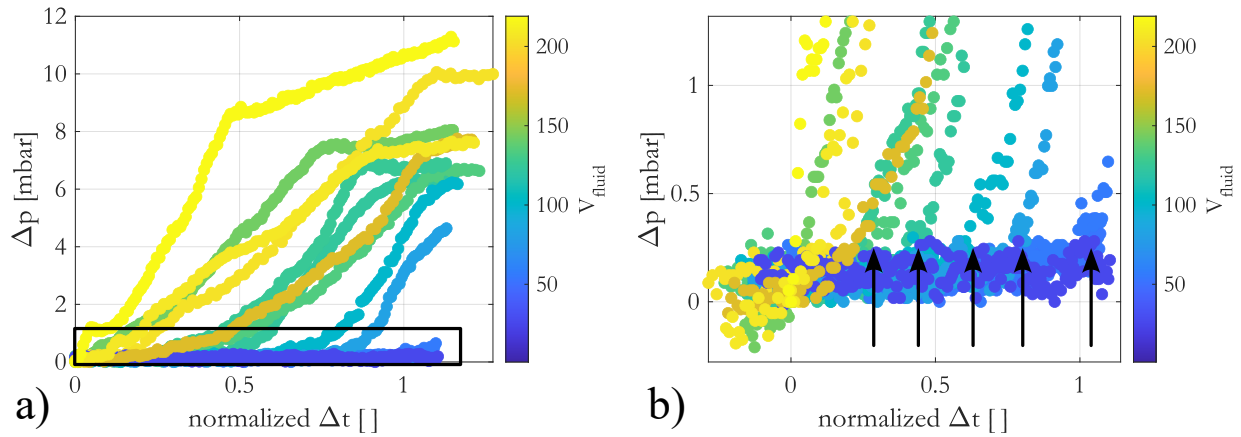


FIG. 5. – a) Évolution de la pression en amont de la préforme lors des essais de perméabilité, en fonction du temps normalisé sur le temps total d'imprégnation et b) grossissement de la zone du graphique a), les flèches indiquent les instants correspondants aux augmentations de pression.

4. Discussions

Les premiers résultats obtenus à fraction volumique de fibres constante ($V_f \approx 0.42$) et pour des vitesses de fluide variant d'une décade ($0.4 \leq v_{fluid} \leq 4 \text{ mm.s}^{-1}$) montrent qu'il est possible de capter la transition de régime de déplacement du fluide dans le tissu de lin (voir Fig. 6). Pour un nombre capillaire $Ca \leq 5 \times 10^{-5}$, l'avancement du fluide est dirigé par la capillarité et pour des Ca supérieurs, le déplacement du fluide est dirigé par la viscosité.

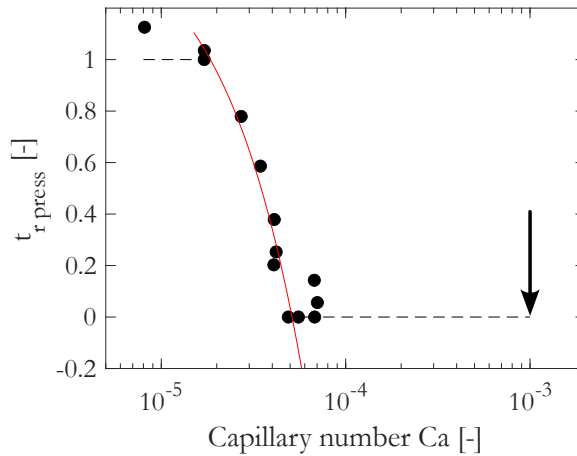


FIG. 6. – Évolution du delta de temps entre le début du remplissage et l'augmentation de pression dans la préforme en fonction du nombre capillaire Ca .

$$Ca = \frac{\mu v_{fluid}}{\gamma} \quad (\text{Eq. 2})$$

avec μ la viscosité du fluide, v_{fluid} sa vitesse et γ la tension de surface (interface fluide - fibres).

La transition entre les deux comportements est souvent trouvée pour des $Ca \approx 1 \times 10^{-3}$ dans le cas de fibres synthétiques [4] (voir flèche sur la Fig.1.d). La différence importante entre notre étude et

la littérature pourrait être due à l'absorption de l'eau par les fibres de lin. Le choix du fluide test s'est fait pour des questions de facilité d'utilisation. Néanmoins, l'eau n'est pas représentative d'un polymère thermoplastique liquide qui possède une viscosité 100 fois supérieure et une énergie de surface différente. En ce sens, il sera intéressant d'étendre l'étude à d'autres fluides plus représentatifs de l'application industrielle.

Une estimation de la pression capillaire macroscopique a été réalisée en comparant l'évolution de pression expérimentale à l'évolution théorique en prenant en compte uniquement la vitesse du fluide et la perméabilité saturée $k_{z\ sat}$. Cette estimation ne prend pas en compte le gonflement des fibres ce qui tend à augmenter la pression capillaire macroscopique. Néanmoins, nous obtenons sur l'intégralité des mesures et indépendamment des vitesses de fluide, une pression capillaire macroscopique $P_{cap} = 4,5 \pm 2,5\ mbar$. Ces valeurs sont dans le même ordre de grandeur que celle de Vo *et al.* [5] qui a mesuré une pression capillaire $P_{cap} = 10 \pm 5\ mbar$ pour des fibres de lin infusées dans de l'eau, dans la direction longitudinale.

5. Conclusions

La perméabilité transverse d'un tissu quasi-unidirectionnel de lin a été mesurée en utilisant un banc de mesure dédié à la caractérisation en régime saturé et transitoire. Un comportement transitoire issu des phénomènes capillaires a pu être mis en lumière et une pression capillaire macroscopique être estimée. Ces résultats préliminaires sur l'étude du régime non-saturé via le banc d'essais proposé ouvre la voie à des études complémentaires qui auront pour objectif de faire varier la fraction volumique de fibres ainsi que les fluides de test afin de mieux distinguer les effets de la capillarité et du gonflement des fibres dans le procédé d'infusion.

Références

- [1] C. Baley, M. Gomina, J. Breard, A. Bourmaud, S. Drapier, M. Ferreira, A. Le Duigou, P. J. Liotier, P. Ouagne, D. Soulat, P. Davies « Specific features of flax fibres used to manufacture composite materials », *International Journal of Material Forming* Vol. 12 n° 6, pp. 1023–1052, 2019, ISSN 1960-6206, 1960-6214.
- [2] M. F. Pucci, P.-J. Liotier, S. Drapier « Capillary wicking in flax fabrics – Effects of swelling in water », *Colloids and Surfaces A : Physicochemical and Engineering Aspects* Vol. 498, pp. 176–184, 2016, ISSN 09277757.
- [3] P. Baral, G. Pedoto, S. Drapier « Identification of saturated and transient transverse permeability of fibre reinforced fabrics », in : ECCM20 Composites Meet Sustainability, Lausanne, 2022.
- [4] V. Michaud « A Review of Non-saturated Resin Flow in Liquid Composite Moulding processes », *Transport in Porous Media* Vol. 115 n° 3, pp. 581–601, 2016, ISSN 0169-3913, 1573-1634.
- [5] H. Vo, M. Pucci, S. Drapier, P. Liotier « Capillary pressure contribution in fabrics as a function of fibre volume fraction for Liquid Composite Moulding processes », *Colloids and Surfaces A : Physicochemical and Engineering Aspects* Vol. 635, pp. 128120, 2022, ISSN 09277757.