

Titre: Caractérisation expérimentale des écoulements capillaires dans les renforts fibreux à double échelle de porosité
Title: Caractérisation expérimentale des écoulements capillaires dans les renforts fibreux à double échelle de porosité

Auteur: Amir Ershad Fanaei
Author:

Date: 2012

Type: Mémoire ou thèse / Dissertation or Thesis

Référence: Fanaei, A. E. (2012). Caractérisation expérimentale des écoulements capillaires dans les renforts fibreux à double échelle de porosité [Mémoire de maîtrise, École Polytechnique de Montréal]. PolyPublie. <https://publications.polymtl.ca/909/>
Citation:

Document en libre accès dans PolyPublie Open Access document in PolyPublie

URL de PolyPublie: <https://publications.polymtl.ca/909/>
PolyPublie URL:

Directeurs de recherche: François Trochu
Advisors:

Programme: Génie mécanique
Program:

UNIVERSITÉ DE MONTRÉAL

CARACTÉRISATION EXPÉRIMENTALE DES ÉCOULEMENTS
CAPILLAIRES DANS LES RENFORTS FIBREUX
À DOUBLE ÉCHELLE DE POROSITÉ

AMIR ERSHAD FANAEI

DÉPARTEMENT DE GÉNIE MÉCANIQUE

ÉCOLE POLYTECHNIQUE DE MONTRÉAL

MÉMOIRE PRÉSENTÉ EN VUE DE L'OBTENTION
DU DIPLÔME DE MAÎTRISE ÈS SCIENCES APPLIQUÉES
(GÉNIE MÉCANIQUE)

AVRIL 2012

UNIVERSITÉ DE MONTRÉAL

ÉCOLE POLYTECHNIQUE DE MONTRÉAL

Ce mémoire intitulé:

CARACTÉRISATION EXPÉRIMENTALE DES ÉCOULEMENTS
CAPILLAIRES DANS LES RENFORTS FIBREUX
À DOUBLE ÉCHELLE DE POROSITÉ

présenté par : FANAEI Amir Ershad

en vue de l'obtention du diplôme de : Maîtrise ès sciences appliquées

a été dûment accepté par le jury d'examen constitué de :

M. ACHICHE Sofiane, Ph.D., président

M. TROCHU François, Ph.D., membre et directeur de recherche

M. THERRIAULT Daniel, Ph.D., membre

DÉDICACE

À ma mère Zohreh et à mon père Hossein,

À mon frère Amir Reza,

REMERCIEMENTS

Je tiens à remercier en premier lieu François Trochu pour m'avoir proposé ce sujet et donné la chance de travailler sous sa supervision. Je remercie également Sofiane Achiche pour avoir accepté de présider ce jury et Daniel Therriaut pour avoir accepté d'en être membre. J'exprime également ma reconnaissance à Eduardo Ruiz, de même qu'aux associés de recherche Mouhcine Rifay et Edith Roland Fotsing, pour m'avoir guidé et soutenu au cours de mes recherches.

Je souhaite également exprimer ma profonde gratitude à mon confrère François Lebel, pour qui j'ai beaucoup d'estime et de respect et qui a su partager ses compétences scientifiques pendant toute la durée de notre collaboration. J'aimerais remercier les techniciens du CCHP, Christian-Charles Martel, Alexandre Bourgeois et Antonin Leclair-Maréchal pour m'avoir fourni un excellent soutien technique tout au long du projet.

Je remercie également tous les membres du CCHP. Je n'oublierai jamais mes partenaires de bureau Farida Bensadoun, Matthieu Sola et Emilie Charette pour tous les bons moments que j'ai passés avec eux. Merci aussi à Audrey Favre, Christophe Ravey, Julian Gutiérrez, Philippe Causse et tout particulièrement à Nicolas Vernet et Laura Mouret pour leur grande disponibilité.

Finalement, j'aimerais transmettre une salutation spéciale à mes amis Aline Boute et Abtin Jahan qui m'ont toujours appuyé dans toutes les inconstances.

RÉSUMÉ

Aujourd’hui, les matériaux composites à matrice polymère renforcés jouent un rôle important dans des secteurs technologiques de pointe comme l’aéronautique par exemple. En effet, ces matériaux conservent des propriétés mécaniques intéressantes pour un poids réduit en comparaison avec des matériaux plus standards comme les différents alliages métalliques. L’autoclave reste la principale méthode de fabrication des composites, mais les procédés d’injection sur renforts (« *Liquid Composite Molding (LCM)* ») sont de plus en plus utilisés pour la fabrication des composites à haute performance. Dans les procédés LCM, le renfort fibreux est d’abord déposé dans la cavité du moule. Ensuite, le moule est fermé et une résine polymère est injectée ou infusée sous vide à travers le renfort. Après consolidation et cuisson, la pièce finale est démoulée. Les renforts utilisés dans les procédés LCM possèdent en général une architecture à double échelle de porosité avec des macropores entre les mèches et des micropores dans les mèches. Dans ces procédés la capillarité joue un rôle important au niveau de l’imprégnation des mèches. Cependant, ce même phénomène est aussi responsable en grande partie de la formation de « vides ». Il est important de différencier la notion de « porosité » et les « vides ». La « porosité » d’un renfort fibreux représente la somme des espaces libres entre les mèches du renfort et à l’intérieur de celles-ci, avant imprégnation par la résine. Les « vides » sont les espaces résiduels qui n’ont pas été remplis par la résine après l’injection. Les porosités constituent une caractéristique du renfort, alors que les vides sont propres à la pièce composite finie et dépendent du procédé de mise en œuvre. Afin de minimiser la formation des vides, il est primordial de comprendre les mécanismes d’imprégnation du renfort fibreux dans les procédés LCM. C’est pourquoi une étude des écoulements capillaires dans les renforts fibreux à double échelle de porosité est nécessaire. A cette fin, un nouveau montage expérimental fondé sur la montée capillaire a été développé afin de suivre l’évolution de l’écoulement capillaire dans les mèches et les renforts.

La méthode de suivi de la montée capillaire proposée ici a déjà été utilisée non seulement en mécanique des sols, mais aussi pour la caractérisation des renforts fibreux. Cependant, de telles expériences sont complexes à réaliser. Les résultats obtenus dans la littérature restent surtout qualitatifs en raison de certaines difficultés techniques résultant de changements des propriétés du

fluide pendant l'expérience ainsi que du faible contraste entre le renfort et le front capillaire. Pour contourner ces problèmes, une technique de suivi du front capillaire fondée sur la pénétration d'un colorant fluorescent (« *dye penetration inspection (DPI)* ») et l'acquisition d'images est proposée. La masse de liquide absorbé dans l'imprégnation capillaire, couplée avec le suivi de l'évolution de la hauteur capillaire par une caméra, permet de caractériser le comportement d'un renfort et une résine pendant l'injection. La masse de fluide absorbé doit être associée à l'évolution du front de fluide sur les images au cours d'une montée capillaire. C'est pourquoi la détection du front capillaire par traitement d'image est une étape cruciale qui doit être réalisée avec beaucoup de précision.

Dans le présent travail, la détection du front capillaire par traitement d'images a nécessité la conception d'un algorithme numérique spécifique à cause de (1) la vitesse d'obturation (durée d'exposition) variable de la caméra semi-automatique; et (2) de l'augmentation globale de luminosité résultant de l'utilisation de liquides fluorescents. Ces variables ont un impact sur le bruit et la qualité des images. En effet, les algorithmes de traitement d'images existant dans le logiciel MATLAB ont également été utilisés, mais ils ne détectent pas correctement la position du front capillaire. Ceci a motivé la mise au point d'un nouvel algorithme afin. Cette nouvelle approche combine plusieurs algorithmes numériques ainsi que deux filtres spécialement créés pour cette application.

Un montage expérimental automatisé a été couplé avec l'algorithme de traitement d'image afin de caractériser les propriétés du renfort et d'étudier les phénomènes d'imbibition dans les renforts. Cet outil a été utilisé pour une étude sur la caractérisation de l'imbibition d'un renfort et l'évaluation de la vitesse optimale du front d'écoulement lors de l'injection d'une résine polymère. Il s'agit de développer un modèle microscopique d'imprégnation optimale, qui repose sur la caractérisation de l'imbibition du renfort et les propriétés de la résine. Ce modèle est capable d'évaluer *a priori* les conditions d'injection optimales qui minimisent la formation des vides. Enfin, cette approche permet de prédire la vitesse optimale du front de résine sans recourir à une fabrication longue et coûteuse d'échantillons.

ABSTRACT

Today, polymer matrix composites reinforced with continuous fibers play an important role in advanced technological sectors such as aeronautics and aerospace through their high mechanical properties and relatively low weight compared to metallic alloys. The main manufacturing method remains autoclave, but Liquid Composite Molding (LCM) processes are increasingly in the fabrication of high performance composites. In LCM, after closure of the mold or covering of the fibrous reinforcement with a plastic bag, a polymer resin is either injected or infused under vacuum through the fiber bed. After consolidation and curing, the finished composite part is unmolded. The fabrics commonly used in LCM exhibit in general a dual scale architecture: microscopic pores exist between the filaments of the fiber tows, while macroscopic pores are created between the tows. Impregnation of the fiber tows carried out by capillary forces is largely responsible of « void » formation. It is important to differentiate « porosity » and « voids ». « Porosity » represents the sum of empty spaces between the fiber tows and inside the fiber tows of the fibrous reinforcement before resin impregnation. « Voids » are the unfilled spaces after resin injection. Porosity is a characteristic of fibrous reinforcement, whereas the creation of voids in the finished composite part is specific to the process. To understand the mechanisms of resin impregnation and the formation of voids in LCM, a study of capillary flow in fibrous reinforcements of dual scale porosity is necessary. For this purpose, a new experimental setup is proposed in this research project to observe and monitor the evolution of capillary flows in fiber tows and fibrous reinforcements.

The capillary rise method has already been used in Soil Mechanics and to characterize engineering fabrics. However, such experiments are not easy to perform, because of technical deficiencies such as textile alterations, changes in fluid properties and the difficulty to follow accurately the progression of the capillary front that result from image fading. To circumvent these problems, a new monitoring technique based on fluorescent dye penetration inspection (DPI) and image acquisition is proposed. In the experimental observation of the capillary front and the measurement of the uptake fluid mass absorbed by the fabric, images taken during the capillary rise are associated with the mass absorbed over time. The mass of absorbed fluid is then associated with the evolution of the fluid front on the images during a capillary rise. Therefore

the detection of the capillary flow front by image processing is crucial step, which must be carried out with great precision. In the present study, the detection of the capillary flow front by image processing required the design of a specific numerical algorithm for the following reasons: (1) the variable shutter speed of the semi-automatic camera; and (2) the global increase in brightness resulting from the use of fluorescent liquids. These phenomena have an impact on the image quality and add noisy pixels to the images. The image processing algorithms of MATLAB were not able to detect the capillary front properly. A new algorithm was created for that purpose. This automated tracking of the capillary front was found to be robust and efficient despite the variable brightness of the images recorded. The new numerical function created combines several existing image processing techniques and two special filters.

This investigation provides an experimental setup allowing to carry out automated tracking of the capillary front coupled with automated image processing in order to study of the imbibition of fibrous reinforcements. The experimental setup has been used for wicking characterization in a fibrous reinforcement and to evaluate the optimal speed of the flow front during resin injection. In order to predict the injection conditions that minimize void formation, an optimal microscopic impregnation model is developed based on the wicking characterization of fiber tows and fabric plies and on the physical properties of resins. This approach gives the optimal front velocity without having to perform expensive and time-consuming fabrication tests.

TABLE DES MATIÈRES

DÉDICACE.....	III
REMERCIEMENTS	IV
RÉSUMÉ.....	V
ABSTRACT	VII
TABLE DES MATIÈRES	IX
LISTE DES TABLEAUX.....	XII
LISTE DES FIGURES.....	XIII
LISTE DES SIGLES ET ABRÉVIATIONS	XVIII
INTRODUCTION.....	1
Contexte	1
Problématique.....	2
Objectifs	5
CHAPITRE 1 REVUE DE LITTÉRATURE	7
1.1 Impact du vide sur les propriétés mécaniques.....	7
1.2 Sources de formation des vides	9
1.3 Mécanismes d'emprisonnement d'air	10
1.3.1 Formation de vides macroscopiques	10
1.3.2 Formation de vides microscopiques	11
1.4 Solutions pour prévenir la formation des vides.....	12
1.5 Contrôle de la vitesse d'écoulement de la résine	15
1.5.1 Modèle de Patel	16
1.5.2 Approche Labat/Ruiz	20
1.5.3 Méthode proposée dans ce projet (montage capillaire).....	20

CHAPITRE 2 DEVELOPPEMENT D'UN NOUVEAU MONTAGE EXPÉRIMENTAL POUR LA MONTÉE CAPILLAIRE À TEMPÉRATURE AMBIANTE.....	28
2.1 Montage capillaire avec visualisation par fluorescence.....	28
2.1.1 Problématique.....	28
2.1.2 Description générale du montage.....	29
2.1.3 Choix du pigment fluorescent	29
2.1.4 Moteur du déplacement.....	32
2.2 Acquisition de données	33
2.2.1 Mesure de la masse	33
2.2.2 Suivi visuel du front capillaire	34
2.2.3 Pilotage du système	34
2.3 Montage pour une mèche	38
2.4 Montage pour le renfort.....	40
CHAPITRE 3 MODÉLISATION DES PHÉNOMÈNES CAPILLAIRES DANS LES RENFORTS FIBREUX	42
3.1 Écoulement dans un renfort à double échelle.....	42
3.2 Pression capillaire et perméabilité.....	43
3.2.1 Capillarité	43
3.2.2 Imbibition	44
3.2.3 Perméabilité.....	45
3.3 Modèles mathématiques de montée capillaire	45
3.3.1 Loi de Jurin.....	46
3.3.2 Loi de Jurin pour les renforts à double échelle	50
3.3.3 Modèles d'imbibition	51
3.4 Calcul de la vitesse optimale	55

CHAPITRE 4 RESULTATS DE CARACTÉRISATION DES FLUIDES ET DES RENFORTS FIBREUX	59
4.1 Caractérisation des fluides pénétrant.....	59
4.1.1 Tension superficielle	60
4.1.2 Angle de contact.....	61
4.1.3 Viscosité.....	64
4.1.4 Résultats de caractérisation des liquides	65
4.2 Caractérisation des renforts.....	66
4.2.1 Taux de fibres des mèches	68
4.2.2 Taux de fibres et densité massique du renfort.....	69
4.2.3 Résultats de caractérisation du renfort	70
CHAPITRE 5 ALGORITHMES ET RÉSULTATS DE TRAITEMENT D'IMAGES	74
5.1 Objectifs du travail numérique	74
5.2 Traitement d'image pour détecter la hauteur capillaire	77
5.2.1 Création des filtres	81
5.2.2 Exemples de résultats pour une mèche et un renfort.....	84
5.3 Traitement d'image pour détecter les vides	87
5.3.1 Objectif.....	87
5.3.2 Choix de l'algorithme et exemple de résultats	88
CHAPITRE 6 ANALYSE DES RÉSULTATS ET DISCUSSION.....	90
6.1 Analyse de la hauteur capillaire dans les mèches	90
6.2 Analyse de la hauteur capillaire dans les renforts	94
6.3 Détection des vides macroscopiques.....	96
CONCLUSION	99
RÉFÉRENCES.....	101

LISTE DES TABLEAUX

Tableau 4-1 Propriétés des liquides d'infiltration	66
Tableau 4-2 Propriétés des mèches du renfort non tissé TG15N60A de JB Martin	72
Tableau 4-3 Propriétés du renfort non tissé TG15N60A de JB Martin	73
Tableau 6-1 Résultats des essais d'imbibition sur la mèche dans les sens chaîne et trame avec l'hexadécane.....	92
Tableau 6-2 Résultats des essais d'imbibition sur un pli de renfort dans les sens chaîne et trame avec l'hexadécane	96

LISTE DES FIGURES

Figure 0-1 : Schéma des procédés LCM : (1) préformage du renfort; (2) mise en place du renfort dans le moule; (3) injection de la résine; (4) consolidation et cuisson; (5) démoulage	2
Figure 0-2 : Renfort à double échelle TG15N60A de JB Martin : (a) échelle macroscopique.....	3
Figure 0-3 : Impact des vides sur la résistance au cisaillement inter-laminaire d'un composite [2].	
4
Figure 1-1 : Variation relative de la contrainte de cisaillement interlaminaires à la rupture en fonction du taux de vide pour des matériaux composites carbone/époxy [29]......	8
Figure 1-2 : Phénomène de « <i>fingering</i> » résultant du retard du front saturé par rapport à l'écoulement capillaire dans les mèches; des vides macroscopiques sont créés.....	10
Figure 1-3 : Création d'un vide macroscopique pendant une injection à faible débit. L'écoulement de la résine est régi par les phénomènes capillaires [39].	11
Figure 1-4 : Formation de vides microscopiques lors d'une injection à fort débit : (a) pour une mèche axiale et (b) pour une mèche transverse [39]......	12
Figure 1-5 : Formation de vides macroscopiques et microscopiques lors de l'imprégnation de fibres en fonction de la vitesse d'écoulement [47].	15
Figure 1-6 : Imprégnation d'un renfort tricot à double échelle de porosité avec 3 liquides différents effectuée par Patel [48] : (a) taux de vide en fonction de nombre capillaire; (b) taux de vide en fonction de nombre capillaire modifié.....	17
Figure 1-7 : Évolution du taux de vide (microscopique et macroscopique) en fonction du nombre capillaire modifié C_a^* selon le modèle de Patel et al. [55].....	18
Figure 1-8 : Formation de vides macroscopiques : (a) pour un débit d'injection faible; (b) taux de vide macroscopique en fonction du nombre capillaire modifié C_a^* pour un renfort unidirectionnel avec plusieurs liquides [37].....	19
Figure 1-9 : Matériau composite fabriqué par un renfort en fibres de verre (Rovcloth 2454) avec une résine époxy industrielle : (a) modèle de formation des vides obtenu; (b) variation du module élastique en traction en fonction de la vitesse d'imprégnation [47].	21

Figure 1-10 : Montage utilisé pour les milieux poreux et les mèches par Batch et al. [22].....	22
Figure 1-11 : Montage utilisé pour les milieux poreux et les mèches par Dang-Vu et Hupka [57].	23
Figure 1-12 : Montage expérimental utilisé pour les tissus par Sénécot [23].....	24
Figure 1-13 : Montage expérimental utilisé par Amico pour observer la montée capillaire dans les mèches et les renforts [62].	25
Figure 1-14 : Montage expérimental utilisé pour observer la montée capillaire dans les mèches par Benltoufa et al. [65].....	26
Figure 2-1 Photographie de deux renforts en fibres de verre pendant une imprégnation capillaire : (a) tissu bidirectionnel; (b) tresse unidirectionnelle [63].	28
Figure 2-2 : Configuration du montage capillaire conçu pour suivre les positions du front de liquide en même temps que mesurer la masse absorbée.	30
Figure 2-3 : Minéraux fluorescents exposés à la lumière ultraviolette [67].....	31
Figure 2-4 : Comparaison des pigments fluorescents : (a) pyrromethene 567A; (b) exalite 392.A; (c) exalite 428; (d) pyrromethene 567A et exalite 428.	32
Figure 2-5 : Moteur de déplacement Newport avec une plate-forme rigide dans une configuration en porte-à-faux fixée à la partie mobile.	33
Figure 2-6 : Configuration complète du montage capillaire.	35
Figure 2-7 : Programme Labview : fenêtre de création du fichier d'enregistrement.....	36
Figure 2-8 : Programme Labview : fenêtre de commande pour l'acquisition de données et le contrôle du système.....	37
Figure 2-9 : Fichier d'enregistrement des informations sur l'acquisition de la masse et le suivi du front capillaire.	38
Figure 2-10 : Montage expérimental pour réaliser l'expérience de montée capillaire sur une mèche de fibres.....	39
Figure 2-11 : Mise en place du renfort pour les expériences de montée capillaire.....	40

Figure 2-12 : Montage expérimental pour réaliser l'expérience de montée capillaire pour le renfort : (a) en pleine lumière; (b) accentuation du colorant fluorescent sous l'effet de la ...	41
Figure 3-1 : Illustration des forces distribuées sur la ligne de contact entre les fibres et la résine [71].....	43
Figure 3-2 : Illustration de l'ascension capillaire dans des pores de tailles différentes [73].....	44
Figure 3-3 : Volume moyen de liquide déplacé par unité de temps dans un milieu poreux correspondent à la vitesse de Darcy.	46
Figure 3-4 : Vue schématique de la loi de Jurin et concept de hauteur d'équilibre dans un tube capillaire [75].	47
Figure 3-5 : Diamètre hydraulique équivalent : (a) représentation du diamètre hydraulique équivalent D_h^m des micropores pour trois mèches; (b) aire A_{gap} et périmètre P_{gap} des macropores; (c) aire A_{pore} et périmètre P_{pore} des micropores.....	49
Figure 3-6 : Origine de la tortuosité des mèches et des filaments dans un renfort fibreux :.....	50
Figure 3-7 : Évolution du front d'écoulement lors d'une montée capillaire typique à travers un milieu poreux.....	51
Figure 3-8 : Schéma d'évolution de l'imbibition selon la loi de Lucas-Washburn : (a) carré de l'évolution de la hauteur d'imbibition au cours de temps donnée par l'équation (3-16);	56
Figure 3-9 : Maille élémentaire et longueur caractéristique d'un renfort.	57
Figure 4-1 : Mesure de la tension de surface : (a) schéma descriptif de la méthode de la lame;... 61	
Figure 4-2 : Influence de la mouillabilité d'une surface sur l'angle de contact θ_c : (a) liquide parfaitement mouillant; (b) liquide partiellement mouillant; (c) liquide non mouillant.....	62
Figure 4-3 : Mesure de l'angle de contact statique : (a) goniomètre; (b) image prise par le goniomètre.....	62
Figure 4-4 : Mesurer de l'angle de contact statique avec le goniomètre optique.....	63
Figure 4-5 : Mesure de viscosité : (a) principe du viscosimètre de Couette; (b) rhéomètre MCR501 d'Anton-Paar [86].	65

Figure 4-6 : Photos du renfort de verre E de type NCF (non tissé) TG15N60A de JB Martin : ...	67
Figure 4-7 : Analyse d'image microscopique d'une mèche dans le sens chaîne : (a) image d'une chaîne prise avec un microscope électronique à balayage (MEB); (b) image d'un filament prise avec un MEB montrant l'interface résine-fibres.....	68
Figure 4-8 Détection de la surface précise de l'échantillon au moyen d'un algorithme de détection de MATLAB.....	69
Figure 4-9 : Détermination du Volume Élémentaire Représentatif (VER).....	71
Figure 5-1 : Algorithmes existants pour détecter le front capillaire dans MATLAB : (a) Canny; (b) Prewitt; (c) Roberts; (d) Sobel.....	75
Figure 5-2 : Organigramme de programmation (« <i>Flowchart</i> ») de l'algorithme de traitement d'image.....	76
Figure 5-3 : Soustraction de deux images consécutives : (a) première image; (b) deuxième image; (c) soustraction de deux images en niveaux de gris.....	78
Figure 5-4 : Opérations sur l'image binaire : (a) conversion binaire; (b) remplissage; (c) érosion; (d) dilatation; (e) sélection de la région; (f) détection des frontières; (g) détection du front capillaire.....	79
Figure 5-5 : Détection du front capillaire avec l'algorithme numérique développé.....	80
Figure 5-6 : Augmentation de la luminosité suite au remplissage des mèches transversales dans 3 images consécutives.....	82
Figure 5-7 : Détection du front d'une image par le filtre moyenne du front précédent d'image traitée (« <i>Moyenne_image t</i> »).....	83
Figure 5-8 : Filtrage du front capillaire pour éliminer l'influence de l'augmentation de la luminosité.....	84
Figure 5-9 : Suivi du front d'écoulement capillaire dans une mèche : (a) avant traitement d'image; (b) après traitement de plusieurs images.....	85
Figure 5-10 : Front d'écoulement capillaire dans un renfort : (a) image brute de l'écoulement; ..	86

Figure 5-11 : Formation de vides macroscopiques durant l'imbibition du renfort non tissé TG15N60A de <i>JB Martin</i> avec les liquides suivants : (a) l'hexadécane; (b) vinylester; (c) époxy.....	87
Figure 5-12 : Imbibition du renfort non tissé TG15N60A de <i>JB Martin</i> par la résine vinylester..	88
Figure 5-13 : Détection des vides macroscopiques : (a) image brute; (b) détection par la méthode <i>Log</i> ; (c) détection par la méthode <i>Canny</i> ; (d) détection par la méthode <i>Sobel</i> ; (e) application de la méthode <i>Sobel</i> et des opérations de traitement image.....	89
Figure 6-1 : Évolution du volume d'imbibition dans le temps lors de la montée capillaire (hexadécane sur deux mèches, une dans les sens trame et l'autre dans le sens chaîne).	91
Figure 6-2 : Évolution de la masse et de la hauteur de l'hexadécane dans la mèche sens chaîne. Résultats expérimentaux et régression linéaire du modèle LW.....	92
Figure 6-3 : Évolution de la masse et de la hauteur de l'hexadécane dans la mèche sens trame. Résultats expérimentaux et régression linéaire du modèle LW.....	93
Figure 6-4 : Évolution de la masse et de la hauteur de l'hexadecane dans le renfort sens chaîne. Résultats expérimentaux et régression linéaire du modèle LW.....	95
Figure 6-5 : Évolution de la masse et de la hauteur de l'hexadecane dans le renfort sens trame. Résultats expérimentaux et régression linéaire du modèle LW.....	95
Figure 6-6 : Modèle de formation de vides macroscopique : (a) taux volumique des vides macroscopiques en fonction du nombre capillaire modifié pour les résines vinylester et époxy et le renfort TG15NA de <i>JB Martin</i> ; (b) image de l'imbibition de la résine vinylester sur le renfort TG15NA.....	97

LISTE DES SIGLES ET ABRÉVIATIONS

∇P	champ de pression
$[K]$	tenseur de perméabilité
μ	viscosité
\vec{V}	vitesse du front de résine
p_{cap}	pression capillaire
θ	angle de contact
γ_{lg}	tension superficielle entre liquide-vapeur
γ_{sg}	tension superficielle entre solide-vapeur
γ_{sl}	tension superficielle entre solide-liquide
v_s	vitesse de liquide dans un milieu poreux
C_a	nombre capillaire
C_a^*	nombre capillaire modifié
V_M	taux volumique de vide macroscopique
V_m	taux volumique de vide microscopiques
P_w	périmètre mouillé
τ'	contrainte cisaillement
$\dot{\gamma}$	taux de cisaillement
Ω	vitesse constante imposée
d_f	diamètre moyen du filament
V_f	taux volumique de fibres

D_h	diamètre hydraulique équivalent
r	rayon du tube capillaire
p_{atm}	pression atmosphérique
z_{eq}	hauteur capillaire
$\Delta\rho$	densités de liquide
g	gravité
F_{geo}	constante géométrique
τ	tortuosité de la mèche
z_{cap}	hauteur d'équilibre de montée capillaire
z_{eq}	hauteur d'équilibre de montée capillaire
z_{Julin}	hauteur capillaire montée par la force capillaire
B_h	pente Lucas-Washburn (LW) de la hauteur capillaire
A_{cs}	surface de section transversale de la mèche
s	saturation de la mèche
c_v	capacité volumétrique de rétention du fluide
B_m	pente Lucas-Washburn (LW) de la masse absorbée
L_c	distance caractéristique (distances entre les centres de mèches)
t_c	temps caractéristique de remplissage
N_{tows}	nombre de mèches
w_{gap}	largeur entre les mèches (largeur de macropores)
A_{gap}	section transversale de la distance entre les mèches

P_{gap}	périmètre mouillé de macropores
h_{tow}	épaisseur des mèches
m_{fluid}	masse de liquide absorbé par une mèche
ρ_{fluid}	densité du liquide mouillant
ϕ_{tow}	porosité de la mèche
ρ_{glass}	masse volumique du verre
$m_{meniscus}$	masse du ménisque créé sur une mèche lorsqu'elle en contact avec un liquide
A_{cs}	surface de section transversale de la mèche perpendiculaire à l'écoulement
s	niveau global de la saturation de la mèche $0 \leq s \leq 1$

INTRODUCTION

Contexte

Les matériaux composites sont composés d'au moins deux phases différentes de telle sorte que le produit final est plus performant que ses constituants séparés. Les matériaux composites sont généralement constitués d'un renfort fibreux et d'une matrice pouvant être une résine polymérique. Le renfort joue un rôle mécanique important, car il reprend la majeure partie des charges. La matrice agit comme un lien en maintenant les fibres en place et en assurant l'intégrité structurelle du matériau. La matrice protège aussi les fibres de la corrosion tout en transmettant les charges mécaniques au renfort [1].

Aujourd'hui, les matériaux composites à matrice polymérique sont de plus en plus utilisés dans de nombreux secteurs technologiques comme l'aéronautique, l'automobile et le sport. La matrice polymérique est constituée principalement d'une résine thermoplastique ou thermodurcissable. En outre, elle peut contenir de petites quantités d'additifs, des charges inertes ou des adhésifs. Plusieurs types de fibres sont utilisés avec la matrice pour construire un matériau composite. Les fibres de verre, carbone et aramide figurent parmi les plus courantes.

L'emploi d'un procédé de fabrication fiable joue un rôle crucial dans l'élaboration des composites. Les procédés de fabrication peuvent aller du moulage manuel au contact jusqu'à la cuisson en autoclave de laminés pré-imprégnés et les procédés d'injection sur renforts. Les procédés d'injection, souvent appelés de moulage liquide, sont généralement regroupés en deux principales catégories : moule ouvert et moule fermé. Plusieurs méthodes de fabrication peuvent être employées. Le choix dépend de l'application, du volume de production, de la qualité demandée et du coût de pièce.

Depuis les deux dernières décennies, le développement de méthodes de fabrication pour la production de masse (100 à 200 pièces de l'heure pour les composants d'automobile par rapport à quelques centaines de pièces par an dans les applications aéronautiques) s'est accéléré sous l'impulsion de l'industrie automobile [2]. D'un autre côté, l'industrie aéronautique demande des pièces performantes au niveau mécanique et thermique. La famille des procédés d'injection sur renforts (*Liquid Composite Molding; LCM*) offre une solution alternative prometteuse dans ces

deux domaines d'application. Elle consiste à injecter ou à infuser une résine thermodurcissable réactive liquide dans une cavité contenant un renfort fibreux sec. La capacité à produire des pièces de forme complexe pour des volumes de production relativement élevés a motivé le développement de cette famille de procédés [2].

Les deux procédés les plus utilisés de la famille LCM sont le moulage par transfert de résine (« *Resin Transfer Molding* »; *RTM*), et le moulage sous vide par transfert de résine (« *Vacuum Assisted Resin Transfer Molding* »; *VARTM*). Il existe des différences mineures entre ces deux méthodes, mais tous les procédés LCM comprennent les cinq étapes décrites à la Figure 0-1. Le renfort est d'abord préformé, puis placé dans le moule. Par la suite, la résine est injectée ou infusée à travers le renfort. Une fois la préforme complètement imprégnée et la résine réticulée, le moule est ouvert et la pièce finale est extraite.

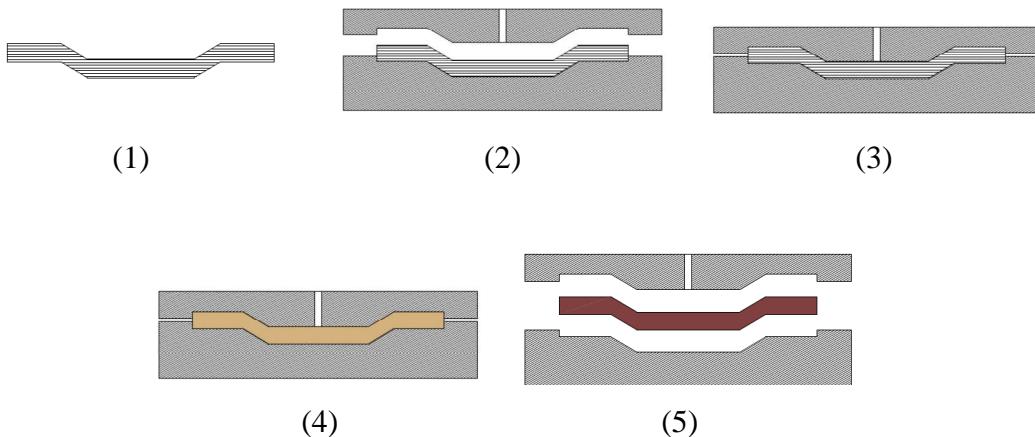


Figure 0-1 : Schéma des procédés LCM : (1) préformage du renfort; (2) mise en place du renfort dans le moule; (3) injection de la résine; (4) consolidation et cuisson; (5) démoulage

Problématique

Les renforts fibreux constituent généralement un milieu poreux à double échelle de porosité : des micropores apparaissent entre les fibres contenues dans une mèche, tandis que des macropores sont créés par les espaces qui restent libres entre les mèches (voir Figure 0-2).

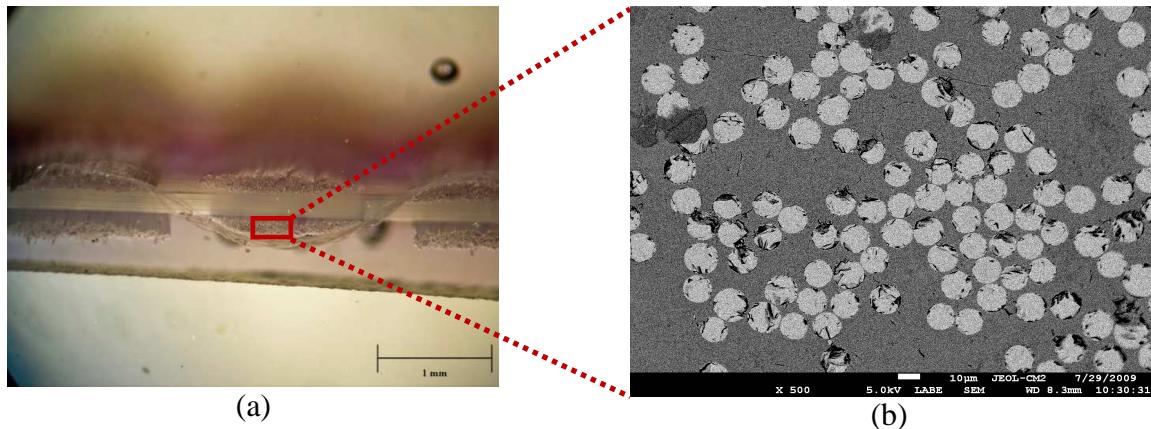


Figure 0-2 : Renfort à double échelle TG15N60A de JB Martin : (a) échelle macroscopique ($\sim 10^{-3}$ m) des macropores (250-750 μ m); (b) échelle microscopique ($\sim 10^{-6}$ m) des micropores (0,5-50 μ m) ; images obtenues de JEOL JSM840 Scanning Microscope.

Le but final est d'obtenir une pièce de qualité en remplissant tous les pores (microscopiques et macroscopiques) du renfort avec la résine avant qu'elle n'atteigne son point de gel [3, 4]. On rappelle ici que les « vides » sont les défauts résiduels après injection de la résine et que la porosité représente la somme des espaces disponibles dans le renfort sec avant injection. La qualité et la performance des composites ne sont pas toujours à la hauteur des attentes. Par exemple, des défauts de fabrication peuvent résulter la présence de vides et/ou de zones non imprégnées dans les pièces après démoulage. Ces vides peuvent se former pendant l'imprégnation et/ou à l'étape de consolidation de la résine. La présence de vides est considérée comme le défaut le plus critique ayant une influence sur les propriétés mécaniques. En effet, les vides peuvent être responsables de l'initiation de fissures et conduire à une diminution des propriétés mécaniques de la pièce en compression, flexion ou cisaillement inter-laminaire [5, 6]. Par conséquent, les vides peuvent entraîner une rupture en service. Cette chute des propriétés mécaniques est visible sur la Figure 0-3. On observe ici une importante baisse de la résistance au cisaillement inter-laminaire pour les pièces comportant 3 à 4% de vides. Ces vides ont également un effet considérable sur l'absorption d'humidité et sur le fini de surface [7, 8].

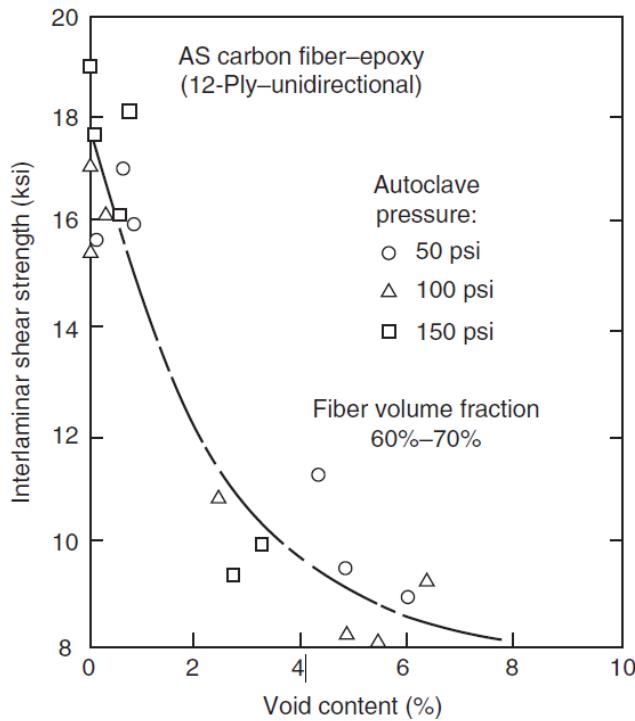


Figure 0-3 : Impact des vides sur la résistance au cisaillement inter-laminaire d'un composite [2].

Pour de nombreux chercheurs, la nature à double échelle de porosité du renfort est la principale cause de la formation de vides dans les matériaux composites fabriqués par les procédés d'injection sur renfort. En effet, puisqu'il existe deux échelles de porosité, l'écoulement de la résine est gouverné par deux types de forces. À l'échelle microscopique, c'est-à-dire durant l'imprégnation des micropores dans les mèches, les forces capillaires sont dominantes par rapport aux forces visqueuses [8]. À l'échelle macroscopique, c'est-à-dire durant l'imprégnation des macropores entre les mèches, l'inverse se produit et la résine progresse sous l'effet des forces visqueuses. Les vides macroscopiques qui se manifestent entre les mèches ont une forme sphérique, tandis que les vides microscopiques à l'intérieur des mèches se présentent sous une forme cylindrique [8-16]. Dans l'optique de minimiser la formation des vides, il faut d'abord comprendre les mécanismes d'imprégnation du renfort à l'échelle microscopique. A cette fin, l'étude des écoulements capillaires dans les mèches de renforts s'avère indispensable.

Il existe plusieurs méthodes de caractérisation d'imbibition par capillarité, parmi lesquelles la technique de montée capillaire est la plus répandue. Le principe de la mesure consiste à tremper

l'extrémité du milieu poreux (dans notre cas, un renfort fibreux) à la surface d'un fluide pénétrant (dans notre cas, une résine ou un liquide parfaitement mouillant). Le fluide remontera dans le renfort par capillarité. C'est la méthode dite de montée capillaire, utilisée par Masoodi et Pillai [17] pour les papiers, et Hsieh [18] et Pezron et al. [19] pour des textiles.

La caractérisation des propriétés microscopiques et macroscopiques de tissus industriels (renforts fibreux utilisés dans la fabrication des composites à haute performance) a été effectuée par Amico et Lekakou [20, 21], Batch et al. [22] et Sénécot [23] au moyen de cette méthode. Malgré toutes les recherches menées pour améliorer cette technique de caractérisation, trois problèmes majeurs subsistent. (1) Tout d'abord, les modifications imposées au renfort par la compaction, l'effilochage et les manipulations peuvent engendrer une variabilité dans les résultats des essais capillaires. (2) Les changements de propriété des liquides utilisés en raison de leur volatilité constituent une autre source d'erreur. (3) Enfin, la détection du front capillaire n'est pas précise pour des tests d'imbibition de longue durée à cause d'une décoloration progressive du front [23].

Objectifs

L'objectif central de cette recherche est le développement d'un montage expérimental amélioré pour étudier les phénomènes capillaires qui interviennent dans la mise en forme des composites fabriqués par des procédés d'injection sur renfort. Il s'agit de mettre en place un système de suivi visuel du front capillaire par fluorescence, afin d'augmenter le contraste des images et d'analyser avec précision la montée capillaire. L'acquisition des images est couplée avec l'enregistrement en temps réel de la masse de fluide absorbé via une balance à haute résolution. Cette méthode permet d'enregistrer automatiquement et simultanément en temps réel l'évolution du front capillaire et de la masse de liquide absorbé avec un bon degré de précision et de répétabilité.

Le second objectif de ce travail porte sur la mise en œuvre d'une méthode de traitement d'image pour extraire le front de liquide et permettre un meilleur suivi de la montée capillaire à partir des images enregistrées avec une caméra. De plus, une méthode de traitement d'image plus avancée est proposée pour repérer les vides macroscopiques formés pendant les essais de montée capillaire. Cette analyse vise à déterminer une plage optimale de vitesse d'écoulement, pour laquelle la formation des vides est minimisée.

Ce mémoire comporte huit chapitres. Après le chapitre d'introduction, le second chapitre présente une revue de la littérature sur la formation des vides dans les composites fabriqués par injection et les solutions proposées pour minimiser ces phénomènes. Le troisième chapitre décrit le montage expérimental développé pour observer la montée capillaire. Le quatrième chapitre rappelle les modèles mathématiques de montée capillaire et les lois qui interviennent dans la caractérisation de l'imbibition par capillarité. Le chapitre 5 porte sur les protocoles expérimentaux développés et contient une revue des techniques de mesure utilisées pour caractériser les renforts et la résine. Une étude préliminaire est effectuée dans ce chapitre pour caractériser un renfort non tissé en fibres de verre, une résine vinylester et une résine époxy. Le chapitre 6 présente les algorithmes de traitement d'image développés pour la détection et le suivi de la position du front capillaire. Finalement, une discussion générale dans le chapitre 7 fait le point sur l'ensemble des études menées et les premiers résultats obtenus sur la vitesse optimale d'imprégnation. Pour terminer, une conclusion générale résume les travaux réalisés et fournit un certain nombre de recommandations pour la suite.

CHAPITRE 1 REVUE DE LITTÉRATURE

Le problème de la formation de vides existe dans la plupart des procédés de fabrication des matériaux composites. Le cas de l'autoclave a été longuement étudié par Dave et al. [24, 25] et Kardos et al. [26, 27]. Bien que plusieurs études sur l'écoulement de la résine à l'échelle microscopique dans les procédés LCM soient également disponibles, les phénomènes d'apparition de vides sont plus critiques et moins bien compris dans ce type de procédés. En effet, dans la plupart des techniques traditionnelles comme la cuisson de pré-imprégnés en autoclave ou le moulage par compression, les fibres et la résine restent en contact pendant un temps prolongé. Ceci assure une bonne imprégnation des fibres et procure une liaison adéquate à l'interface. La famille des procédés LCM est différente dans le sens où les renforts fibreux sont d'abord placés dans un moule, puis l'imprégnation du renfort jusqu'à saturation complète s'effectue beaucoup plus rapidement [28].

1.1 Impact du vide sur les propriétés mécaniques

La présence de vides et le mouillage incomplet du renfort peuvent dégrader les propriétés physiques et mécaniques de la pièce. L'impact de ce type de défaut a fait l'objet de beaucoup d'attention, comme l'attestent un nombre important d'études sur le sujet. Les recherches antérieures montrent que l'influence des vides sur le comportement mécanique est négligeable, s'ils sont répartis de manière homogène et que leur taux volumique ne dépasse pas 1% [29]. Par contre, les propriétés mécaniques sont affectées de manière significative pour des taux de vides plus élevés. Certains chercheurs ont étudié l'impact des vides et de la mouillabilité des renforts sur les propriétés des composites comme la résistance en traction, en cisaillement et en flexion [5, 30, 31]. La présence de vides se manifeste par une chute nette de la contrainte de cisaillement interlaminaire à la rupture (« *Inter Laminar Shear Stress* », *ILSS*). La diminution de cette contrainte est représentée à la Figure 1-1 en fonction du taux de vide.

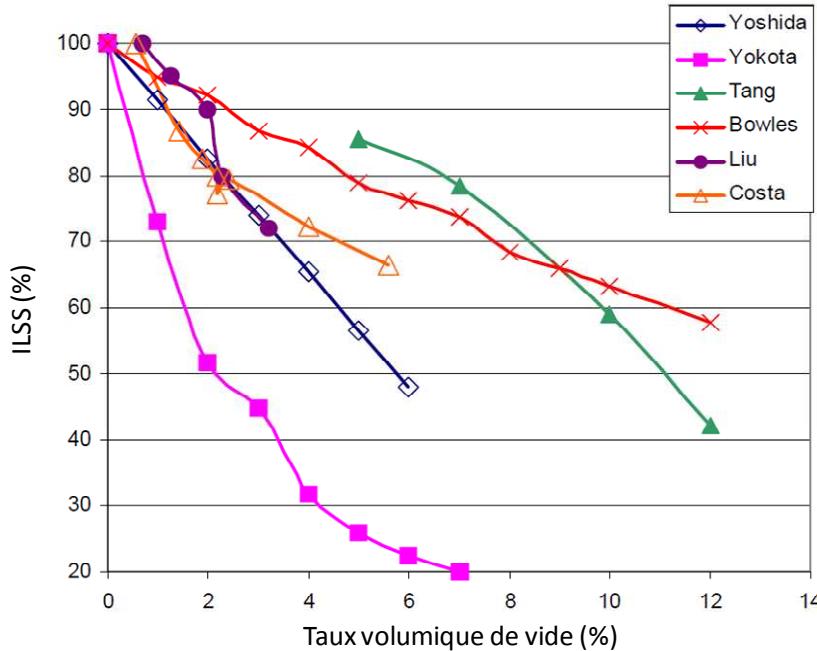


Figure 1-1 : Variation relative de la contrainte de cisaillement interlaminaire à la rupture en fonction du taux de vide pour des matériaux composites carbone/époxy [29].

Les vides dans les composites comme dans les matériaux métalliques représentent des sources potentielles d’initiation de fissures. Ces discontinuités dans la matière peuvent donc causer, sous chargement, une rupture brutale de la pièce en service. Les travaux de Wisnom et al. [32] montrent que l’initiation des fissures commence lorsque le diamètre du vide est suffisamment grand (diamètre équivalent > 0.2 mm). Par ailleurs, ces travaux mettent en évidence une diminution de l’interface liquide/renfort en présence des vides, qui favorise la rupture de la pièce en cisaillement interlaminaire. Dans l’industrie aéronautique, les pièces structurales comportant un taux de vide supérieur à 2% doivent être rejetées [29]. Ceci justifie encore une fois l’intérêt de cette recherche, qui vise à minimiser l’apparition de ce type de défaut. Les causes de la formation des vides sont détaillées ci-après.

1.2 Sources de formation des vides

En règle générale, les phénomènes responsables de la création des vides peuvent être d'origine thermique (ébullition), mécanique (emprisonnement d'air) ou physico-chimique (nucléation, gaz dissous). Dans les procédés LCM, trois principaux mécanismes expliquent la formation des vides [33] :

1. Emprisonnement mécanique d'air durant le remplissage du moule.
2. Formation de gaz due à la réaction chimique entre la résine et le catalyseur lors de la polymérisation.
3. Non évacuation de l'eau ou du gaz déjà dissous dans la résine avant l'injection (création de bulles suite au mélange avec le durcisseur).

L'évaporation partielle d'agent de démoulage et le retrait de la résine peuvent également s'ajouter aux causes possibles de la formation des vides.

Pour de nombreux chercheurs comme Hayward et Harris [34], la raison principale de la formation des vides est l'emprisonnement mécanique de l'air en lien direct avec la double échelle de porosité du renfort. Les mécanismes d'emprisonnement d'air sont complexes, car les vides sont le résultat de l'interaction entre des écoulements à deux échelles différentes : un écoulement capillaire microscopique dans les mèches et un écoulement visqueux macroscopique entre les mèches. L'existence de ces deux types de vides a été démontrée par Patel et Lee [35] sur des pièces injectées qui ont fait l'objet d'une analyse approfondie. Sur ce sujet, plusieurs études expliquent comment l'architecture du renfort contribue à la création des vides et par quelles stratégies ceux-ci peuvent être minimisés [35-37]. Patel [14] a aussi prouvé que la création des vides, le changement de leur taille et leur mouvement sont affectés par divers facteurs qui peuvent intervenir séparément ou simultanément. Ces facteurs sont la pression d'injection, la température de moulage, la pression au cours du durcissement, les propriétés de la résine (viscosité, tension de surface, etc), les caractéristiques du renfort (type et orientation des fibres, traitement de surface, etc) et sa mouillabilité, qui est caractérisée par l'angle de contact entre la résine et les fibres [38].

1.3 Mécanismes d'emprisonnement d'air

1.3.1 Formation de vides macroscopiques

L'imprégnation et la saturation des mèches sont considérées comme étant dominées par les forces capillaires (front d'écoulement microscopique). Selon les conditions d'injection, pour une combinaison donnée de renfort et de résine, de la résine peut avancer dans les mèches en avant du front moyen de résine. La Figure 1-2 illustre la formation d'avancées de liquide en forme de doigts (appelées « *fingering* » en anglais), qui résulte de l'architecture à double échelle du renfort fibreux. Ce phénomène a lieu au front d'écoulement parce que la perméabilité dans les mèches est très différente de la perméabilité entre des mèches. Ce phénomène dépend de l'écart entre la pression capillaire et la pression hydrodynamique. Ainsi, des porosités macroscopiques peuvent se former au front d'écoulement pour de faibles débits d'injection.

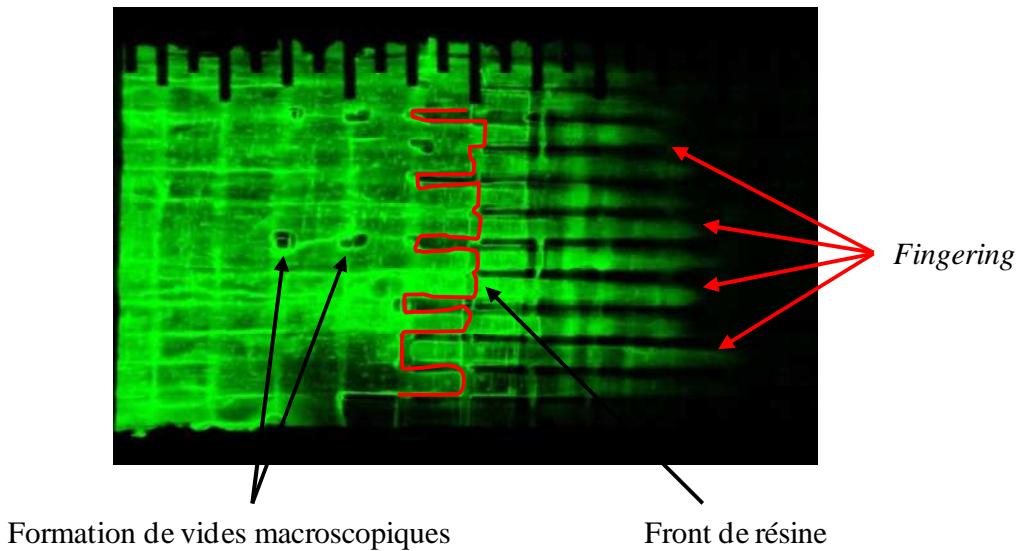


Figure 1-2 : Phénomène de « *fingering* » résultant du retard du front saturé par rapport à l'écoulement capillaire dans les mèches; des vides macroscopiques sont créés.

En général, l'emprisonnement d'air se produit dans les zones non homogènes du renfort. C'est le cas par exemple quand un renfort non tissé contient des fils de couture. Il s'agit des filaments

utilisés pour tenir les mèches ensemble. Les points de contact entre les mèches fournissent également autant de zones sensibles, propices à la formation des vides. Les vides macroscopiques apparaissent lorsque le débit d'injection est faible, ce qui favorise les phénomènes de « *fingering* ». Étant donné que l'écoulement visqueux dans les macropores est en retard par rapport à l'écoulement dans les mèches (montée capillaire), un écoulement transversal peut être créé lorsque le liquide dans les mèches arrive à un obstacle (ex : une mèche transversale). La Figure 1-3 montre comment cet écoulement transversal est responsable de l'apparition de vides macroscopiques [39].

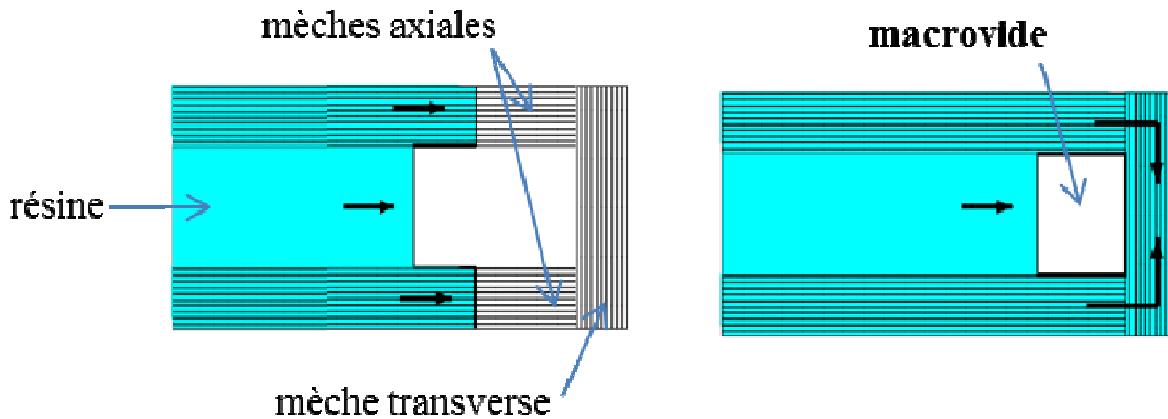


Figure 1-3 : Création d'un vide macroscopique pendant une injection à faible débit. L'écoulement de la résine est régi par les phénomènes capillaires [39].

1.3.2 Formation de vides microscopiques

Des vides microscopiques apparaissent dans le cas d'écoulements à débit ou pression élevés. L'écoulement du liquide remplit d'abord les espaces libres autour des mèches (les macropores). La Figure 1-4a montre que pendant un écoulement dans une mèche axiale, le vide microscopique peut être créé si un écoulement croisé a lieu. Cet écoulement est causé par une forte perméabilité locale des mèches ou un mauvais arrangement des fibres. Souvent, ces vides microscopiques sont difficiles à prédire, car l'écoulement croisé peut avoir lieu en raison de la variabilité intrinsèque des mèches, à cause d'une distribution hétérogène de la taille des pores ou de défauts locaux du

renfort. Une deuxième cause peut mener à la création de vides microscopiques lorsque les mèches transverses n'ont pas le temps d'être imprégnées par la résine avant le gel (voir Figure 1-4b). D'après les travaux de Santulli [40], l'impact des vides microscopiques sur les propriétés mécaniques est plus important que celui des vides macroscopiques. Par ailleurs, la formation des vides microscopiques est directement liée à l'hétérogénéité du renfort, ce qui rend difficile la prédiction de ce type de défaut.

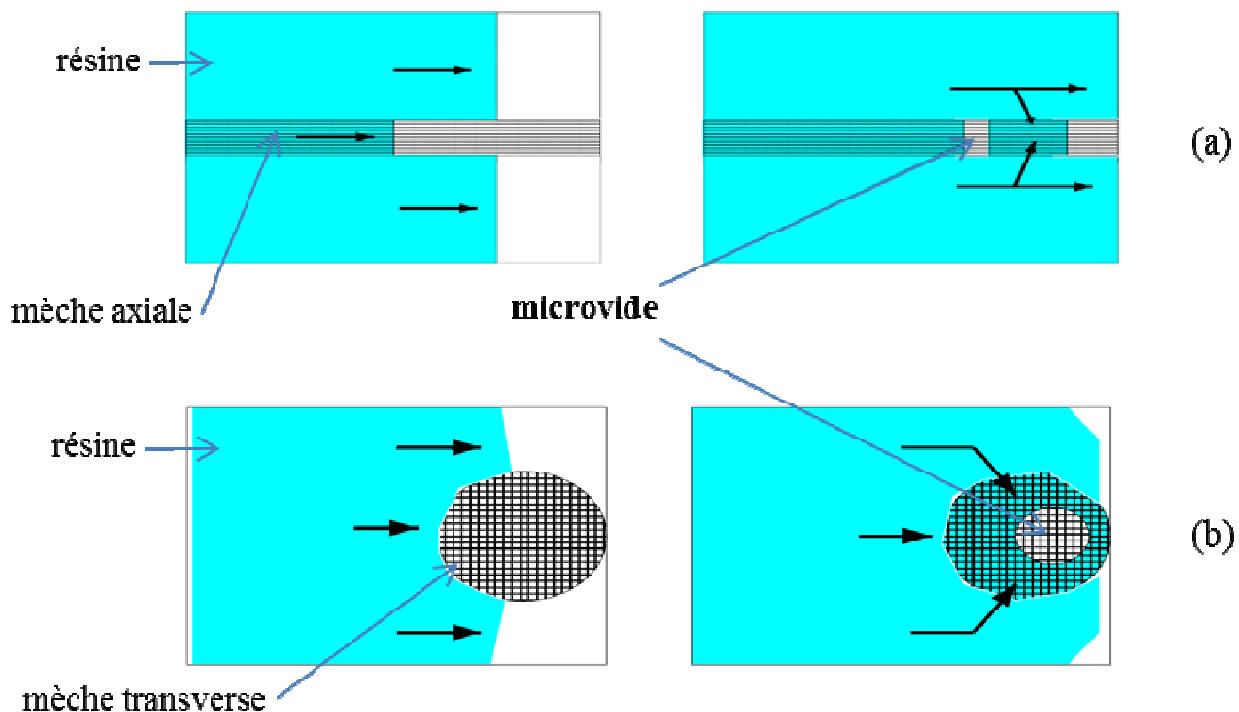


Figure 1-4 : Formation de vides microscopiques lors d'une injection à fort débit : (a) pour une mèche axiale et (b) pour une mèche transverse [39].

1.4 Solutions pour prévenir la formation des vides

Les premiers travaux sur la formation de vides dans les pièces fabriquées par des procédés LCM sont apparus en 1989 par Hayward et Harris [34] et Morgan et al. [34, 41]. Les auteurs ont essayé de décrire l'apparition de défauts dans le procédé RTM et de mesurer l'influence de divers

paramètres sur le taux de vide. La principale conclusion peut être résumée comme suit : la contamination des préformes par des composés volatils provenant de la résine amplifie la formation des vides. On a pu constater que la qualité des pièces composites peut être améliorée en tirant le vide pour toutes les injections réalisées à pression constante. Depuis, plusieurs études ont été effectuées sur la formation des vides produits par des causes mécaniques. Différentes solutions ont été proposées pour les minimiser. Cinq approches peuvent être envisagées pour réduire le taux de vide dans les pièces composites fabriquées par les procédés LCM.

1) Injection sous vide

Les premiers travaux sur la réduction du taux de vide dans les procédés LCM ont été effectués par Hayward et Harris [34], qui ont montré l'effet positif de la pression de vide sur la diminution des porosités. D'autres chercheurs comme Lundstrom et Gebart [42-44] ont confirmé que les propriétés mécaniques et le niveau de porosité étaient améliorés dans les procédés d'injection assistés par le vide. Cela s'explique par la pression interne dans le moule qui devient plus faible, facilitant ainsi la dissolution des bulles d'air emprisonnées dans la résine et leur mobilité durant le remplissage. En effet, un gradient de pression plus important pendant l'injection entre la partie de la pièce saturée en résine et le reste du moule force les bulles d'air à passer à travers les interstices du renfort. Par ailleurs, des effets bénéfiques existent dans l'injection sous vide comme une compaction accrue du renfort et une augmentation du gradient de pression sur le front de résine pendant l'injection. Par contre, l'utilisation du vide n'est pas suffisante pour éliminer totalement ce type de défaut, car de faibles taux de vide ne peuvent être obtenus qu'avec des équipements dispendieux permettant d'appliquer une pression de vide importante. Noter aussi que ceci n'est pas possible pour certaines résines comme le polyester, dans laquelle le styrène, qui est un composant essentiel à la réticulation, se volatilise sous l'effet du vide.

2) Dégazage de la résine avant injection

La deuxième option étudiée par Lundstrom et Gebart [42-44] porte sur le dégazage de la résine avant l'injection. Une résine proprement dégazée accélère considérablement la dissolution des vides. Par ailleurs, une forte teneur initiale en éléments volatils résulte en un taux de vide plus élevé. Le dégazage peut être accompli soit par agitation, par centrifugation ou par application d'une pression de vide. Cependant, le dégazage de la résine n'a pas d'influence sur

l'emprisonnement de bulles au front de résine, qui constitue la première cause de formation des vides dans les procédés LCM.

3) Saignée (« *bleeding* »)

Lundstrom et Gebart [43] ont observé que la région avec la teneur en vides la plus significative est située près du port de sortie, tandis que près du port d'entrée, aucun vide n'était détecté. La solution industrielle utilisée depuis longtemps pour diminuer la présence de ces vides a été étudiée par Labat et al. [45]. En poursuivant l'injection de résine après remplissage du moule, les forces hydrodynamiques réduisent la taille des vides et les transportent ensuite à l'extérieur du moule. Les inconvénients de cette solution résident dans l'augmentation de la durée de fabrication et dans les pertes de résine.

4) Pression de consolidation

En plus de contribuer à réduire le volume des bulles pour faciliter leur évacuation de la cavité, une pression statique plus élevée que la pression de vapeur du gaz pendant la cuisson de la résine peut amener une dissolution des composantes volatiles dans la résine par diffusion, dans le cas bien sûr où la phase gazeuse est soluble dans la résine. Noter que cette méthode demande des moules plus rigides pour résister à la pression appliquée.

5) Vitesse d'écoulement

À haut débit d'injection, l'écoulement visqueux domine l'imprégnation et des vides microscopiques tendent à apparaître à l'intérieur des mèches. D'un autre côté, à débit plus faible, l'écoulement capillaire gouverne l'imprégnation et des vides macroscopiques sont créés entre les mèches. Il existe donc une vitesse d'écoulement intermédiaire pour laquelle les vides macroscopiques et microscopiques sont minimisés. Patel [38] a proposé pour la première fois cette solution, puis Rohatgi et al. [46] ont établi une relation entre la vitesse d'injection de résine et le taux de vide. Cependant, obtenir de telles valeurs requiert souvent d'injecter la résine à des débits plus faibles que ceux généralement utilisés dans l'industrie. Cela entraîne des temps de remplissage plus longs et diminue la rentabilité du procédé. Bien sûr, il est possible d'utiliser plusieurs ports d'injection, mais le contrôle du débit devient alors plus complexe. En revanche, cette solution reste la plus sûre et la moins chère.

1.5 Contrôle de la vitesse d'écoulement de la résine

Tel que mentionné auparavant, l'emprisonnement d'air est relié à la vitesse d'imprégnation du renfort par la résine. Comme le montre la Figure 1-5, des vides microscopiques apparaissent lorsque la vitesse d'imprégnation est élevée (voir Figure 1-5b), et des vides macroscopiques lorsqu'elle est faible (voir Figure 1-5a). Par conséquent, une gamme intermédiaire de vitesses d'imprégnation existe pour laquelle le vide serait minimum pour une combinaison donnée d'un renfort et d'une résine.

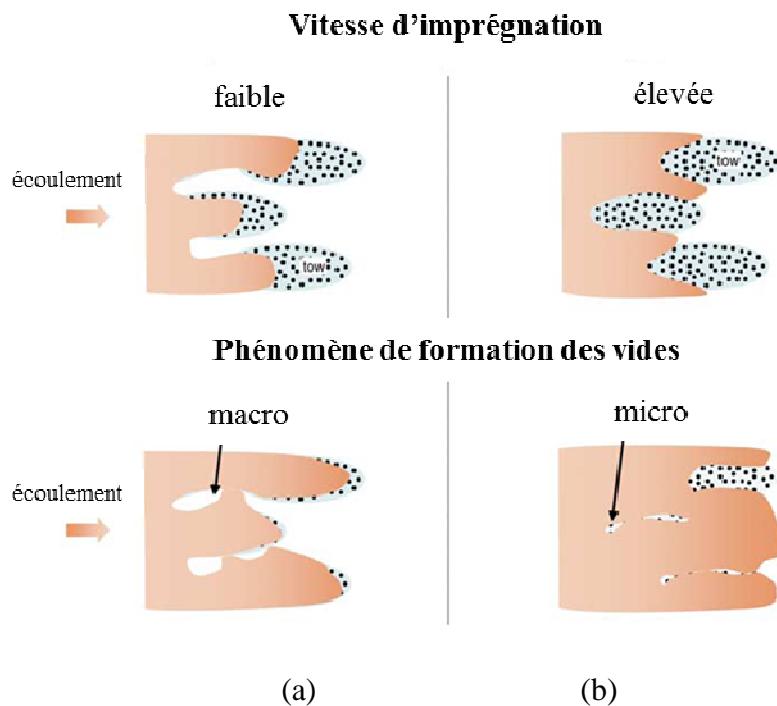


Figure 1-5 : Formation de vides macroscopiques et microscopiques lors de l'imprégnation de fibres en fonction de la vitesse d'écoulement [47].

Plusieurs études ont été effectuées pour évaluer l'impact de la vitesse d'imprégnation sur le taux de vide. Tout d'abord, les travaux de Patel et al. [38, 48] ont permis de mieux comprendre les mécanismes d'évolution du front de résine et de formation des vides dans les procédés LCM. L'objectif de son étude était de comprendre les mécanismes de formation des vides et de les relier aux paramètres qui gouvernent le procédé de fabrication. Patel et al. [37] proposent un modèle

expérimental qui prédit le taux de vide en fonction du nombre capillaire modifié (nombre adimensionnel caractéristique de la vitesse d'écoulement, de la viscosité, de la tension de surface et de la mouillabilité; voir plus loin équations 2.4 et 2.5). Plusieurs chercheurs se sont inspirés de ces travaux pour la modélisation numérique [49-53] ou ont conduit des études expérimentales [39, 54] afin de mieux comprendre les mécanismes d'emprisonnement d'air. Entre autres, l'approche de Patel a été suivie par Labat et al. [39] et Leclerc et Ruiz [47] pour contrôler la vitesse d'imprégnation moyenne du front de résine afin de déterminer les paramètres optimaux d'injection.

1.5.1 Modèle de Patel

Comme mentionné précédemment, il devient impératif de minimiser la formation des vides (particulièrement les vides microscopiques). Une fois formés, les vides microscopiques sont difficiles à déloger. Aucune des solutions proposées ne semble fonctionner aussi bien que le contrôle de la vitesse d'écoulement. C'est pourquoi Patel et al. [55] proposent un modèle dépendant des propriétés de la résine et de la vitesse de front. Les vides sont formés en raison du phénomène de « *fingering* » qui dépend de l'équilibre entre les forces capillaires et visqueuses. Le nombre capillaire adimensionnel (Ca) donne un rapport entre les forces visqueuses et les forces capillaires pendant l'écoulement. Ce nombre est défini par la relation :

$$Ca = \frac{\mu v_s}{\gamma_{lv}} \quad (1-1)$$

où μ (Pa.s) est la viscosité, γ_{lg} (N/m) est la tension superficielle liquide-vapeur et v_s (m/s) est la vitesse du liquide dans le renfort fibreux. Patel [48] a caractérisé le taux de vide en fonction du nombre capillaire pour trois liquides différents, soit l'huile DOP, l'eau et l'éthylène glycol (voir Figure 1-6a). Sachant que le renfort était identique pour les trois essais et que le nombre capillaire est adimensionnel, Patel s'attendait à observer le même comportement pour les trois liquides. Or le résultat obtenu a révélé qu'un phénomène n'est pas pris en compte, car le rapport entre les forces capillaires et visqueuses reste identique pour un même milieu poreux.

Le nombre capillaire tel que défini par l'équation (1-1) ne prend pas en compte l'angle de contact θ entre les trois phases liquide-solide-air. L'huile DOP et toutes les huiles silicone ont un angle de contact proche de zéro, tandis que les angles de contact de l'eau et l'éthylène glycol sont

respectivement 66° et 56° . Pour cela, un nombre capillaire modifié C_a^* fut introduit en divisant le nombre capillaire par le cosinus de l'angle de contact. Ce nombre est défini par la relation :

$$C_a^* = \frac{\mu v_s}{\gamma_{lv} \cos \theta} \quad (1-2)$$

Les taux de vide sont tracés en fonction du nombre capillaire modifié sur la Figure 1-6b. Les courbes obtenues pour les trois liquides sont proches. Le nombre capillaire modifié optimal au-dessus duquel aucun vide ne se forme entre les mèches (macropores) pour un renfort tissé de type tricot à double échelle de porosité est de l'ordre de 6.00×10^{-4} à 3.43×10^{-3} .

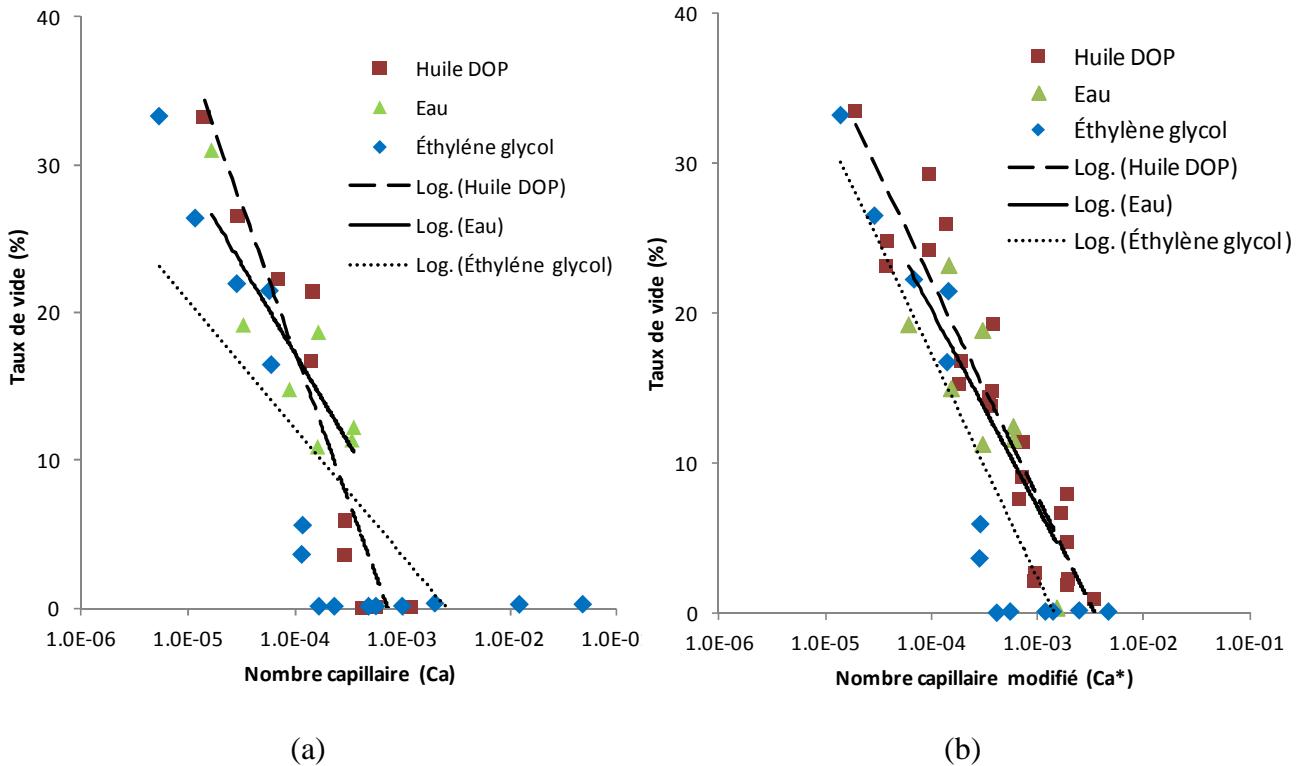


Figure 1-6 : Imprégnation d'un renfort tricot à double échelle de porosité avec 3 liquides différents effectuée par Patel [48] : (a) taux de vide en fonction de nombre capillaire; (b) taux de vide en fonction de nombre capillaire modifié.

Suite à ces travaux, Patel et Lee [35] ont montré que l'architecture du renfort et le modèle d'écoulement peuvent affecter la sélection des conditions optimales de moulage. C'est la raison pour laquelle les mêmes chercheurs ont proposé dans un autre article [37] un modèle expérimental qui donne le taux de vide en fonction du nombre capillaire modifié. Un modèle phénoménologique pour décrire l'évolution du taux de vide macroscopique V_M en fonction du nombre capillaire modifié s'écrit sous la forme :

$$V_M = -A - B \log C_a^* \quad (1-3)$$

où A et B sont des constantes qui dépendent du couple résine/renfort.

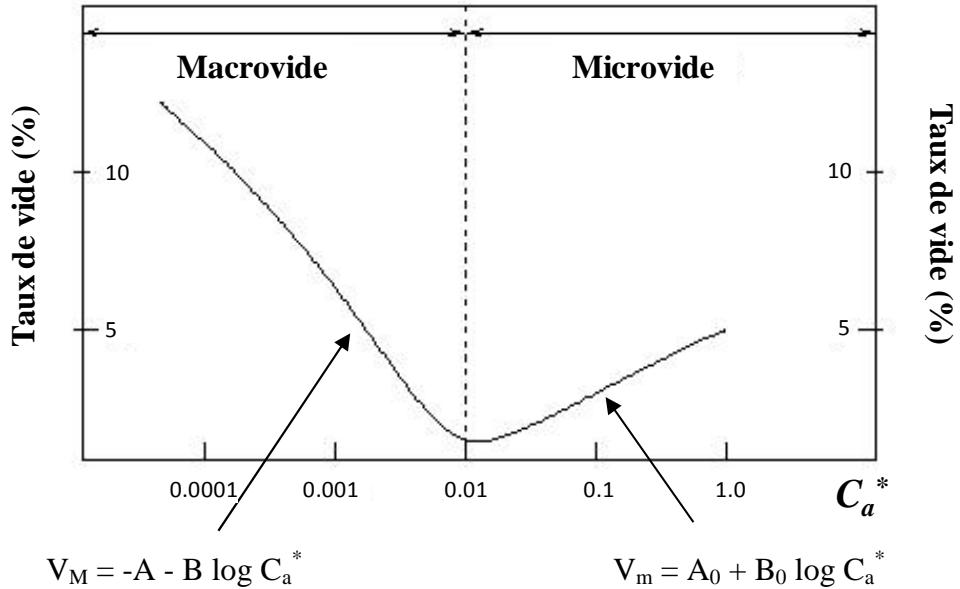


Figure 1-7 : Évolution du taux de vide (microscopique et macroscopique) en fonction du nombre capillaire modifié C_a^* selon le modèle de Patel et al. [55].

Une équation similaire est utilisée pour décrire l'évolution du taux de vide microscopique V_m en fonction du nombre capillaire modifié :

$$V_m = A_0 + B_0 \log C_a^* \quad (1-4)$$

où A_0 et B_0 sont des constantes qui dépendent du couple résine/renfort. Le modèle de Patel et al. [55] pour les vides macroscopiques et microscopiques est montré sur la Figure 1-7.

Patel et Lee [37] ont répété ses expériences pour deux autres huiles de silicone et avec une résine industrielle. Les liquides utilisés sont des huiles de silicone avec des viscosités cinématiques très différentes (10 cS et 200 cS) et une résine polyester insaturée. Tous les liquides ont été testés avec un renfort tissé de type tricot double échelle de porosité. La Figure 1-8a illustre le mécanisme de la formation des vides macroscopiques dans ce renfort. La formation de vides macroscopiques en fonction du nombre capillaire modifié pour les six liquides est montrée sur la Figure 1-8b. Patel et al. [56] ont beaucoup contribué à la compréhension du comportement micro-mécanique de l'écoulement pour différents débits d'injection, mais le modèle n'a pas été validé dans des conditions de fabrication industrielle.

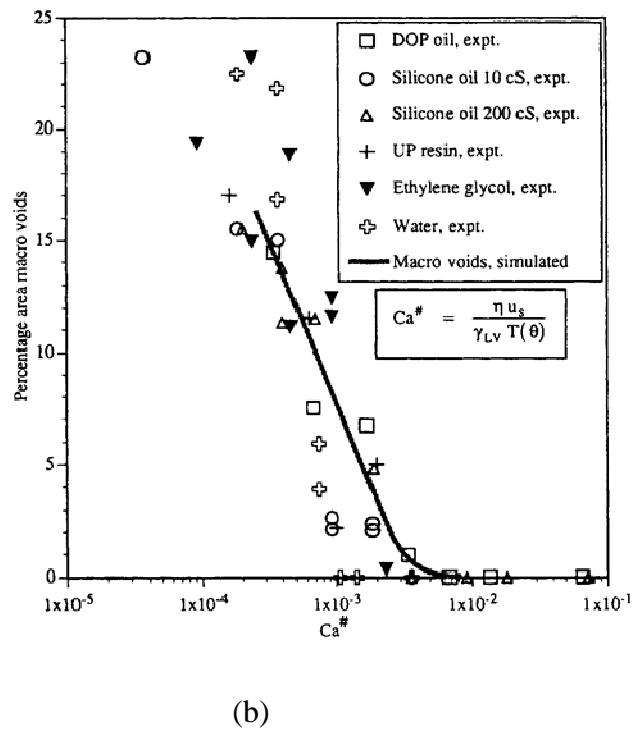
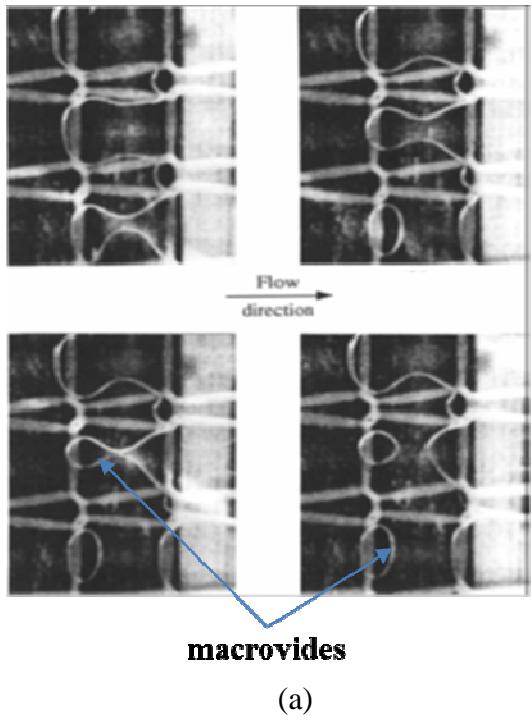


Figure 1-8 : Formation de vides macroscopiques : (a) pour un débit d'injection faible; (b) taux de vide macroscopique en fonction du nombre capillaire modifié C_a^* pour un renfort unidirectionnel avec plusieurs liquides [37].

1.5.2 Approche Labat/Ruiz

Labat et al. [39] ont repris le modèle de Patel et mis en évidence la relation qui existe entre les vides (microscopiques et macroscopiques) et la vitesse d'imprégnation du renfort dans des conditions isothermes. Ces auteurs se sont concentrés sur l'étude de la relation entre la pression d'injection et le taux de vide dans une pièce composite [39]. Une plage de paramètres d'injection (appelée fenêtre d'injectabilité) a été déterminée pour laquelle le taux de vide est minimum. Ce terme définit un ensemble de paramètres qui permettent d'assurer une quasi-absence de défauts.

Une autre approche a été suivie par Leclerc et Ruiz [47] pour trouver la vitesse d'imprégnation optimale du front de résine. Des analyses expérimentales ont été effectuées sur différents types de renforts fibreux. Des conditions d'imprégnation optimale reliant le taux de vide avec le nombre capillaire ont été trouvées [47]. Des essais mécaniques illustrent le gain de performance atteint quand on s'approche de la vitesse optimale. La Figure 1-9a montre l'impact de la vitesse du front de résine sur le taux de vide de pièces composites injectées à pression constante, et la Figure 1-9b donne le module élastique en fonction de cette vitesse pour les mêmes pièces. La même vitesse optimale du front de résine est obtenue avec les deux approches.

1.5.3 Méthode proposée dans ce projet (montage capillaire)

Les approches de Labat et al. [45] et de Leclerc et Ruiz on [47] reposent sur le concept de vitesse d'imprégnation optimale, mais plusieurs injections sont nécessaire pour déterminer la relation entre le taux de vide et la vitesse optimale d'imprégnation. C'est la raison pour laquelle il est important de développer une approche expérimentale afin de diminuer le nombre d'essais requis pour optimiser la fabrication. Une nouvelle méthode de caractérisation est donc proposée dans ce mémoire afin de prédire la vitesse optimale du front sans recourir à une modélisation numérique complexe et sans effectuer des tests de fabrication longs et dispendieux. Cette méthode est fondée sur la caractérisation de l'imbibition par capillarité des mèches et des renforts. Les propriétés et la variabilité des renforts fibreux ainsi que des résines sont également prises en compte.

Un montage expérimental fondé sur la montée capillaire pour caractériser l'écoulement capillaire est proposé dans un renfort à double échelle de porosité. Ce montage a servi à la nouvelle méthode proposée pour caractériser à priori la vitesse optimale d'imprégnation. Les avantages et

inconvénients des montages capillaires existants dans la littérature sont présentés ci-après, puis un nouveau montage capillaire est proposé.

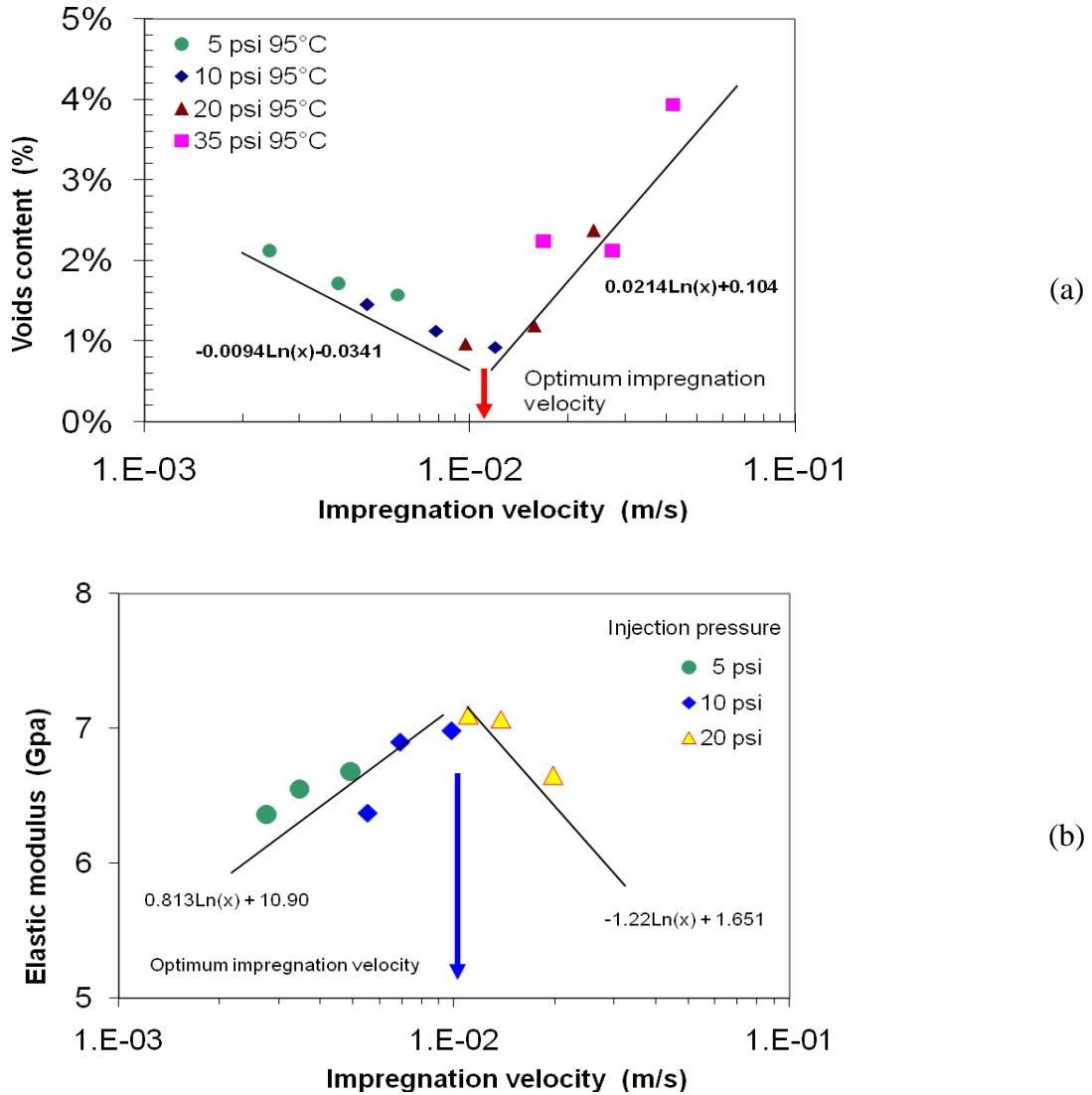


Figure 1-9 : Matériau composite fabriqué par un renfort en fibres de verre (Rovcloth 2454) avec une résine époxy industrielle : (a) modèle de formation des vides obtenu; (b) variation du module élastique en traction en fonction de la vitesse d'imprégnation [47].

- **Montages existants**

Le suivi du front capillaire et la mesure de la masse de liquide absorbé par un milieu poreux (sol ou renfort fibreux) ont été utilisés par plusieurs chercheurs afin de suivre l'écoulement capillaire. Batch et al. [22] ont employé une technique de caractérisation de la montée capillaire en mesurant la masse de liquide absorbé par des poudres compactées, des sols et d'autres types de milieux poreux. Le montage schématisé dans la Figure 1-10 a permis également de caractériser la montée capillaire dans les mèches fibreuses.

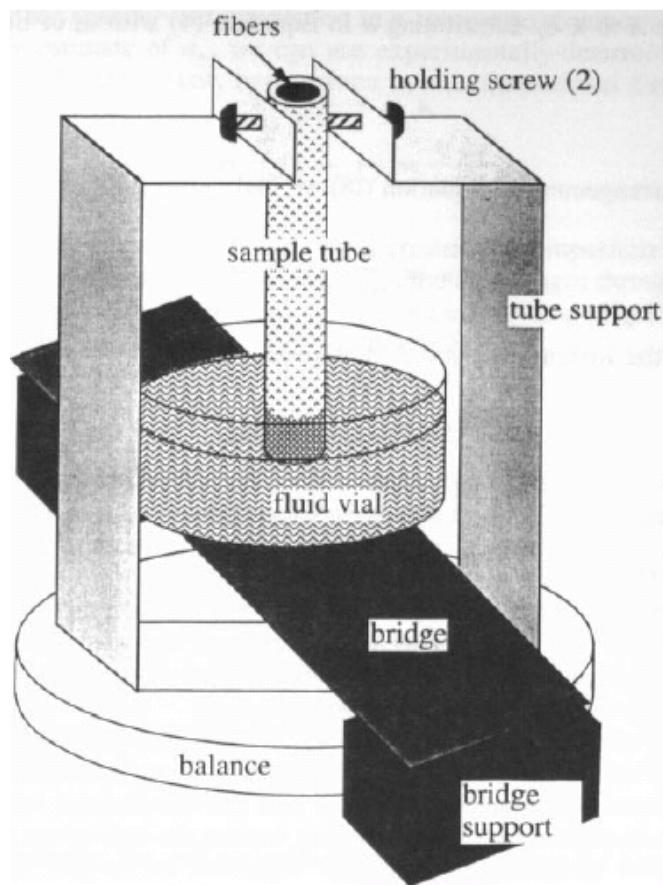


Figure 1-10 : Montage utilisé pour les milieux poreux et les mèches par Batch et al. [22].

La Figure 1-11 montre un autre montage utilisé pour les expériences de montée capillaire dans un milieu poreux granulaire. Les particules ont été placées manuellement dans les petites colonnes

de verre, puis le fond des colonnes a été fermé par un renfort non tissé afin de retenir les particules dans le tube. La diminution de la masse du récipient contenant un liquide mouillant est enregistrée à chaque seconde avec une balance électronique reliée à un ordinateur. Cette approche a permis à des chercheurs comme Dang-Vu et Hupka [57] de caractériser la perméabilité, l'architecture des milieux poreux et la pression capillaire dans différents types de sols.

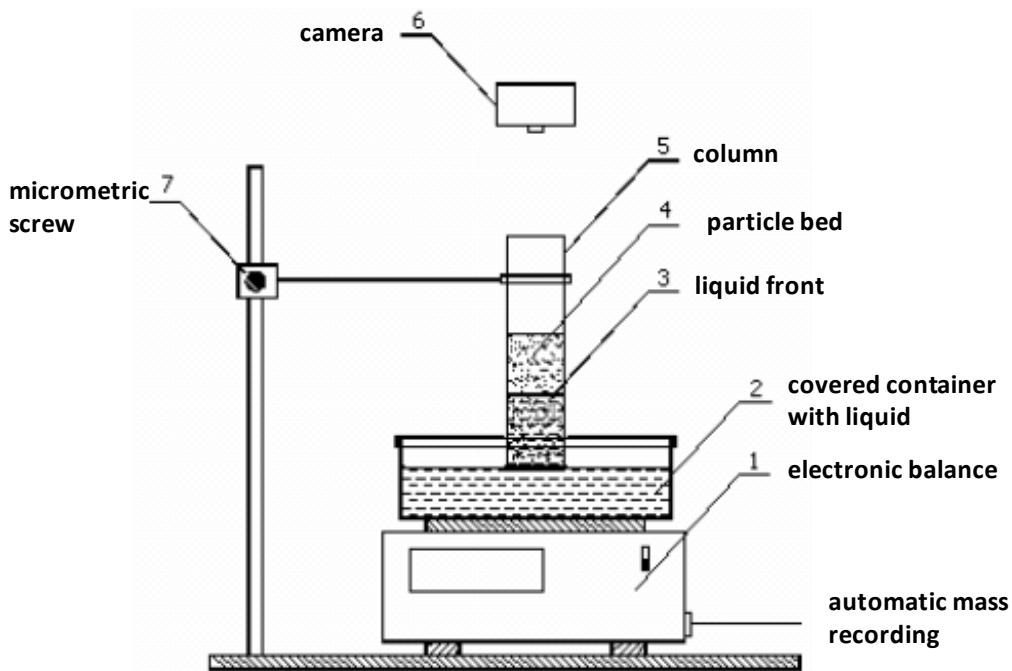


Figure 1-11 : Montage utilisé pour les milieux poreux et les mèches par Dang-Vu et Hupka [57].

Pezron et al. [19] et Hsieh and Yu [18, 58] ont été parmi les premiers chercheurs à étudier l'imbibition verticale de liquides à l'intérieur des renforts de différentes matières comme le coton et le polyéthylène téréphthalate en utilisant l'analyse de la masse de liquide absorbé. Ils ont choisi un tensiomètre électronique ou une microbalance pour suivre l'évolution de la masse dans les renforts. Ces expériences ont été effectuées sur des petits échantillons, par exemple Pezron et al. [19] ont réalisé leurs expériences de montée capillaire sur un renfort d'environ un pouce de large avec des fluides non volatils comme l'huile de silicone, le décane, le dodécane, l'hexadécane et le décanol. L'analyse de l'imbibition des renforts par capillarité en considérant seulement la masse

de liquide absorbé est difficile car la nature double échelle du renfort ne permet pas d'étudier la répartition du liquide entre les micropores et les macropores.

Sénécot [23] et Kiss [59] ont suivi l'avancement du front capillaire au cours du temps, mais sans détecter le front par un algorithme de traitement d'image. La Figure 1-12 montre le montage développé par Sénécot [23] pour caractériser la progression capillaire d'un liquide dans un tissu. D'autres chercheurs tels que Tagaya et al. [60] ont utilisé une méthode fondée sur la capacité électrique pour enregistrer la position avant et pendant la remontée capillaire des électrolytes liquides dans les tissus. Law [61] a critiqué car cette approche en raison de certaines limitations comme des impuretés dans le liquide servant à l'imbibition qui peuvent réduire la précision des résultats.

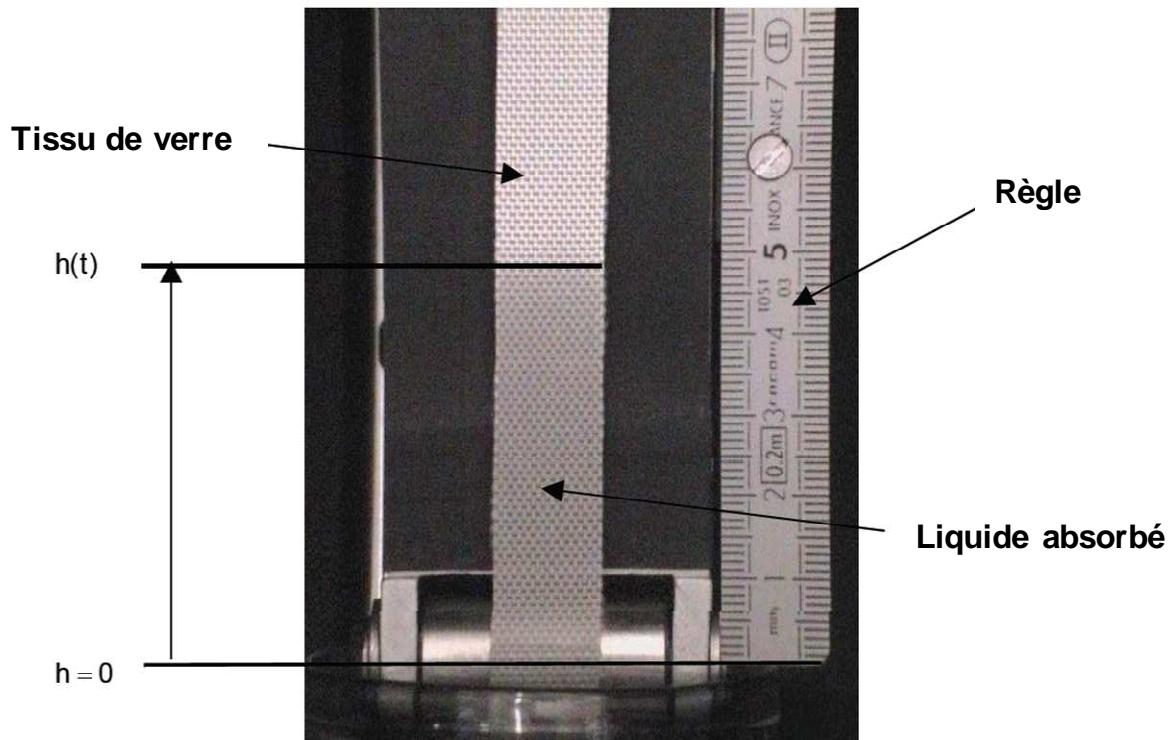


Figure 1-12 : Montage expérimental utilisé pour les tissus par Sénécot [23].

Le nombre de recherches combinant un suivi du front capillaire avec l'acquisition de la masse est limité. Amico [62] est parmi les rares chercheurs qui ont mené de telles expériences sur la montée

capillaire dans les renforts tissés. Ces études ont été effectuées sur des mèches et des renforts en fibres de verre. Les liquides de filtration choisis sont l'huile de silicone et une résine époxy non réactive. Malgré l'utilisation d'un colorant de couleur standard, le front coloré n'apparaît qu'après une longue période. Amico et Lekakou [63] ont utilisé leurs données expérimentales pour modéliser mathématiquement l'écoulement capillaire. L'écoulement microscopique dans les mèches est simulé au moyen de réseaux orthogonaux de canaux unidirectionnels. L'observation de la montée capillaire a été effectuée manuellement par Amico [62] pour les renforts tissés. La Figure 1-13 montre un schéma du montage expérimental adapté pour caractériser la montée capillaire dans une mèche de fibres.

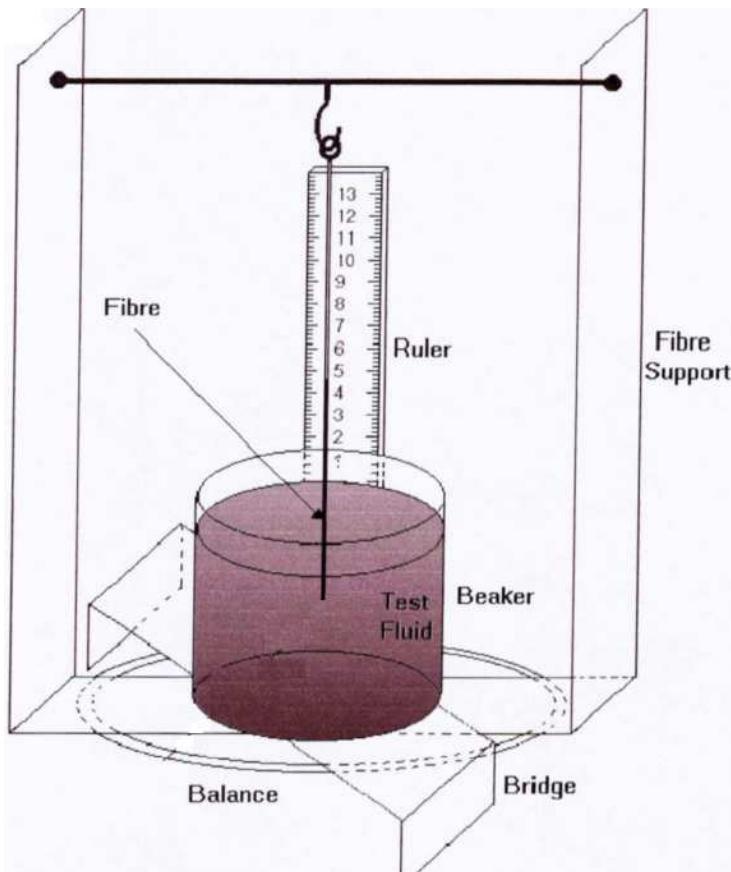


Figure 1-13 : Montage expérimental utilisé par Amico pour observer la montée capillaire dans les mèches et les renforts [62].

Les travaux de Zhuang et al. [64] ont proposé une stratégie pour suivre automatiquement la montée capillaire avec un appareil photo numérique et l'analyse d'image. Cette approche est moins sujette aux erreurs de l'opérateur et peut donc être considérée comme plus robuste. Récemment, Benloufa et al. [65] ont utilisé un montage fondé sur la montée capillaire pour déterminer le changement de diamètre des mèches dans la montée capillaire. Un cric a été utilisé ici pour mettre le liquide en contact avec le renfort tel qu'illustré à la Figure 1-14.

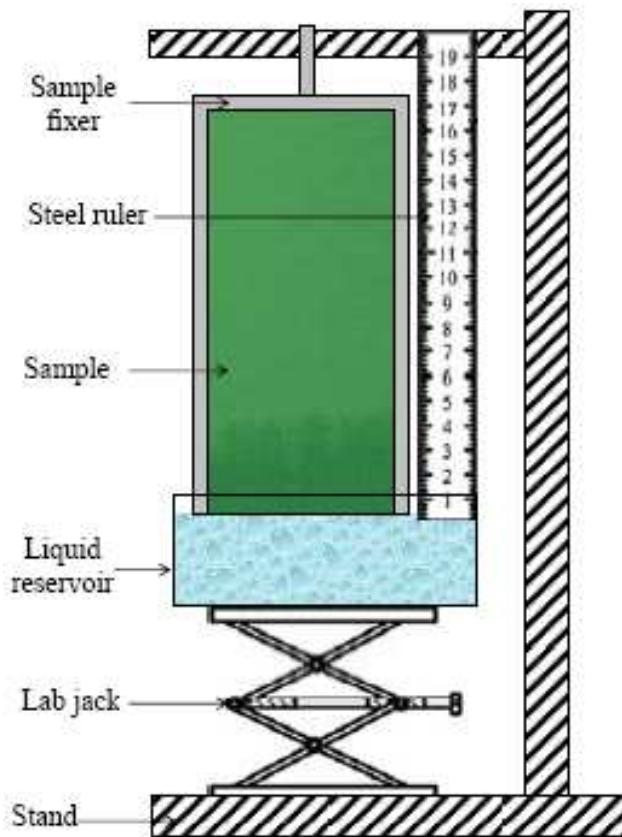


Figure 1-14 : Montage expérimental utilisé pour observer la montée capillaire dans les mèches par Benloufa et al. [65].

Plusieurs applications dans le domaine des textiles et des milieux poreux demandent une caractérisation précise et fiable de la montée capillaire. Cependant les méthodes expérimentales utilisées jusqu'ici ne sont pas toujours automatisées. Par ailleurs, le problème de décoloration de

la zone imprégnée persiste. C'est pourquoi le développement d'un nouveau montage expérimental, automatisé et pour précis est nécessaire.

- **Montage proposé**

Le nouveau montage expérimental développé pour observer la montée capillaire combine un suivi visuel du front de résine avec une caméra numérique avec une acquisition de la masse par une balance à haute résolution. Le suivi du front capillaire avec l'appareil photo est amélioré par l'utilisation d'un colorant fluorescent (technique dite DPI, « *Dye Penetrant Inspection* »). Cette approche présente l'avantage d'être reproductible, peu coûteuse et rapide. L'application d'une telle méthode nécessite la mise en place d'un protocole expérimental ainsi qu'une méthode numérique de traitement d'image adéquate pour extraire avec précision les positions du front de liquide pendant l'expérience de montée capillaire.

CHAPITRE 2 DEVELOPPEMENT D'UN NOUVEAU MONTAGE EXPÉRIMENTAL POUR LA MONTÉE CAPILLAIRE À TEMPÉRATURE AMBIANTE

2.1 Montage capillaire avec visualisation par fluorescence

2.1.1 Problématique

Le principe de Wilhelmy consiste à mesurer la force requise pour retirer d'un liquide une plaque immergée. Cette approche peut également être utilisée pour caractériser la tension de surface (voir Chapitre 4, Figure 4-1). Elle permettra ici de suivre l'évolution de la masse de liquide absorbé verticalement dans une mèche fibreuse ou dans un renfort suspendu dont une extrémité est en contact avec le liquide. Cette méthode a déjà été utilisée pour étudier le transport de colloïdes dans les milieux poreux granulaires [66] et l'écoulement capillaire à l'intérieur des mèches de fibres de verre E [63]. Ce type d'expérience n'est pas facile à réaliser à cause de la variabilité de l'architecture du renfort, des changements de propriété du liquide et de la difficulté à suivre la progression du front capillaire avec précision.

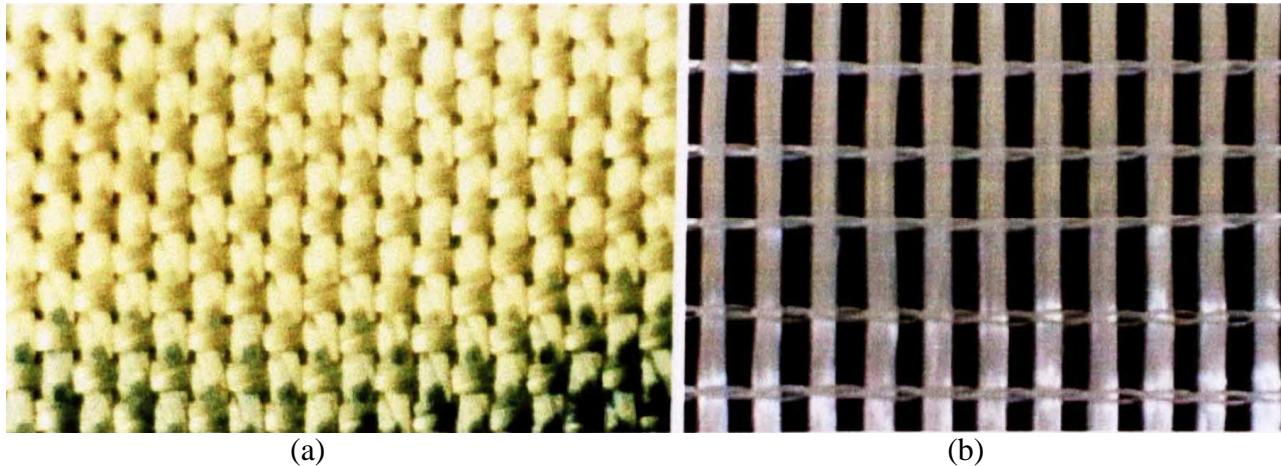


Figure 2-1 Photographie de deux renforts en fibres de verre pendant une imprégnation capillaire :
 (a) tissu bidirectionnel; (b) tresse unidirectionnelle [63].

La Figure 2-1 montre une expérience avec les faiblesses techniques mentionnées [63]. Dans ces deux images, la détection de front capillaire est difficile car le contraste entre le front et le renfort est très faible. Par ailleurs, une décoloration de front est observée, qui augmente considérablement l'erreur sur la mesure de la hauteur capillaire malgré l'utilisation de logiciels d'analyse d'image.

2.1.2 Description générale du montage

Pour contourner ces problèmes, une nouvelle technique de suivi du front capillaire fondée sur la visualisation de la pénétration d'un liquide contenant un colorant fluorescent (« *dye penetration inspection* ») et l'acquisition d'images est proposée. Il s'agit d'ajouter à la résine, sans changer ses propriétés, un pigment fluorescent excité par ultraviolet (UV), puis d'effectuer un suivi visuel du front capillaire couplé avec l'approche de Wilhelmy pour mesurer la masse de liquide absorbé. L'effet visuel du pigment fluorescent est amplifié par la lumière ultraviolette afin d'obtenir un front capillaire plus net. Ce nouveau montage permet d'explorer différentes configurations de mèches et de renforts (un ou plusieurs plis) à l'état compacté ou non. La Figure 2-2 montre le montage de montée capillaire (appelé aussi *montage capillaire*) qui est composé d'un appareil photo, d'une balance de précision, d'un moteur de déplacement, d'une source de lumière ultraviolette et d'un système de contrôle et d'acquisition de données.

2.1.3 Choix du pigment fluorescent

La méthode d'inspection par fluorescence consiste à appliquer un colorant fluorescent sur la surface d'une pièce pour mettre en évidence des défauts. La fluorescence est un phénomène d'émission de lumière par une substance qui a absorbé le rayonnement électromagnétique d'une source d'excitation (lumière ou autre). La Figure 2-3 montre une photographie de minéraux fluorescents qui émettent une lumière visible lorsqu'ils sont exposés à la lumière ultraviolette.

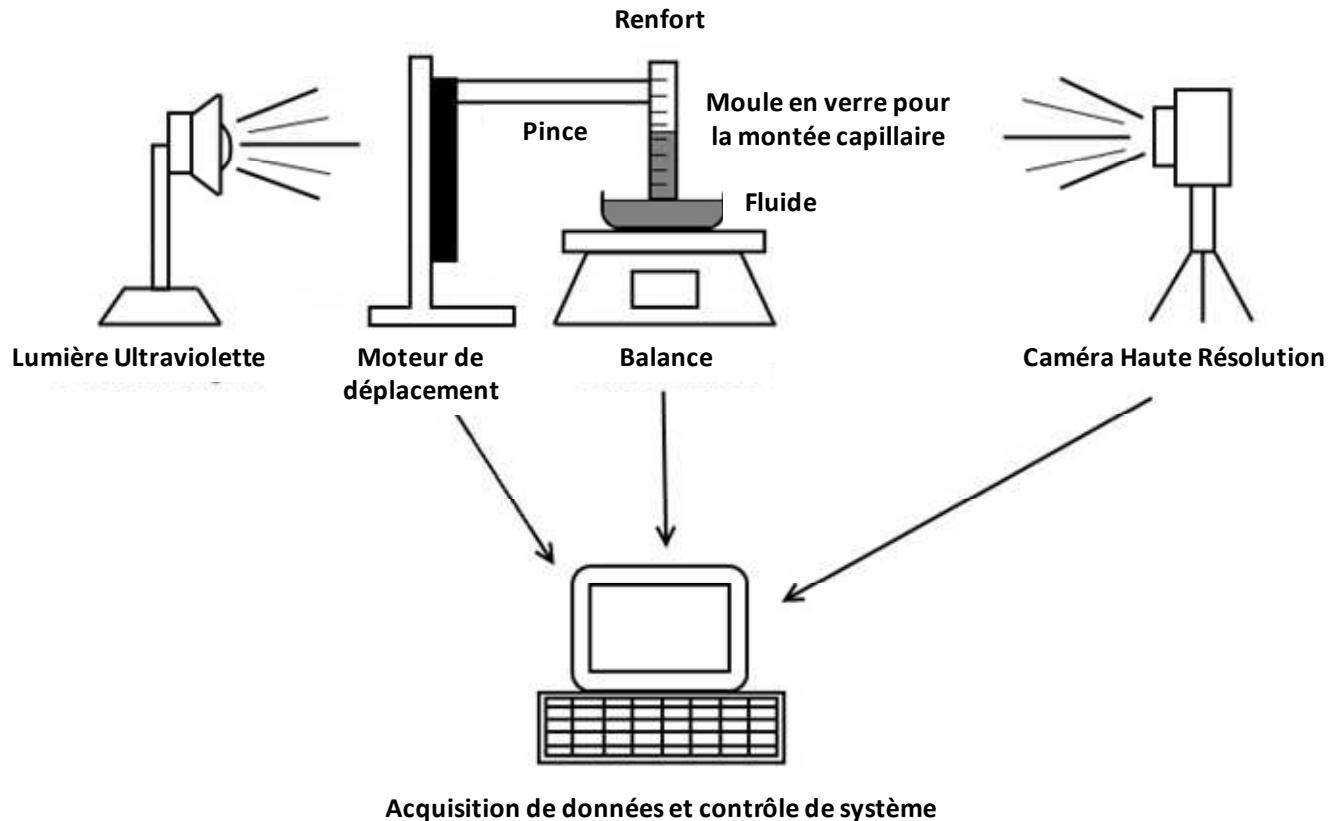


Figure 2-2 : Configuration du montage capillaire conçu pour suivre les positions du front de liquide en même temps que mesurer la masse absorbée.

Il existe de nombreux produits fluorescents, mais le pigment choisi doit être soluble dans les fluides filtrants (ex : vinylester, époxy et hexadécane) sans changer leurs propriétés. Par ailleurs, la source d'énergie pour exciter ce colorant doit être accessible et peu dispendieuse. Ceci favorise le choix de la lumière ultraviolette. Les pigments testés sont le pyrromethene 567A, le bis-MSB, le Popop, l'exalite 392.A, l'exalite 428, le BPBD-365 et le coumarin 504T d'*Exciton*.

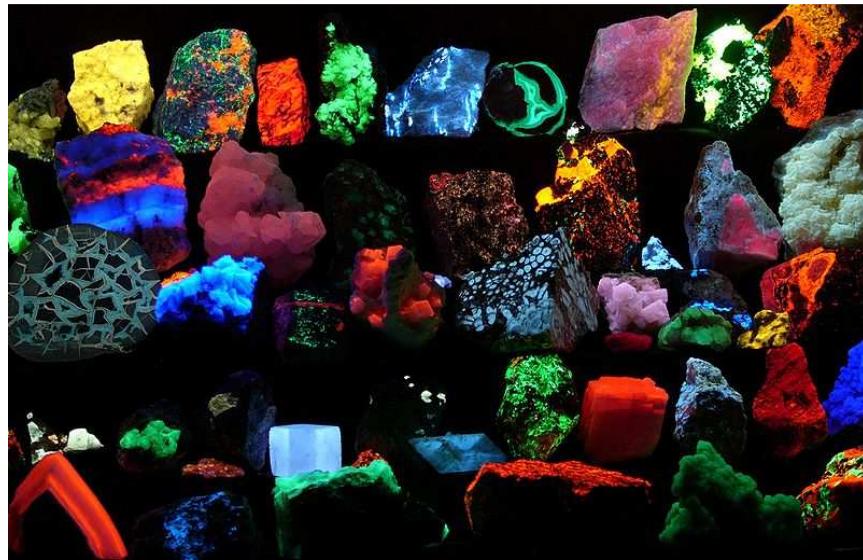


Figure 2-3 : Minéraux fluorescents exposés à la lumière ultraviolette [67].

La Figure 2-4 montre des images d'imprégnation réalisées avec quatre pigments fluorescents mélangés avec l'hexadécane. Parmi tous les pigments, le pyrromethene 567A donne le contraste le plus net entre le renfort et l'hexadécane, qui facilite ainsi la détection du front capillaire (voir Figure 2-4). Les Figures 3-4b, 3-4c et 3-4d montrent un faible contraste entre le front de liquide et le renfort. Par conséquent, le pyrromethene 567A d'*Exciton* est choisi comme colorant pour les essais de montée capillaire. Ce colorant émet une fluorescence intense de couleur jaune-verte sous rayonnement ultraviolet de longueur d'onde 365 nm. Tous les liquides d'infiltration sont mélangés avec le pigment fluorescent à une concentration de 0.1g/litre pour augmenter le contraste entre le front capillaire et le renfort de verre. Ceci permet d'éviter aussi une décoloration du front d'écoulement au cours de temps. Noter que la luminosité ne change pas pour les concentrations plus grandes que 0.1g/litre.

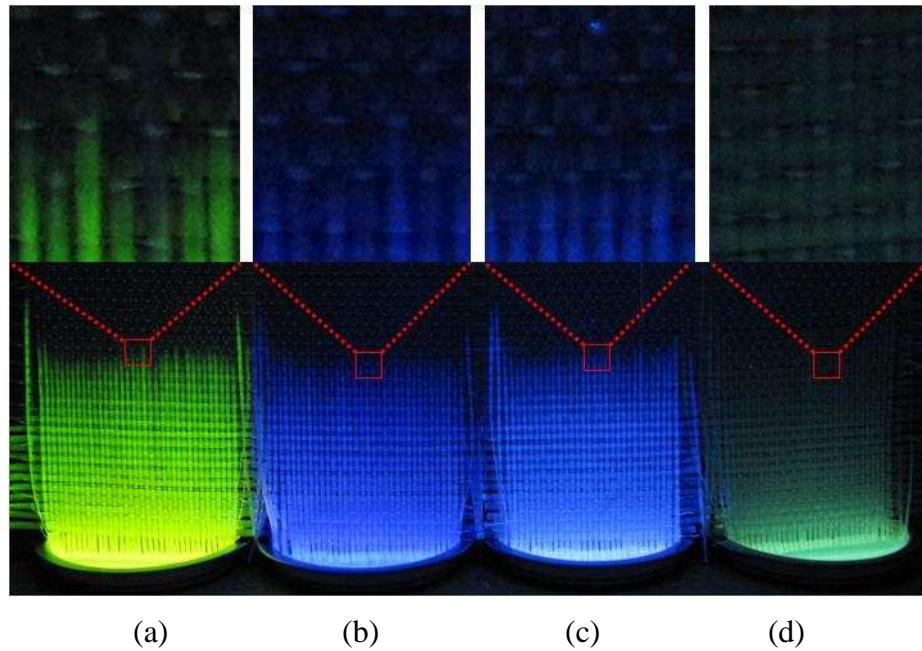


Figure 2-4 : Comparaison des pigments fluorescents : (a) pyrromethene 567A; (b) exalite 392.A; (c) exalite 428; (d) pyrromethene 567A et exalite 428.

2.1.4 Moteur du déplacement

Pour contrôler la vitesse d'approche du renfort ou de la mèche quand le contact est établi avec la surface du liquide, un moteur à déplacement linéaire de Newport déplace le contenant du liquide. Le moteur de déplacement a été fixé sur un support rigide en arrière du montage (voir Figure 2-5). Sur la face avant de moteur, une plate-forme en porte-à-faux est boulonnée sur la partie mobile (voir Figure 2-5). Le modèle UTM100CC de la compagnie Newport a été choisi, qui permet de travailler avec une vitesse d'approche minimale de 0,1 $\mu\text{m/s}$ du même ordre de grandeur que les tensiomètres commerciaux.

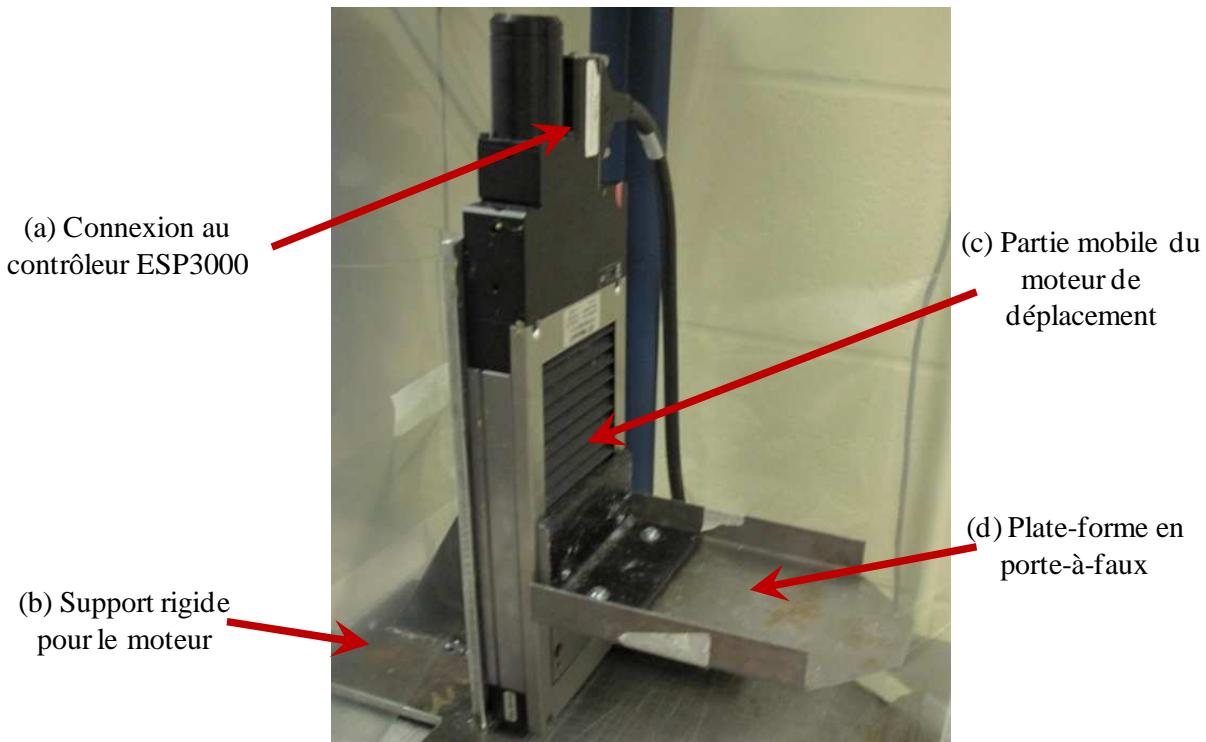


Figure 2-5 : Moteur de déplacement Newport avec une plate-forme rigide dans une configuration en porte-à-faux fixée à la partie mobile.

2.2 Acquisition de données

2.2.1 Mesure de la masse

Ce montage a été mis au point pour suivre simultanément la position du front d'écoulement et la masse de liquide absorbé par imbibition spontanée pour des essais de capillarité à long terme. Les composantes principales du montage pour le suivi de la masse sont les suivantes :

- **Balance à haute résolution de Sartorius**

Une balance à haute résolution est requise pour ce genre de caractérisation capillaire car les masses de liquide absorbé sont de l'ordre du dixième de milligramme. Le modèle très sensible CP225D de la compagnie Sartorius est choisi, car les variations de masse sont de l'ordre de 0,01

milligramme. La balance est connectée à l'ordinateur par un câble via un port série et la masse est enregistrée instantanément par un programme Labview développé au laboratoire.

2.2.2 Suivi visuel du front capillaire

Les composantes requises pour effectuer un suivi visuel du front capillaire sont une source lumineuse et une caméra.

- **Source lumineuse**

Deux ampoules UV noires de 15 Watts ont été utilisées dans ce montage afin d'amplifier l'effet du colorant fluorescent dans la résine et faciliter ainsi le suivi de la progression du liquide filtrant. La configuration complète du montage capillaire illustrée à la Figure 2-6 a été installée dans une chambre noire afin de faciliter l'enregistrement de la montée capillaire.

- **Caméra**

Il s'agit d'un appareil photo numérique Powershot G10 de Canon (14,7 mégapixels), qui est contrôlé à distance avec le logiciel *Timelapse Go* de *Granite Bay Software*. Les images ont été enregistrées en temps réel sur un disque dur à une fréquence de 0.2 Hz (soit une image à toutes les 5 secondes).

2.2.3 Pilotage du système

Le pilotage du système est un élément critique du montage afin de minimiser l'intervention de l'opérateur dans l'acquisition et le contrôle. Le système de pilotage est composé de trois outils majeurs :

- Contrôleur (*ESP3000 Newport*)

Le moteur de déplacement est contrôlé par un ordinateur via une carte de commande GPIB-USB de National Instruments et un contrôleur ESP3000 de Newport. Le contrôleur est connecté d'un côté au moteur (voir Figure 2-5a) et de l'autre au poste de travail.

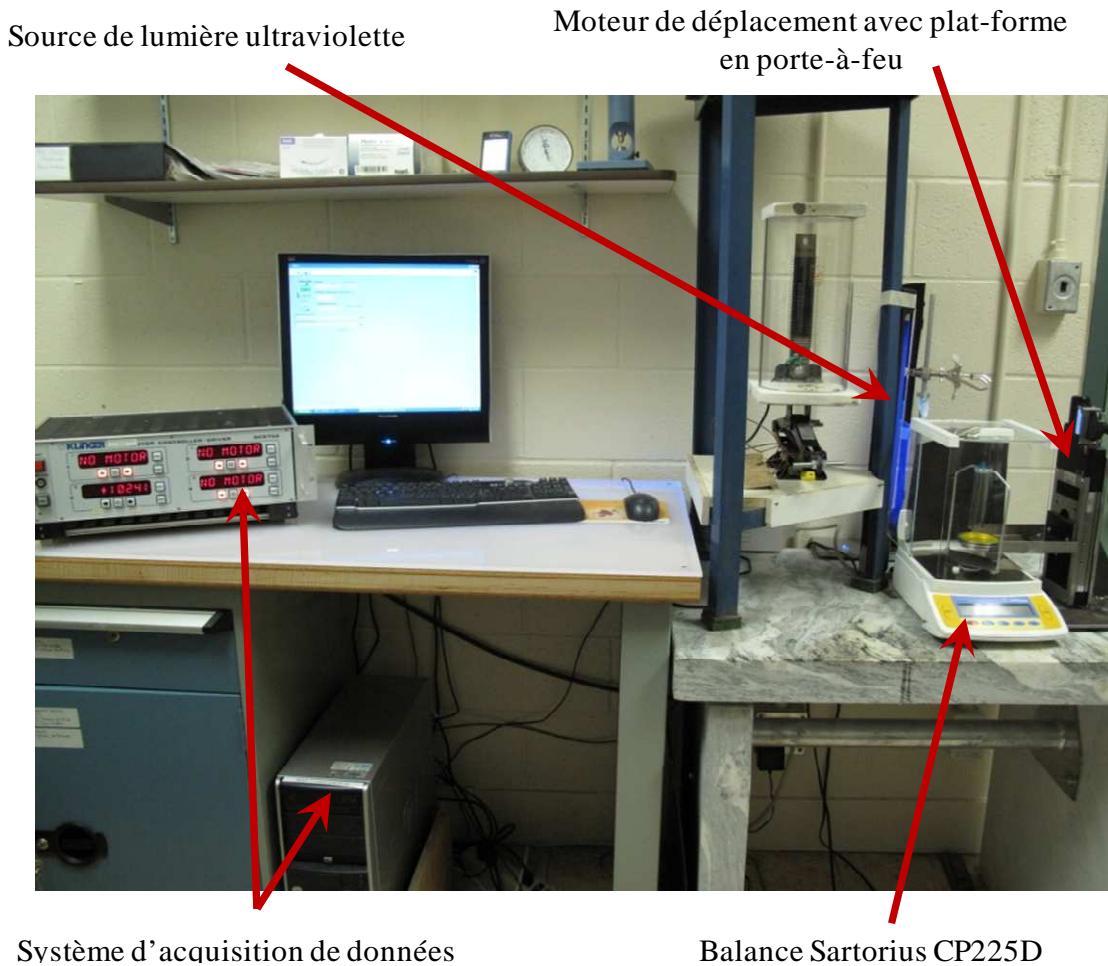


Figure 2-6 : Configuration complète du montage capillaire.

- Ordinateur (*IBM Intel Xeon (CPU 3.07 GHz)*)

Un poste de travail IBM Intel Xeon (CPU 3,07 GHz) est utilisé pour effectuer un contrôle synchronisé de l'acquisition de données de la balance, du moteur et de l'appareil photo numérique au moyen d'un programme Labview.

- Programme Labview

Le programme commence en ouvrant une fenêtre qui demande des informations essentielles avant commencer une expérience de montée capillaire. La Figure 2-7 montre cette fenêtre avec les 5 champs disponibles pour nommer le fichier d'acquisition, noter la masse de la mèche ou du

renfort et enregistrer les conditions environnementales (température, pression et humidité). En appuyant sur le bouton OK, un fichier .xls (Microsoft Excel) est créé pour enregistrer les données de la fenêtre de commande (voir Figure 2-8).

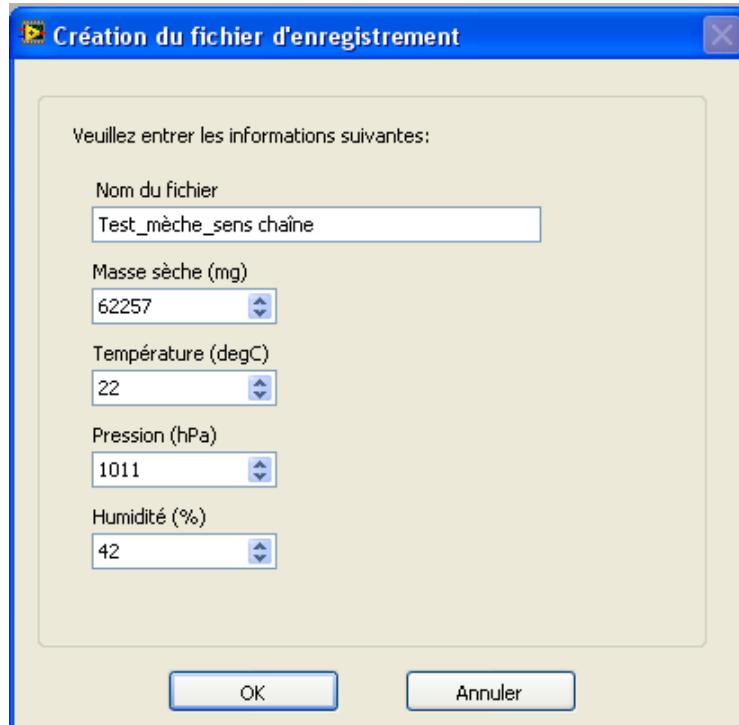


Figure 2-7 : Programme Labview : fenêtre de création du fichier d'enregistrement.

La fenêtre de commande du montage comprend quatre parties. La première partie est le Contrôle du Moteur qui contrôle la vitesse de déplacement et la direction de moteur (voir Figure 2-8a). La masse mesurée par la balance est affichée dans la section Lecture de Masse de la Figure 2-8b, qui permet également de fixer un seuil pour la masse. Le moteur est arrêté automatiquement lorsque le seuil est atteint. La Figure 2-8c est consacrée aux enregistrements du temps pour relier la masse mesurée (à la seconde près) aux instants de prise des photos. Enfin, l'enregistrement des données comprend les informations suivantes :

1. le chemin pour enregistrer le fichier d'acquisition issu du programme Labview (voir Figure 2-7);
2. le chemin du dossier d'enregistrement des images;
3. les informations initiales entrées dans la fenêtre générale.

Chaque fois qu'une image est ajoutée dans son dossier, le programme l'inscrit dans le fichier Excel comme montré sur la Figure 2-9. Le nom de ce fichier et les informations concernant le test capillaire (la date, la masse sèche de la mèche ou du renfort, la température, la pression et l'humidité) sont données dans la fenêtre du programme Labview montré sur la Figure 2-7. Par ailleurs, lorsque la masse dépasse le seuil fixé, le moment d'arrêt du moteur peut être trouvé dans le fichier Excel. Le nom de cette image est indiqué à côté de la masse enregistrée à cet instant. Cela permet une synchronisation entre la masse du liquide absorbé et l'image du front à un instant précis.

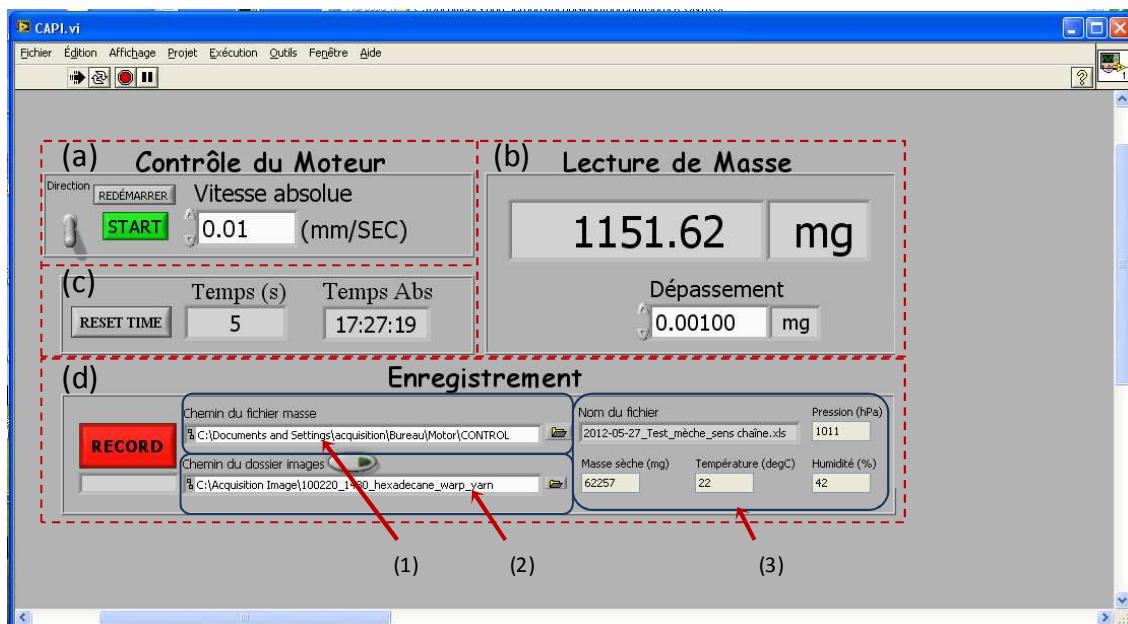


Figure 2-8 : Programme Labview : fenêtre de commande pour l'acquisition de données et le contrôle du système.

Enregistrement du temps avec l'intervalle fixe et le temps absolu

Arrêt de moteur

Nom de fichier

Informations générales

Nom de l'image enregistré avec le temps

	A	B	C	D	E	F
1	Date	Masse sèche (mg)	Température (degC)	Pression (hPa)	Humidité (%)	
2	5/27/2012	62257	22	1011	42	
3						
4	Temps	Masse	Temps abs	Image		
5	0	0	0	17:38:50		
6	1	0	017:38:51*	IMG_0090.jpg		
7	2	0	17:38:52			
8	3	0	17:38:53			
9	4	0	17:38:54			
10	5	0	17:38:55			
11	6	0	017:38:56*	IMG_0091.jpg		
12	7	0	17:38:57			
13	8	0	17:38:58			
14	9	11.7	17:38:59			
15	10	12.22	17:39:00			
16	11	12.65	17:39:01*	IMG_0092.jpg		
17	12	12.95	17:39:02			
18	13	13.25	17:39:03			

Figure 2-9 : Fichier d'enregistrement des informations sur l'acquisition de la masse et le suivi du front capillaire.

Le programme Labview permet aux utilisateurs de régler la vitesse d'approche du renfort en direction du plateau contenant la résine et d'indiquer un seuil de masse pour détecter le contact résine-renfort. Lorsque ce seuil est atteint, un signal est envoyé au moteur pour cesser immédiatement son déplacement. Cet événement déclenche le début de l'expérience de montée capillaire.

2.3 Montage pour une mèche

L'expérience consiste à suspendre une seule mèche de fibres sur la balance qui entre en contact avec le liquide grâce au moteur de déplacement. Dans une première étape, les fibres ont été retirées avec soin du renfort d'origine, découpées sur la longueur souhaitée, puis une extrémité a été fixée avec un ruban adhésif sur le support des fibres et l'autre a été suspendue près du

contenant du liquide. Une attention particulière doit être accordée pour éviter l'effilochage de la mèche, qui modifierait les caractéristiques de l'écoulement capillaire. Le liquide est disposé dans un contenant déposé sur la plate-forme du moteur. L'opérateur démarre l'expérience avec le programme Labview : le moteur commence à faire monter le liquide, à enregistrer la masse et à prendre des photos jusqu'au moment où le liquide entre en contact avec le renfort. A cet instant, le programme arrête le déplacement du moteur et l'absorption du liquide par pression capillaire se produit. La lecture de la masse et de la hauteur capillaire (prise de photo) du liquide se déroulent en continu jusqu'à la fin de l'expérience. Les expériences ont été réalisées à température ambiante et isotherme. La Figure 2-10 montre le montage capillaire utilisé pour réaliser les expériences dans les mèches de fibres.

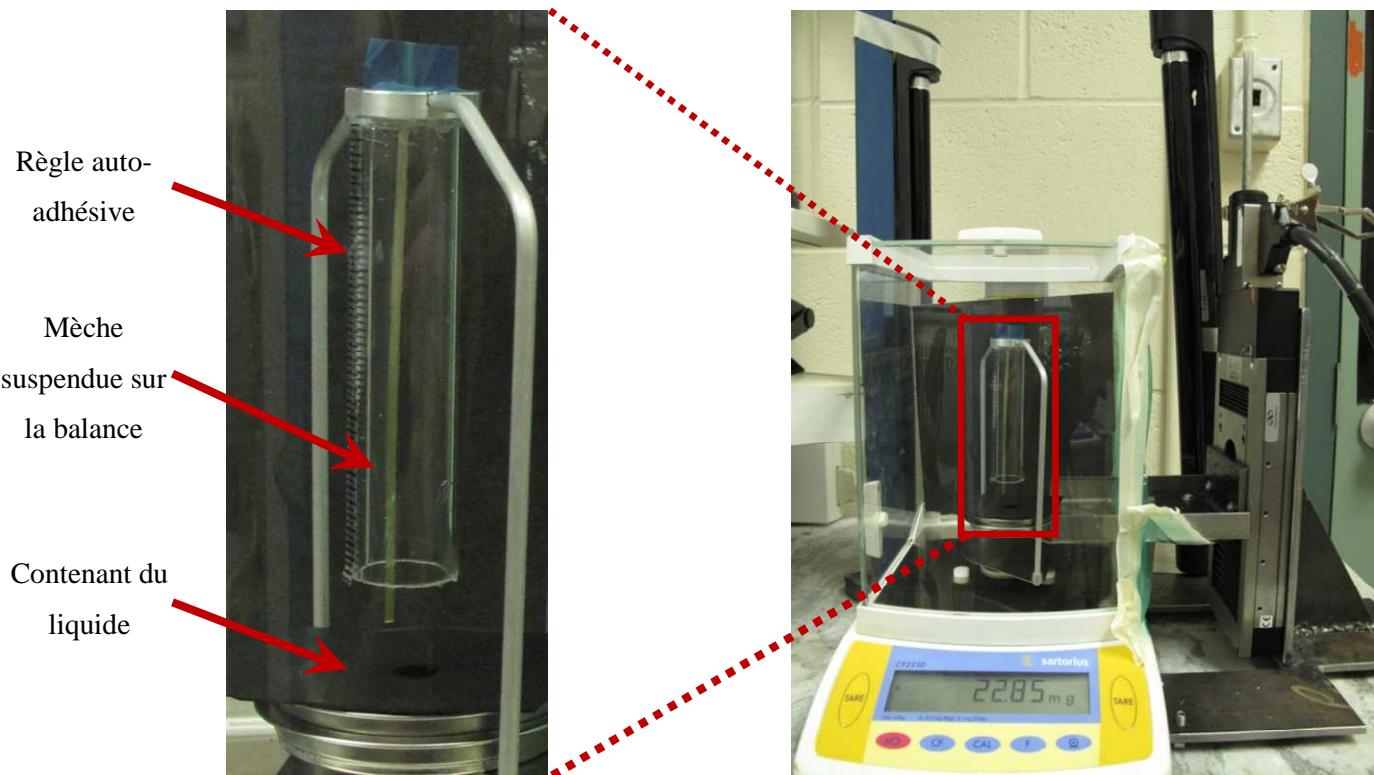


Figure 2-10 : Montage expérimental pour réaliser l'expérience de montée capillaire sur une mèche de fibres.

2.4 Montage pour le renfort

La démarche expérimentale décrite à la section précédente a également été utilisée pour mesurer les changements de masse et de hauteur capillaire du liquide dans le renfort (voir Figure 2-12). En revanche, il existe deux différences mineures entre les expériences pour la mèche et le renfort. Dans l'expérience avec la mèche, le liquide s'approche de la mèche, alors que dans le cas de renfort, c'est le renfort qui est déplacé vers le liquide (première différence). Par ailleurs, la mèche n'était pas en capsulée dans un moule. En revanche, le renfort est placé dans un moule en verre (deuxième différence) dans le but de suivre visuellement la montée capillaire du liquide à l'intérieur du renfort fibreux tout en conservant l'architecture du renfort pour le taux volumique de fibres fixé pendant l'imbibition.



Figure 2-11 : Mise en place du renfort pour les expériences de montée capillaire.

Deux moules d'épaisseurs différentes ont été usinés par commande numérique à partir de feuilles de verre. Le verre était le seul matériau offrant à la fois rigidité et transparence, ainsi que la résistance chimique nécessaire pour cette application. Une règle auto-adhésive a été collée sur le moule pour fournir une référence visuelle lors de l'imprégnation capillaire. Les moules sont tenus par une pince standard de laboratoire (voir Figure 2-11). Ils sont disposés à l'intérieur de la chambre de verre de la balance Sartorius CP225D, qui peut être fermée au besoin. Un niveau a été utilisé pour faire en sorte que le moule reste vertical et perpendiculaire au récipient de liquide. Pour assurer l'étanchéité du moule, de la graisse est appliquée sur les bords du moule, puis les pinces sont disposées sur le cadre. La suite de l'expérience reste identique à celle réalisée pour une mèche. La Figure 2-12 montre les principales composantes du montage utilisé pour le renfort. Le renfort est mis en contact avec la résine pour provoquer l'imbibition par capillarité en déplaçant le moule (installé sur le support de laboratoire) vers le liquide (déposé sur la balance).

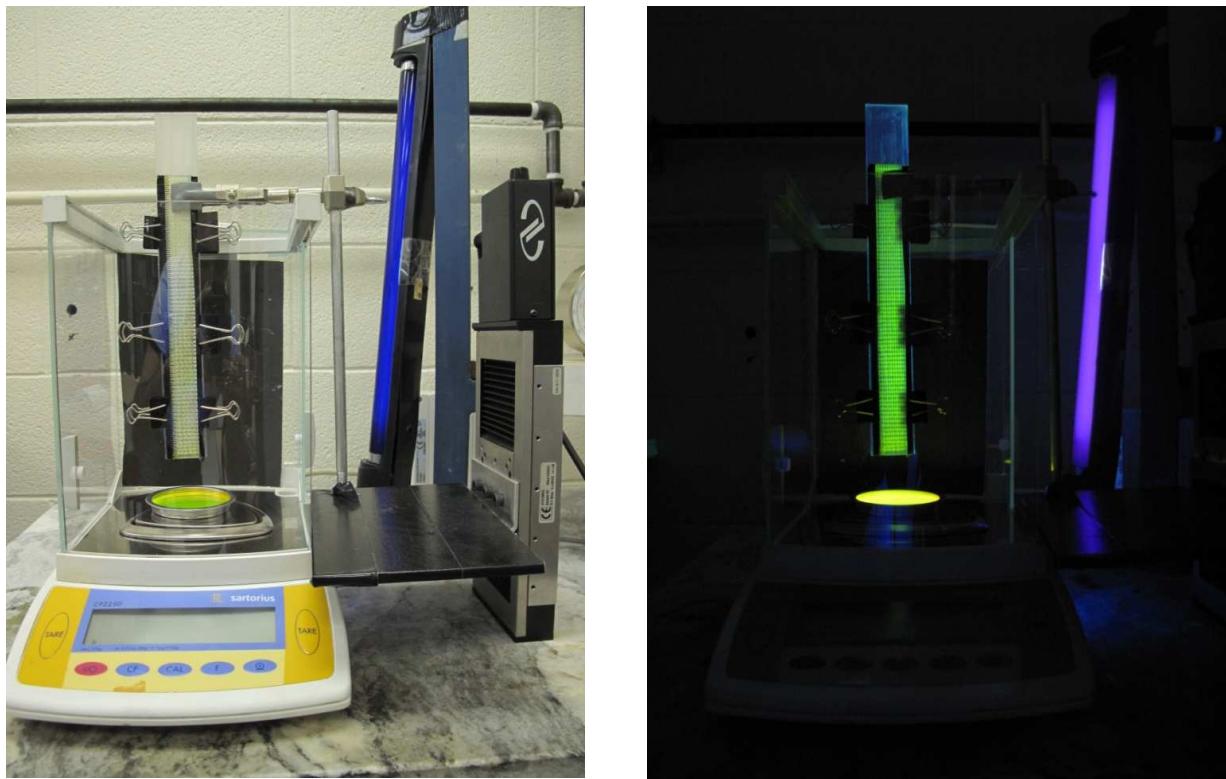


Figure 2-12 : Montage expérimental pour réaliser l'expérience de montée capillaire pour le renfort : (a) en pleine lumière; (b) accentuation du colorant fluorescent sous l'effet de la lumière UV.

CHAPITRE 3 MODÉLISATION DES PHÉNOMÈNES CAPILLAIRE DANS LES RENFORTS FIBREUX

Afin d'analyser la progression du front capillaire dans les mèches et les renforts, une modélisation de l'écoulement capillaire et des mécanismes d'imbibition est requise. Il existe quatre modèles mathématiques pour effectuer une caractérisation et une modélisation complète de l'écoulement capillaire. Ce chapitre commence par une discussion sur l'écoulement dans un renfort à double échelle de porosité, les phénomènes de capillarité et la perméabilité des renforts, puis quatre équations qui modélisent l'imbibition dans un milieu poreux sont introduites.

3.1 Écoulement dans un renfort à double échelle

Les premiers travaux sur les écoulements en milieux poreux remontent à Darcy (1803-1858) [68], qui a introduit la constante de proportionnalité K reliant la vitesse de filtration au gradient de la charge hydraulique dans la loi de Darcy (équation (3-1)). La constante K est une grandeur caractéristique du milieu poreux appelée perméabilité. L'écoulement d'un fluide newtonien à travers un milieu poreux peut ainsi être modélisé par la loi de Darcy, qui s'écrit comme suit :

$$\vec{V} = -\frac{[K]}{\mu} \nabla P \quad (3-1)$$

où ∇P (Pa/m) représente le gradient de pression, $[K](m^2)$ le tenseur de perméabilité, μ (Pa.s) la viscosité de la résine et \vec{V} le vecteur du débit volumique de la résine par unité d'aire. Cet écoulement se produit dans les espaces entre les mèches (macropores). En considérant la géométrie des micropores, la force responsable de l'écoulement capillaire peut être décrite par l'équation (3-2). La pression capillaire p_{cap} est donnée par la loi de Young-Laplace comme suit :

$$p_{cap} = \frac{2}{r} \cdot \gamma_{lg} \cos \theta \quad (3-2)$$

où r (m) est le rayon du tube capillaire, θ l'angle de contact entre les phases liquide et solide et γ_{lg} (N/m) la tension superficielle liquide-vapeur. L'équilibre ou le déséquilibre des forces interfaciales (aussi appelé tension d'adhérence) favorise la montée de liquide dans les pores capillaires. C'est un écoulement spontané de liquide dans les pores capillaires appelé imbibition

par capillarité (« *wicking* » en anglais). Cette imbibition est le résultat du mouillage spontané d'un milieu poreux [69, 70]. La relation entre les forces interfaciales est gouvernée par l'équation suivante :

$$\gamma_{sg} - \gamma_{sl} - \gamma_{lg} \cos \theta = 0 \quad (3-3)$$

où γ_{sg} et γ_{sl} sont respectivement les tensions interfaciales solide-vapeur et solide-liquide. La progression capillaire d'un liquide dans un milieu poreux ou dans un tube capillaire dépend des interactions entre le solide et le liquide, des lois d'écoulements du liquide et de la géométrie des canaux [23]. La Figure 3-1 illustre les phénomènes qui ont lieu entre les phases en contact.

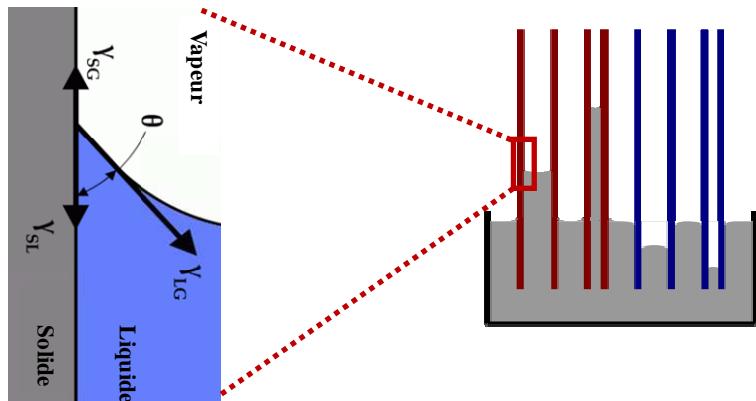


Figure 3-1 : Illustration des forces distribuées sur la ligne de contact entre les fibres et la résine [71].

3.2 Pression capillaire et perméabilité

3.2.1 Capillarité

La pression capillaire peut être définie comme la différence de pression hydrostatique à travers une interface liquide/solide qui résulte des forces de tension de surface. En d'autres termes, la montée capillaire ou la capillarité peut être définie comme l'écoulement d'un liquide sous l'effet des forces interfaciales à la surface de contact du liquide avec un solide. Les forces responsables

du mouvement d'un liquide à travers un renfort fibreux sont les forces capillaire [72]. Les phénomènes capillaires reposent sur les forces intermoléculaires de cohésion et d'adhésion. Le mouvement capillaire se produit si les forces d'adhésion entre le liquide et la paroi du tube sont supérieures aux forces de cohésion entre les molécules du liquide (équation (3-3)).

L'écoulement capillaire est similaire à d'autres types d'écoulements hydrauliques causés par une différence de pression. Le mouvement spontané du front d'écoulement apparaît pour réduire le gradient de pression en diminuant la quantité d'énergie de surface au contact entre le solide et le liquide. L'écoulement cesse lorsque la différence de pression devient nulle. D'après l'équation (3-2), plus le rayon capillaire est petit, plus la hauteur capillaire est importante (voir Figure 3-2).

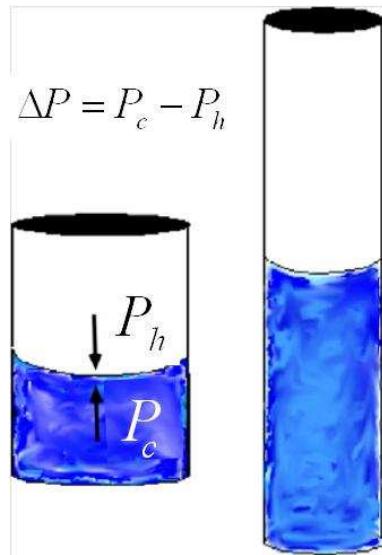


Figure 3-2 : Illustration de l'ascension capillaire dans des pores de tailles différentes [73].

3.2.2 Imbibition

L'imbibition par capillarité (« *wicking* ») a fait l'objet de nombreuses recherches [36-38, 48]. Les forces capillaires sont responsables de la pénétration spontanée des liquides (« *wicking* ») dans un matériau poreux [36, 37]. Physiquement, l'imbibition par capillarité résulte de l'écoulement

spontané d'un liquide dans un milieu poreux sous l'effet des forces capillaires. Ce type d'écoulement dépend des propriétés du liquide, de l'interaction à l'interface liquide/solide et de la structure des pores. Les propriétés des liquides sont connues ou peuvent être déterminées expérimentalement, mais la structure des pores d'un renfort fibreux est plus complexe et difficile à quantifier. Il n'est pas toujours possible d'étudier avec précision la structure de pores surtout lorsque le renfort est compacté pendant l'étape de préformage ou déformé pendant le drapage [74]. Noter également que l'écoulement d'un liquide à travers un renfort fibreux peut provoquer à la fois un déplacement des fibres et des changements dans la structure des pores [18].

3.2.3 Perméabilité

La perméabilité d'un milieu poreux caractérise la capacité d'un fluide à pénétrer dans ce milieu (Figure 3-3). La perméabilité est une grandeur caractéristique du milieu poreux, qui dépend de l'architecture du renfort, de la fraction volumique de fibres et de leur ensimage [3]. En pratique, dans les procédés de fabrication des composites avec une résine thermodurcissable, la résine est injectée à travers le renfort ou extraite au cours de la consolidation en autoclave. Cet écoulement de la résine est gouverné par la loi de Darcy. Le renfort fibreux est un milieu poreux anisotrope, car il présente généralement des résistances différentes selon chaque direction spatiale. Pour cette raison la perméabilité est considérée dans l'équation (3-1) comme un tenseur dans la loi de Darcy afin de rendre compte de l'anisotropie des renforts.

3.3 Modèles mathématiques de montée capillaire

Pour une caractériser l'écoulement capillaire dans un renfort fibreux ou une mèche de fibres, il faut utiliser les modèles d'imbibition. Quatre équations d'imbibition sont introduites pour modéliser l'évolution de la hauteur capillaire avec (I) ou sans gravité (II), et de la masse de liquide absorbé avec (III) ou sans gravité (IV). La gravité peut souvent être négligée car la hauteur à l'équilibre (voir section 3.3.1) est beaucoup plus grande (d'un ordre de grandeur) que la hauteur atteinte au début d'une expérience de montée capillaire. Par conséquent, les modèles sans gravité II et IV (également appelés équations de Lucas-Washburn) sont choisis ici pour caractériser l'imbibition par capillarité des mèches de fibres et des renforts fibreux. Les modèles d'imbibition de Lucas-Washburn sont fondés sur la loi de la Jurin et sur l'équilibre global des

forces pour le liquide absorbé. Ces modèles seront utilisés pour étudier l'écoulement capillaire à l'intérieur des renforts fibreux à double échelle de porosité.

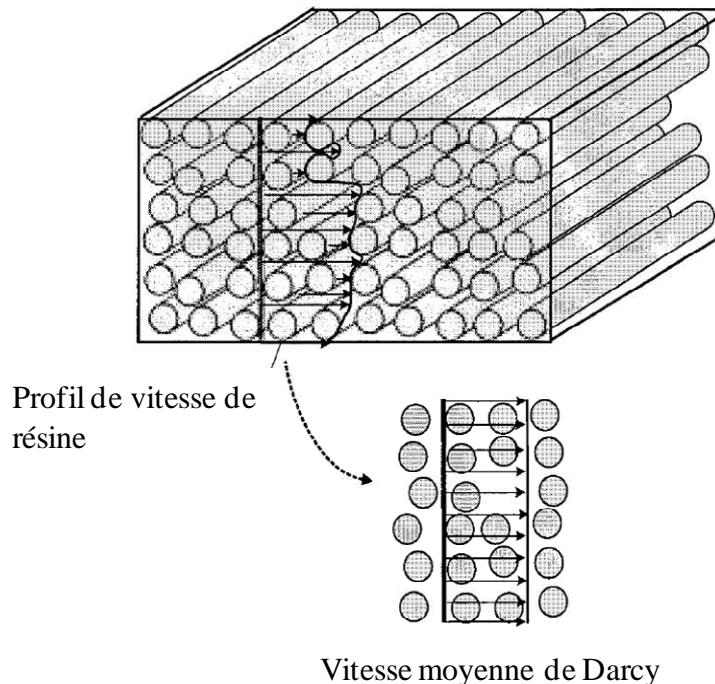


Figure 3-3 : Volume moyen de liquide déplacé par unité de temps dans un milieu poreux correspondent à la vitesse de Darcy.

3.3.1 Loi de Jurin

La montée capillaire tend asymptotiquement vers une hauteur d'équilibre z_{eq} , pour laquelle les forces capillaires et gravitationnelles s'équilibrent. Cette hauteur capillaire est également appelée hauteur de *Jurin* z_{Jurin} . La Figure 3-4 montre un exemple d'un tel équilibre après une montée capillaire dans un tube cylindrique de rayon r .

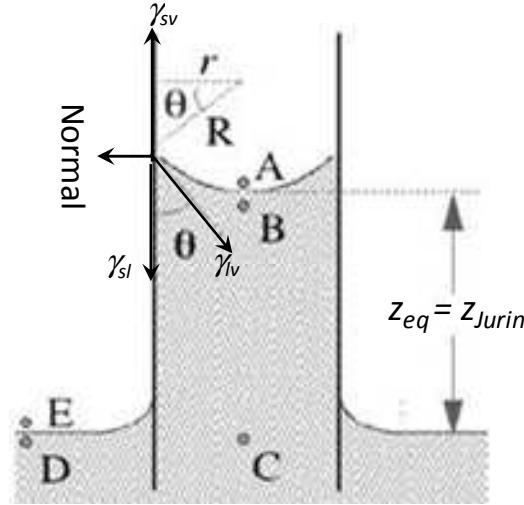


Figure 3-4 : Vue schématique de la loi de Jurin et concept de hauteur d'équilibre dans un tube capillaire [75].

Lorsque les forces capillaires et gravitationnelles s'équilibrent, la pression au point *B* est donnée par la relation suivante :

$$p_B = p_{atm} - \rho g z_{eq} \quad (3-4)$$

où p_{atm} (Pa), z_{eq} (m), g (m^2/s) et ρ (kg/m^3) représentent respectivement la pression atmosphérique, la hauteur capillaire, la gravité et la densité du liquide. Or la pression p_B est égale à la pression atmosphérique en *A* moins la pression capillaire p_{cap} qui est à l'origine de la montée capillaire, soit :

$$p_B = p_{atm} - p_{cap} \quad (3-5)$$

Les équations (3-4) et (3-5) donnent avec l'équation (3-2) la hauteur capillaire de l'équilibre statique comme suit :

$$z_{Jurin} = z_{eq} = \frac{4}{D_h} \cdot \frac{\gamma_{lv} \cos \theta}{\rho g} \quad (3-6)$$

où D_h est le diamètre hydraulique équivalent du milieu poreux considéré comme un assemblage de tube capillaire cylindriques, parallèles et tortueux de rayon $r = D_h/2$. Le diamètre hydraulique est utilisé pour calculer le diamètre équivalent d'une conduite de forme quelconque où s'écoule le liquide. Pour une conduite de section circulaire, le diamètre hydraulique correspond au diamètre de la conduite selon la relation :

$$D_h = \frac{4A}{P} = \frac{4(\pi d^2/4)}{\pi d} = d \quad (3-7)$$

où A (m^2) est l'aire de la surface d'écoulement, P (m) est le périmètre mouillé de la conduite et d (m) son diamètre. Les renforts tissés sont des milieux poreux composés de mèches orientées qui contiennent des micropores. La porosité des mèches peut être modélisée comme un ensemble de tubes capillaires cylindriques, parallèles et tortueux. Par conséquent, les diamètres hydrauliques équivalents des micropores et macropores peuvent être évalués à partir de l'équation (3-7).

- **Diamètre hydraulique équivalent des micropores**

Si V_f représente le taux volumique des fibres de la mèche et d_f le diamètre moyen des fibres, le diamètre hydraulique équivalent D_h^m des micropores à l'intérieur de mèches est donné par la relation :

$$D_h^m = \frac{4A_{pore}}{P_{pore}} = \frac{4N_f \pi (d_f^2/4)(1-V_f)}{N_f \pi d_f V_f} = \frac{d_f (1-V_f)}{V_f} \quad (3-8)$$

où A_{pore} (m^2) est l'aire de la section transversale libre de la mèche, P_{pore} (m) représente une évaluation du périmètre des fibres contenues dans la section transversale de la mèche et N_f est le nombre de fibres dans une mèche tel qu'illustre sur la Figure 3-5a et la Figure 3-5c.

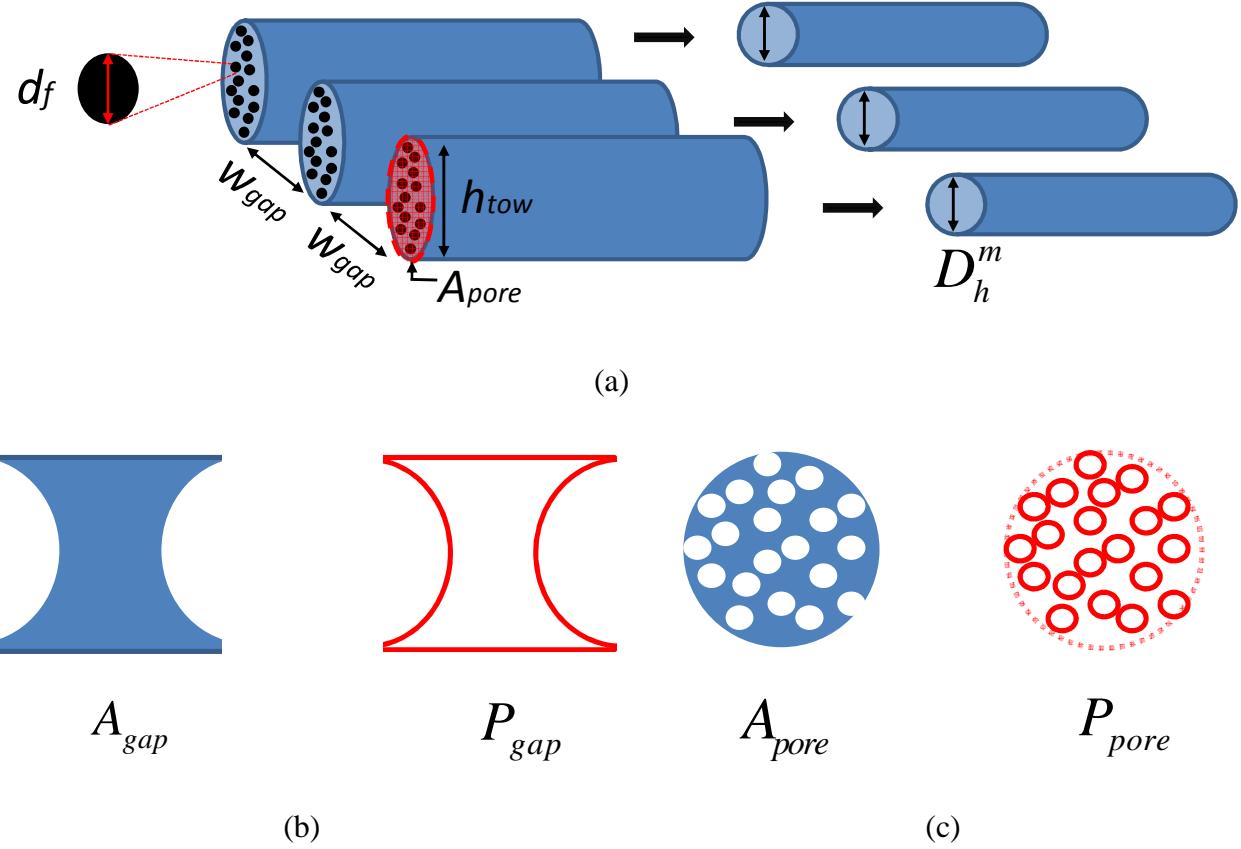


Figure 3-5 : Diamètre hydraulique équivalent : (a) représentation du diamètre hydraulique équivalent D_h^m des micropores pour trois mèches; (b) aire A_{gap} et périmètre P_{gap} des macropores; (c) aire A_{pore} et périmètre P_{pore} des micropores.

- **Diamètre hydraulique équivalent des macropores**

En utilisant l'aire moyenne A_{gap} de la section transversale des canaux entre les mèches et le périmètre moyen mouillé des macropores P_{gap} (voir Figure 3-5b), le diamètre hydraulique équivalent D_h^M des macropores dans les deux directions du tissu peut être estimé comme suit :

$$D_h^M = \frac{4A_{gap}}{P_{gap}} = \frac{4(h_{tow} \cdot w_{gap})}{2(h_{tow} + w_{gap})} \quad (3-9)$$

où w_{gap} est la largeur moyenne des macropores et h_{tow} représente l'épaisseur des mèches dans les sens chaîne et trame.

3.3.2 Loi de Jurin pour les renforts à double échelle

Tel que discuté déjà, les renforts fibreux utilisés sont généralement des milieux poreux à double échelle de porosité constitués de deux structures distinctes de pores : les micropores entre les filaments des fibres contenues dans une mèche et les macropores entre les mèches. Le diamètre des micropores est environ $10 \mu\text{m}$ et celui des macropores est de l'ordre de 1 mm . Les renforts peuvent être modélisés comme un ensemble bimodal des tubes capillaires cylindriques, parallèles et tortueux [14, 23, 76, 77] tel qu'illustré sur la Figure 3-6.

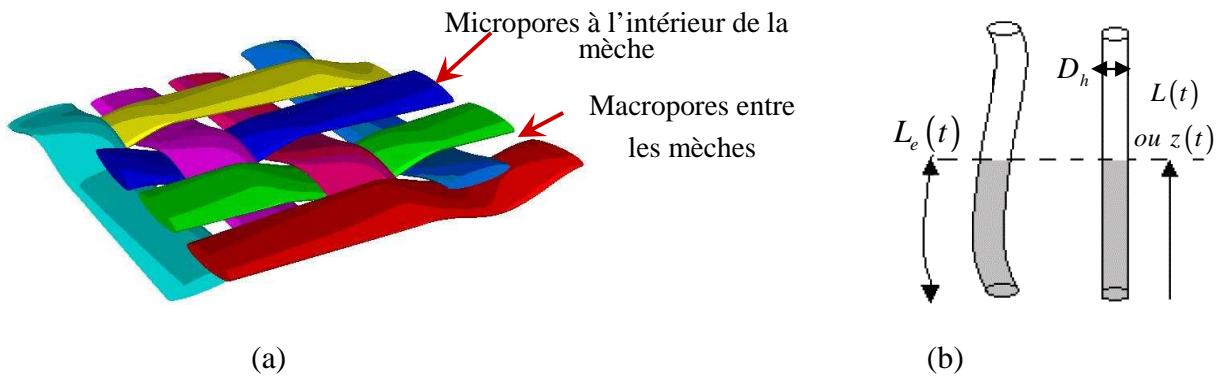


Figure 3-6 : Origine de la tortuosité des mèches et des filaments dans un renfort fibreux :
 (a) motif tissé d'un renfort 2D; (b) tube capillaire tortueux.

À partir du diamètre hydraulique équivalent des tubes capillaires à l'intérieur des mèches défini par l'équation (3-8), une expression modifiée de la loi de Jurin s'écrit comme suit :

$$z_{\text{Jurin}} = \frac{P_{\text{cap}}}{\rho g} = \left(\frac{F_{\text{geo}}}{D_h} \right) \cdot \left(\frac{\gamma_{\text{lv}} \cos \theta}{\rho g} \right) \quad (3-10)$$

où F_{geo} est une constante qui dépend de la distribution de la taille des pores et de la direction d'écoulement [78]. Les facteurs géométriques F_{geo} ont été généralisés sous forme tensorielle par Ahn et al. [78]. Une valeur du paramètre géométrique F_{geo} entre 2 et 4 est habituellement obtenue par ajustement non linéaire de l'évolution dans le temps de la hauteur capillaire.

3.3.3 Modèles d'imbibition

L'évolution typique de la hauteur capillaire au cours du temps dans l'infiltration d'un liquide incompressible et newtonien à travers un milieu poreux est montrée sur la Figure 3-7. Cette figure illustre également le régime d'écoulement linéaire de Lucas-Washburn (détailé par la suite), pour lequel la contribution de la gravité peut être négligée au début de la montée capillaire. Par conséquent, on considère dans cette zone que les forces capillaires sont équilibrées seulement par les forces visqueuses.

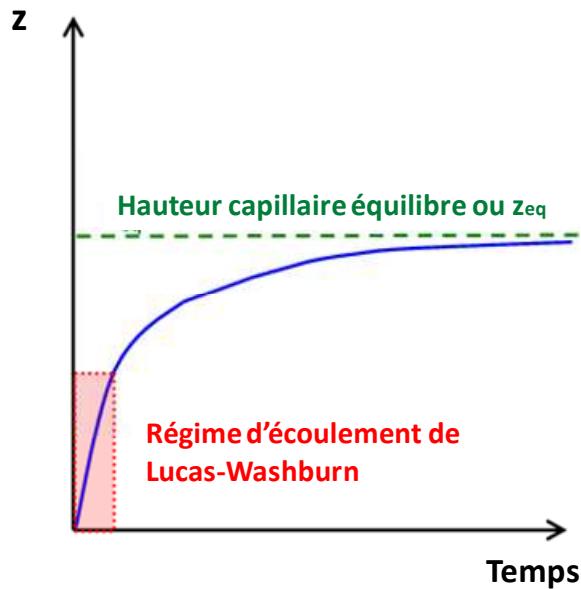


Figure 3-7 : Évolution du front d'écoulement lors d'une montée capillaire typique à travers un milieu poreux.

Plusieurs forces interviennent pendant la montée capillaire. L'équation (3-11) donne le bilan des forces d'inertie, capillaires, visqueuses et de gravité selon l'axe z :

$$\underbrace{\pi \frac{D_h^2}{4} \rho \tau^2 z \frac{d^2 z}{dt^2}}_{\text{inertie}} = \underbrace{\pi \frac{D_h^2}{4} P_{cap}}_{\text{capillaire}} - \underbrace{8\pi \mu \tau^2 z \frac{dz}{dt}}_{\text{la traînée visqueuse}} - \underbrace{\pi \frac{D_h^2}{4} \rho g z}_{\text{gravité}} \quad (3-11)$$

où μ , P_{cap} , D_h , ρ et τ sont respectivement, la viscosité dynamique du fluide, la pression capillaire dans la mèche, le diamètre hydraulique équivalent, la densité du liquide et la tortuosité de la mèche. En négligeant la gravité et le terme d'inertie, l'équation (3-11) se simplifie et donne un régime d'écoulement linéaire (voir Figure 3-7). Selon Szekely [79], la force d'inertie est significative seulement pendant quelques millisecondes. En négligeant l'inertie, l'équation (3-11) prend la forme suivante :

$$0 = \pi \frac{D_h^2}{4} \underbrace{\rho g z_{Jurin}}_{P_{cap}} - \underbrace{8\pi\mu\tau^2 z \frac{dz}{dt}}_{\text{la traînée visqueuse}} - \underbrace{\pi \frac{D_h^2}{4} \rho g z}_{\text{gravité}} \quad (3-12)$$

- **Modèle d'imbibition I**

En réarrangeant et en simplifiant l'équation (3-12), une équation différentielle ordinaire (EDO) décrivant la progression axiale de la hauteur capillaire au cours de temps est obtenue dans une mèche :

$$\frac{dz}{dt} = \underbrace{\frac{D_h^2 \rho g}{32 \mu \tau^2}}_{A_h} \left(\frac{z_{Jurin}}{z} - 1 \right) \quad (3-13)$$

Le première modèle d'imbibition provenant de l'intégration de l'équation (3-13) s'écrit comme suit:

$$-\frac{A_h t}{z_{Jurin}} = \ln \left(1 - \frac{z}{z_{Jurin}} \right) + \frac{z}{z_{Jurin}} \quad (3-14)$$

- **Modèle d'imbibition II**

Pour les courtes distances imbibition ($z(t) \ll z_{Jurin}$), la contribution de la gravité peut être négligée. L'équation précédente se simplifie donc pour donner le modèle suivant dit de Lucas-Washburn d'évolution de la vitesse :

$$\frac{dz}{dt} = A_h \left(\frac{z_{Jurin}}{z} \right) \quad (3-15)$$

L'intégration de l'équation (3-15) donne le deuxième modèle d'imbibition, connu sous le nom classique de loi de Lucas-Washburn, qui gouverne l'évolution de la hauteur capillaire [80] :

$$z^2 = \underbrace{2 A_h z_{Jurin}}_{B_h} t \quad (3-16)$$

Le paramètre B_h représente la pente de Lucas-Washburn (LW) du carré de l'évolution de la hauteur capillaire pendant le régime linéaire d'écoulement (voir Figure 3-7). Ce terme est appelé quelquefois coefficient de diffusion (m^2/s) ou coefficient de la vitesse capillaire [81]. Le paramètre B_h peut être obtenu par régression linéaire sur l'évolution du carré de la hauteur du front capillaire dans le temps.

• Modèle d'imbibition III

La masse absorbée $m(t)$ peut également être considérée sur de courtes distances d'imbibition pour une section géométrique constante dans l'hypothèse d'un écoulement permanent. L'expression suivante peut être utilisée pour déterminer la masse absorbée par imprégnation capillaire :

$$m(t) = \rho \left[A_{cs} (1 - V_f) s \tau \right] \cdot z(t) \quad (3-17)$$

où A_{cs} est la surface de la section transversale de la mèche perpendiculaire à la direction d'écoulement, s , $0 \leq s \leq 1$, représente le niveau global de saturation de la mèche et τ est la tortuosité de la mèche. La hauteur capillaire isolée dans (3-17) prend la forme suivante :

$$z(t) = \frac{m(t)}{\rho A_{cs} (1-V_f) s \tau} \quad (3-18)$$

En substituant l'équation (3-18) dans l'équation (3-13), si la gravité n'est pas négligée, la masse de liquide absorbé est solution de l'équation différentielle suivante :

$$\frac{dm}{dt} = \left[\rho A_{cs} (1-V_f) s \tau \right] A_h \left(\frac{z_{Jurin} \left[\rho A_{cs} (1-V_f) s \tau \right]}{m} - 1 \right) \quad (3-19)$$

L'intégration de cette équation donne le troisième modèle d'imbibition qui décrit l'évolution de la masse capillaire dans le temps :

$$-\frac{A_h t}{z_{Jurin}} = \ln \left(1 - \frac{m}{m_{Jurin}} \right) + \frac{m}{m_{Jurin}} \quad (3-20)$$

où

$$m_{Jurin} = \rho \left[A_{cs} (1-V_f) s \tau \right] \cdot z_{Jurin} \quad (3-21)$$

• Modèle d'imbibition IV

Lorsque la gravité est négligée, un modèle d'imbibition plus simple est obtenu en substituant l'équation (3-19) dans l'équation d'imbibition du modèle II (cf. équation (3-15)) :

$$\frac{dm}{dt} = A_m \left(\frac{z_{Jurin}}{m} \right) \quad (3-22)$$

où

$$A_m = \rho^2 \underbrace{\left[A_{cs} (1-V_f) s \tau \right]^2}_{c_v} A_h = (\rho c_v)^2 A_h \quad (3-23)$$

Dans l'équation ci-dessus, le paramètre c_v représente la capacité volumétrique de rétention fluide (m^3/m) de la mèche fibreuse [82]. Cette grandeur ne dépend que de l'architecture de la mèche ou

du renfort. L'intégration de l'équation (3-22) donne le nouveau modèle d'imbibition IV, également appelé loi classique de Lucas-Washburn, qui décrit l'évolution dans le temps de la masse de liquide absorbé :

$$m^2 = \underbrace{(\rho c_v)^2 B_h}_B t \quad (3-24)$$

où

$$B_m = (\rho c_v)^2 B_h \quad (3-25)$$

Le paramètre B_m représente la pente LW du carré de l'évolution de la masse capillaire pendant le régime linéaire d'écoulement de Lucas-Washburn. Il peut être obtenu par régression linéaire sur l'évolution du carré de la masse absorbée par la mèche fibreuse dans le temps.

3.4 Calcul de la vitesse optimale

Les modèles d'imbibition de Lucas-Washburn ont été exposés dans ce chapitre afin de déterminer la vitesse optimale du front de résine, qui est le paramètre critique gouvernant la formation de vides par emprisonnement d'air. L'évolution temporelle du taux d'imprégnation spontanée (vitesse du front capillaire) du renfort peut être obtenue en substituant l'équation (3-16) dans (3-15) :

$$v_{front}(t) = \frac{dz}{dt} = A_h \left(\frac{z_{Jurin}}{z} \right) = \frac{1}{2} \frac{B_h}{\sqrt{B_h t}} = \frac{1}{2} \sqrt{\frac{B_h}{t}} \quad (3-26)$$

L'imbibition dans une mèche (ou un renfort) peut être modélisée en utilisant les équations (3-16) ou (3-26) tel qu'illustré dans la Figure 3-8.

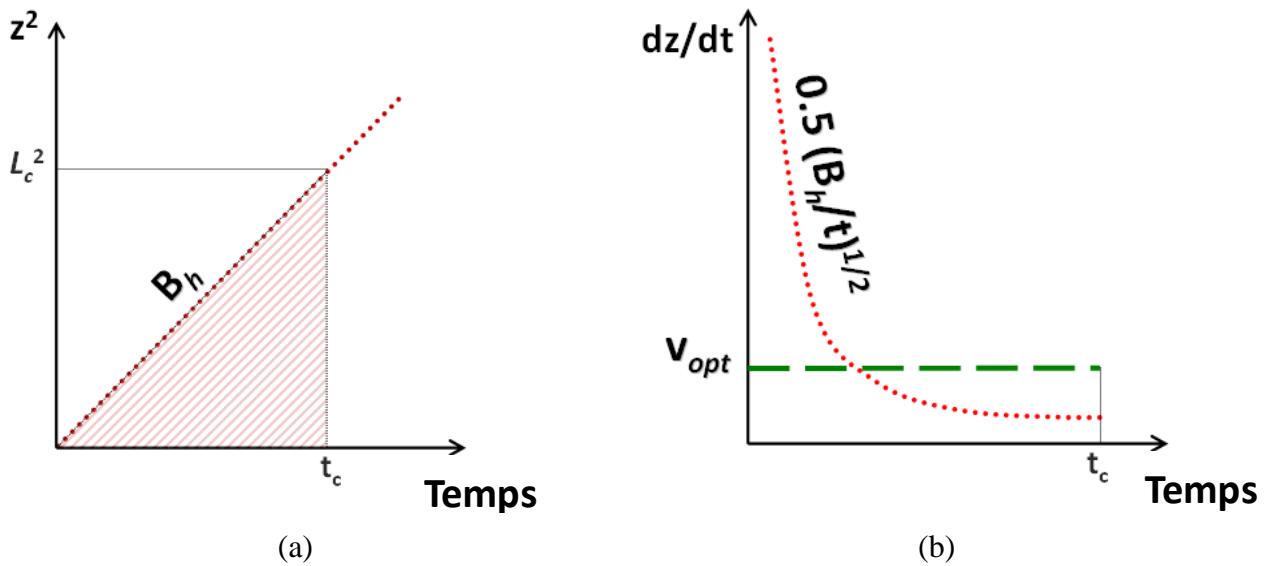


Figure 3-8 : Schéma d'évolution de l'imbibition selon la loi de Lucas-Washburn : (a) carré de l'évolution de la hauteur d'imbibition au cours de temps donnée par l'équation (3-16); (b) évolution la vitesse d'imbibition au cours du temps donnée par l'équation (3-26).

Cependant, la vitesse optimale ne peut pas être trouvée sans connaître l'architecture du renfort. Pour cela, une hypothèse de travail est nécessaire : on considère que la vitesse optimale d'injection est égale à la vitesse d'imbibition spontanée de la résine sur la distance caractéristique du renfort (L_c). Autrement dit, la formation des vides sera minimale si les micropores et les macropores de la maille élémentaire sont remplis à la même vitesse, c'est-à-dire si la vitesse du front de résine est égale à la vitesse d'imbibition spontanée due à la capillarité. La distance caractéristique du renfort est la distance entre les centres de deux mèches consécutives perpendiculaires à la direction d'écoulement. La longueur caractéristique (montrée sur la Figure 3-9) peut en général être trouvée à partir des spécifications du fournisseur du renfort ou par des mesures sur le renfort.

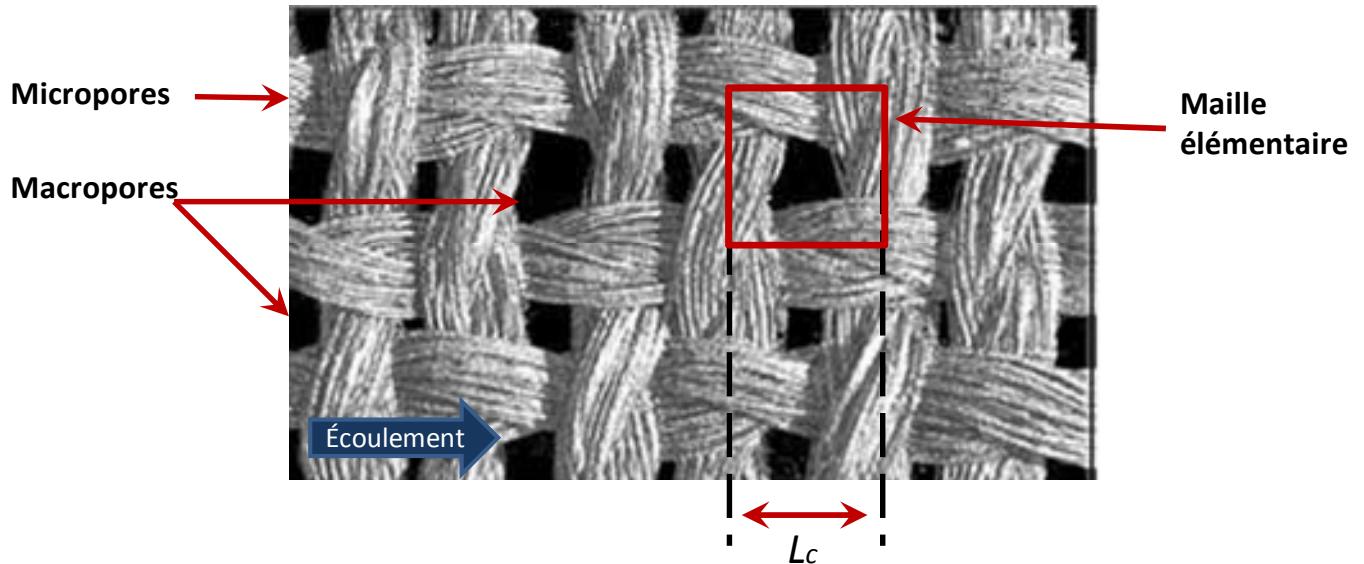


Figure 3-9 : Maille élémentaire et longueur caractéristique d'un renfort.

Le temps requis par le liquide pour parcourir cette distance est appelé le temps caractéristique de remplissage (t_c). Ce temps est calculé comme suite à partir de la relation $z^2 = B_h t$ (équation (3-16)) :

$$t_c = \frac{L_c^2}{B_h} \quad (3-27)$$

La vitesse d'imprégnation optimale du renfort peut donc être estimée a priori par la relation :

$$v_{opt} = \frac{L_c}{t_c} = \frac{L_c}{L_c^2/B_h} = \frac{B_h}{L_c} \quad (3-28)$$

On obtient le nombre capillaire modifié optimal pour lequel le taux de vide est minimum :

$$Ca_{opt}^* = \frac{\mu v_{opt}}{\gamma_{lv} \cos \theta} \quad (3-29)$$

Selon l'équation (3-28), la vitesse optimale est fonction de la distance caractéristique du renfort (L_c) qui est trouvée sur la fiche technique du renfort et de la pente de Lucas-Washburn (B_h) obtenue partir du carré de la hauteur capillaire. Les hauteurs sont déterminées à partir des images prises pendant l'expérience de montée capillaire. Cela nécessite le développement d'un algorithme de traitement d'image pour extraire l'évolution de la hauteur capillaire. Ce travail sera détaillé dans le Chapitre 5.

CHAPITRE 4 RESULTATS DE CARACTÉRISATION DES FLUIDES ET DES RENFORTS FIBREUX

A terme, il sera nécessaire de caractériser un couple renfort/résine et d'analyser l'imprégnation sur les deux échelles de porosité du renfort fibreux. C'est pourquoi il est proposé d'effectuer des essais de montée capillaire non seulement sur des renforts, mais aussi sur des mèches isolées extraites des renforts. Un travail de caractérisation est donc mené sur la morphologie des renforts et des mèches pour déterminer le taux de fibres, la porosité et préciser sa structure géométrique. Ceci permettra d'interpréter les expériences de montée capillaire à partir des modèles d'imbibition présentés dans le chapitre précédent. Enfin, avant d'effectuer des expériences de montée capillaire avec des résines, il est impératif d'utiliser un liquide de référence pour calibrer le banc expérimental. Un travail de caractérisation des propriétés physiques de la résine qui ont impact sur la capillarité comme la tension superficielle, l'angle de contact, la viscosité et la masse volumique est également requis pour tous les liquides de filtration utilisés.

4.1 Caractérisation des fluides pénétrant

L'hexadécane pur à 99% de Sigma-Aldrich a été choisi comme liquide de filtration de référence pour les expériences de montée capillaire. Ce liquide est choisi en raison de son comportement parfaitement mouillant et de sa faible volatilité (faible pression de vapeur), qui permet d'étudier les phénomènes d'imbibition des mèches et des renforts. Deux résines thermodurcissables utilisées dans les procédés LCM ont également été sélectionnées. La première est la résine vinylester Derakane 411-350 produite par Ashland, et l'autre est la résine époxy DER 383 de *Dow Chemical*. Cette résine époxy est mélangée avec 80 PHR (« *Per Hundred parts of Resin* ») d'anhydride méthyltétrahydrophthalique (MTHP-A), un agent de durcissement produit par *Gulf Bayport Chemicals*.

Les propriétés principales des fluides sont la densité, la tension superficielle, l'angle de contact et la viscosité qui ont été caractérisées à la température ambiante (22.5 ± 2.5 °C) à une humidité relative (HR) de 22 ± 5 %. La densité a été mesurée avec un pycnomètre de 25 ml de *Fisher Scientific* et une balance à haute précision CP225D de *Sartorius*. La tension superficielle, l'angle de contact et la viscosité sont détaillés par la suite et tous les résultats sont donnés dans le Tableau 4-1.

4.1.1 Tension superficielle

La tension superficielle est due aux déséquilibres moléculaires de la force de cohésion à la surface d'un liquide. Elle peut être considérée comme une fine membrane élastique déposée dans un état de tension sur la surface du liquide. Elle peut être évaluée comme une énergie libre par unité d'aire (J/m^2) ou une force par unité de longueur (N/m) [83]. Un liquide va mouiller une surface solide et bien se répartir sur celle-ci, si l'énergie de surface du solide est inférieure à celle du liquide (voir équation (3-3)).

Il existe plusieurs techniques de mesure de la tension de surface. Par exemple, Liggieri et al. [84] proposent une nouvelle méthode pour déterminer la tension de surface dynamique entre deux liquides non miscibles à partir d'une mesure de la pression capillaire. Cependant les techniques les plus répandues restent celles dites de l'anneau de Du Nouy et de la plaque de Wilhelmy. Dans ces méthodes, une plaque ou un anneau de géométrie connue sont immergées dans un liquide, puis retirées en mesurant la force exercée jusqu'au détachement du ménisque. Le principe de la mesure est décrit à la Figure 4-1a. La Figure 4-1b montre le tensiomètre K14 de Krüss et la plaque de Wilhelmy en platine-iridium de périmètre mouillé connu qui a été utilisée pour évaluer la tension de surface. La vitesse de mesure a été fixée à 3 mm/min afin de minimiser les effets visqueux et inertiels et rester proche de la plage des vitesses d'écoulement capillaire. Les mesures de tensiométrie pour les liquides ont été effectuées à Université Laval (Faculté de foresterie, de géographie et de géomatique). Les résultats sont donnés dans le Tableau 4-1.

L'angle de contact θ tend vers zéro lorsque l'étirement augmente. Il atteint la valeur de 0° au point où la force est maximale. La tension de surface γ_{lg} (N/m) est déterminée par l'équation :

$$\gamma_{lg} = \frac{F}{P_w \cdot \cos \theta} \quad (4-1)$$

où F est la force exercée sur la balance, P_w est le périmètre mouillé et θ l'angle de contact.

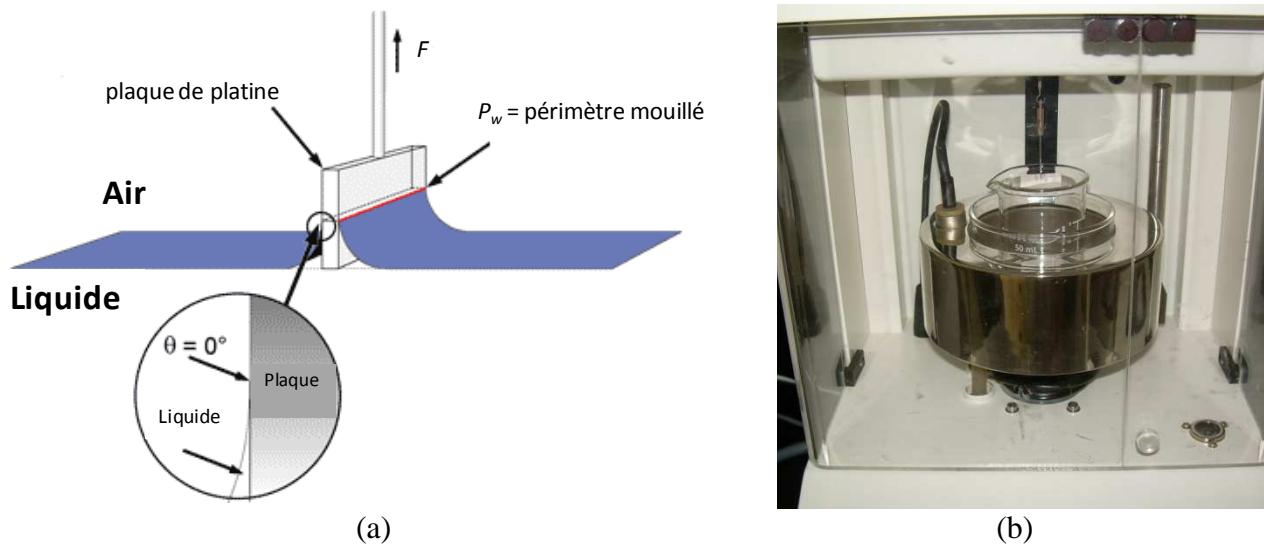


Figure 4-1 : Mesure de la tension de surface : (a) schéma descriptif de la méthode de la lame; (b) tensiomètre K14 de *Kriess* [85].

4.1.2 Angle de contact

Pour optimiser les propriétés mécaniques du composite, la résine doit mouiller les fibres individuelles et former avec elles une liaison interfaciale forte. Cela est particulièrement important lorsque le taux de fibres est élevé et que l'imprégnation des fibres est gouvernée par la capillarité [30]. L'angle de contact fournit une indication utile sur le degré de mouillabilité des fibres. Les angles de contact décrivent la forme d'une gouttelette liquide en contact avec un solide. Un faible angle de contact (proche de 0°) implique une bonne mouillabilité dans les fibres par la résine, alors qu'un fort angle de contact (supérieur à 90°) est le signe d'un mauvais mouillage. La Figure 4-2 montre l'angle de contact θ_c de différents liquides sur une surface identique.

La valeur de l'angle d'un contact peut être déterminée par un goniomètre tel qu'illustré schématiquement sur la Figure 4-3a. C'est une technique directe de mesure qui consiste à déposer une goutte d'un liquide sur la surface plane d'un corps solide. Normalement, la goutte de liquide est de l'eau ultra-pure qui est déposée à l'aide d'une seringue sur la surface de l'échantillon à analyser. La mesure de l'angle se fait à partir d'images capturées par un PC via une caméra (voir

Figure 4-3b). Un logiciel permet de numériser le contour de la goutte par traitement d'image, puis l'angle de contact est évalué par des méthodes d'interpolation (polynôme ou arcs de cercles).

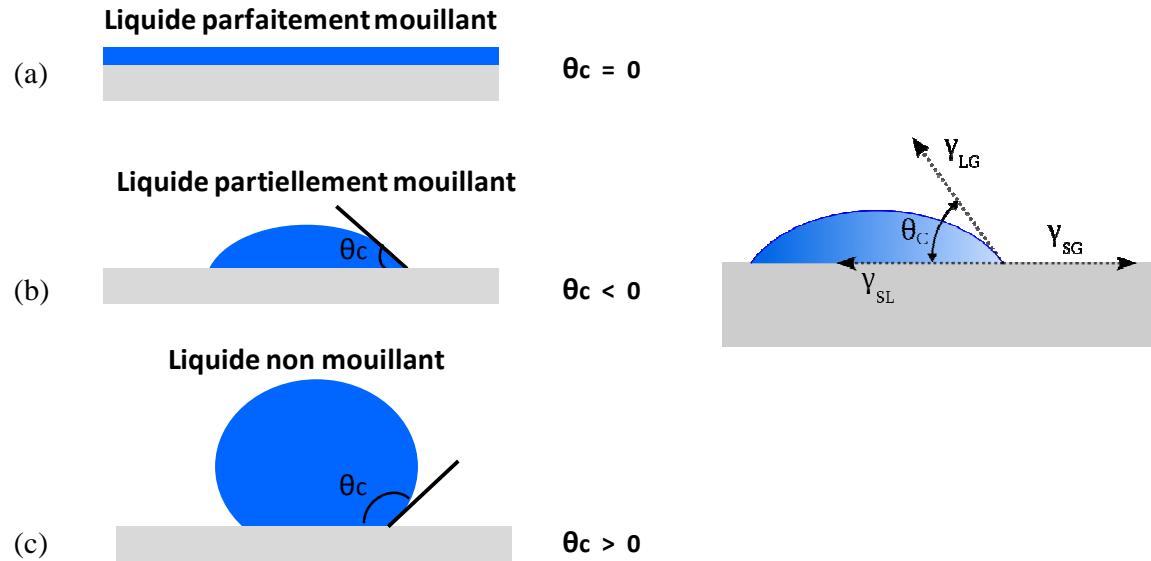


Figure 4-2 : Influence de la mouillabilité d'une surface sur l'angle de contact θ_c : (a) liquide parfaitement mouillant; (b) liquide partiellement mouillant; (c) liquide non mouillant.

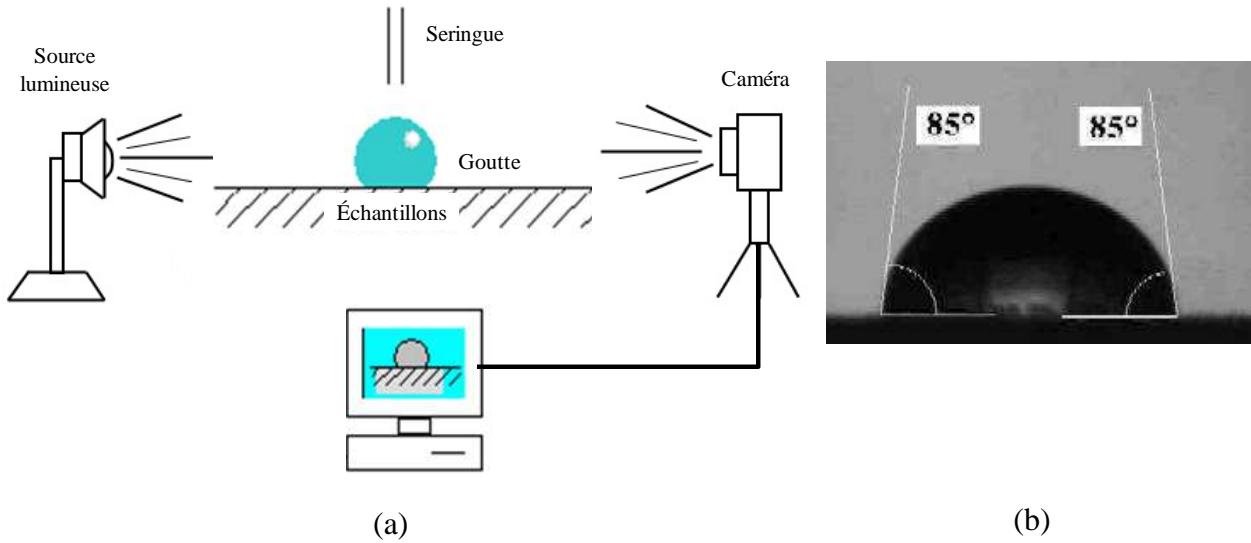


Figure 4-3 : Mesure de l'angle de contact statique : (a) goniomètre; (b) image prise par le goniomètre.

Le tensiomètre permet également de mesurer l'angle de contact dynamique et le périmètre mouillé sur les fibres de verre (voir Figure 4-1). Le tensiomètre a été préféré à la mesure goniométrique optique, parce que la surface courbée des fibres rend plus difficile l'évaluation de l'angle de contact dynamique par une méthode optique. L'angle de contact dynamique pour les trois liquides a été mesuré à Université Laval (Faculté de foresterie, de géographie et de géomantique) et les résultats sont donnés dans le Tableau 4-1.

Enfin, pour des fins de comparaison, une analyse de l'angle de contact statique entre une surface de référence en verre et l'hexadécane a également été réalisée avec un goniomètre optique LNR-100 de Ramé Hart à Polytechnique de Montréal (Département de génie physique; Laboratoire de surfaces (ESCALAB)) tel qu'illustre la Figure 4-4. Les résultats sur les angles de contact dynamique et statique sont donnés dans le Tableau 4-1.

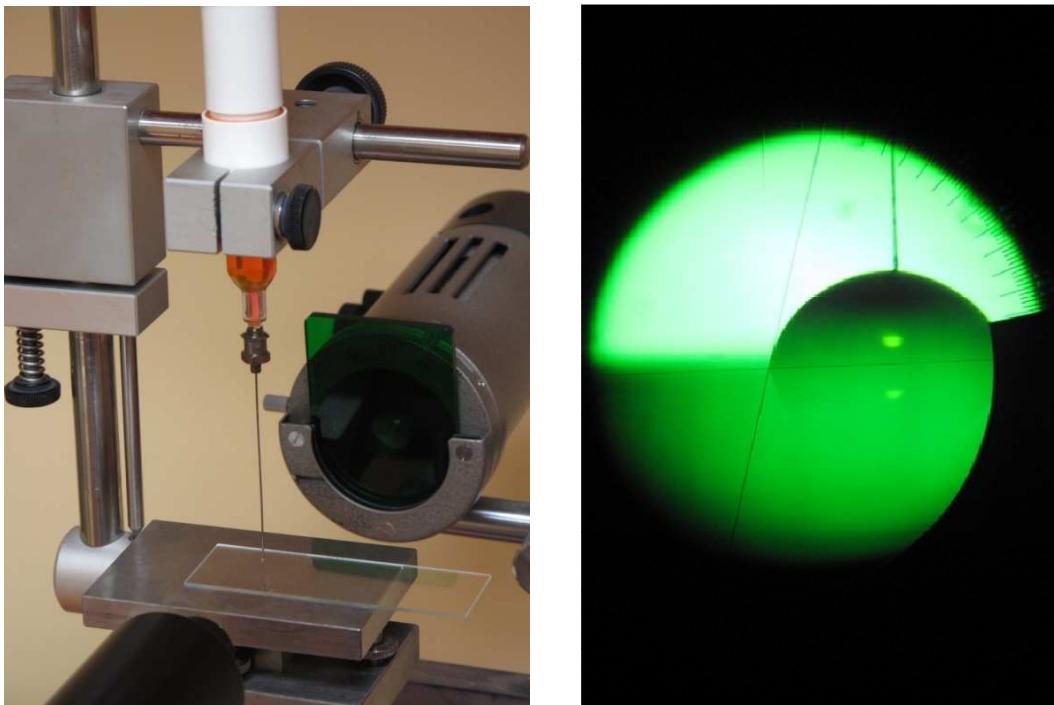


Figure 4-4 : Mesurer de l'angle de contact statique avec le goniomètre optique LNR-100 de *Ramé Hart*.

4.1.3 Viscosité

La viscosité de la résine est une propriété importante, qui joue un rôle critique sur la performance des procédés LCM. Chaque substance liquide oppose une résistance si on essaie de la déformer. Cette résistance résulte des changements dans l'arrangement des molécules du liquide. Il existe plusieurs méthodes de mesure de la viscosité, mais la plus répandue est le viscosimètre de Couette. Un liquide de viscosité μ est placé entre deux cylindres coaxiaux verticaux (Figure 4-5a). Le cylindre extérieur (rayon R_2) est en général fixe, tandis que le cylindre intérieur (rayon R_1) est mis en rotation avec une vitesse constante imposée Ω . La contrainte de cisaillement est définie par :

$$\tau' = F/S \quad (4-2)$$

où F (N) est la force engendrée par le mouvement rotatif du cylindre et S (m^2) la surface de fluide mis en mouvement. Le taux de cisaillement $\dot{\gamma}$ est défini par :

$$\dot{\gamma} = \frac{d\Omega}{dR} \quad (4-3)$$

La relation entre la contrainte et le taux de cisaillement est une relation linéaire pour les fluides visqueux. Le coefficient de proportionnalité est la viscosité dynamique μ du fluide :

$$\tau' = \mu \frac{d\Omega}{dR} = \mu \dot{\gamma} \quad (4-4)$$

La viscosité peut être calculée de façon inverse en imposant une contrainte τ' et en mesurant la vitesse de rotation Ω . La viscosité dynamique a été mesurée avec une géométrie de Couette double, à un taux de cisaillement constant de 10 s^{-1} . La Figure 4-5b montre le rhéomètre MCR-501 d'Anton Paar à Polytechnique utilisé pour mesurer la viscosité des liquides d'infiltration (héxadécane, vinylester et époxy). Les résultats sont donnés dans le Tableau 4-1.

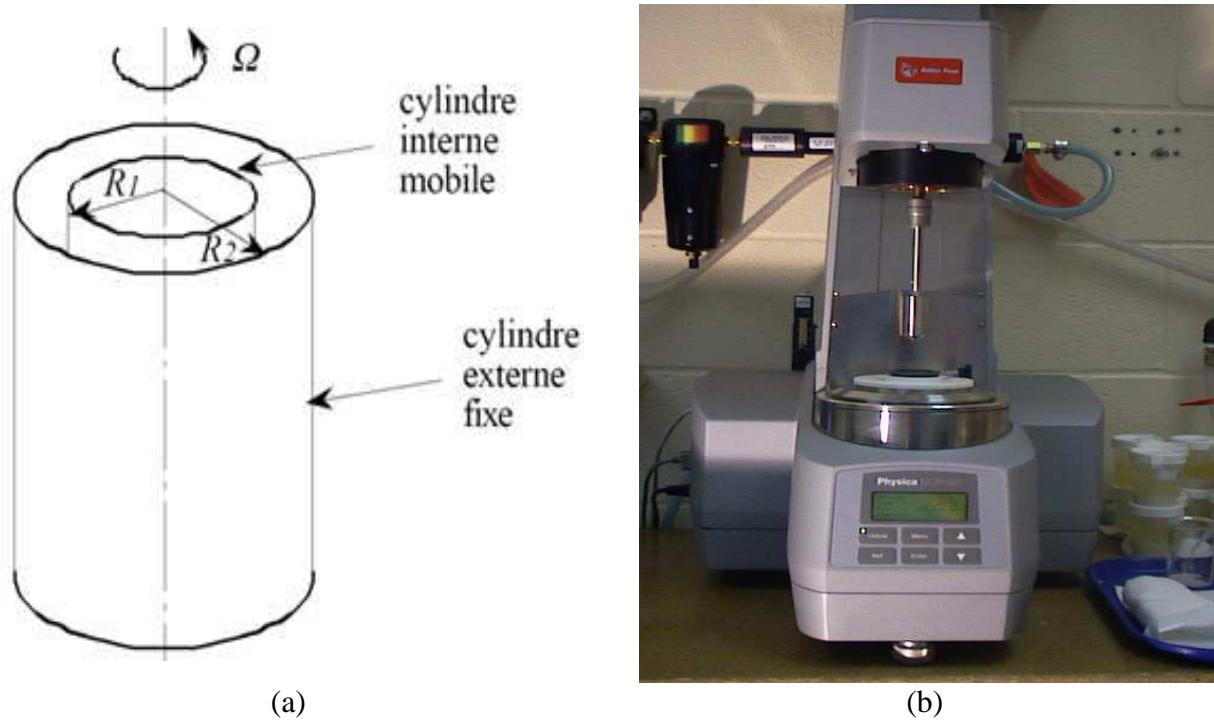


Figure 4-5 : Mesure de viscosité : (a) principe du viscosimètre de Couette; (b) rhéomètre MCR501 d'Anton-Paar [86].

La viscosité est déterminée en mesurant la résistance en torsion du liquide à un taux de cisaillement prédéterminé, qui peut être ajusté par la vitesse du moteur, ou en augmentant ou diminuant le diamètre de l'agitateur. En général, la viscosité est fonction de la pression, de la température, du degré de cuisson et du taux de cisaillement. Comme la vitesse et la pression de la résine dans un écoulement sont calculées en résolvant l'équation du mouvement qui contient la viscosité, la vitesse et la pression dépendent de la viscosité [3]. La viscosité intervient dans le calcul de la vitesse optimale du front de résine dans les procédés LCM.

4.1.4 Résultats de caractérisation des liquides

L'hexadécane est choisie pour les essais de montée capillaire afin de démontrer la robustesse et la fiabilité du montage pour la mèche et le renfort dans les sens chaîne et trame. En revanche, les résines thermodurcissables sont choisies seulement pour les essais sur le renfort dans le sens trame afin de trouver une relation entre les vides macroscopiques et le nombre capillaire modifié. Les résultats de la caractérisation des liquides sont détaillés dans le Tableau 4-1.

Tableau 4-1 Propriétés des liquides d'infiltration¹

Liquides	Propriétés des fluides			Propriétés d'interfaces	
	densité (kg/m ³)	viscosité dynamique (mPa·s)	tension de surface (mN/m)	angle de contact dynamique (degré)	angle de contact statique (degré)
hexadecane 99% pure	767.1948 ± 0.0004	3.51 ± 0.01	27.50 ± 0.03	~ 0	~ 0
résine vinylester <i>Derakane®</i> 411-350	1045.4804 ± 0.0004	478.8 ± 0.4	34.34 ± 0.04	~ 0	44 ± 2 ² 40.8 ± 0.2 ³
résine epoxy <i>D.E.R. 383</i> avec 80 PHR MTHP-A	1170.9008 ± 0.0004	895.6 ± 0.8	44.80 ± 0.06	50 ± 10	32.4 ± 0.7 ² 30.5 ± 0.2 ³

4.2 Caractérisation des renforts

Un renfort bidirectionnel non tissé (NCF, « *Non Crimp Fabric* ») est utilisé dans cette étude (voir Figure 4-6a). C'est un renfort de la compagnie JB Martin (TG15N60A) en fibres de verre cousues ensemble par des filaments de polyester. Les filaments de polyester retiennent les fils de verre sans torsion tel qu'illustré à la Figure 4-6b. C'est un renfort non équilibré avec 45% de filaments en volume dans le sens chaîne et 55% dans le sens trame. Le renfort se compose de deux couches dans le sens trame et d'une couche dans le sens chaîne.

¹ Toutes les propriétés ont été caractérisées à température ambiante (22.5 ± 2.5 °C) avec une humidité relative (RH) de 22 ± 5%.

² L'angle de contact statique a été mesuré avec le goniomètre optique *LNR-100* de Ramé-Hart.

³ La mesure des angles de contact sur une mèche dans le sens chaîne ont été réalisées avec un tensiomètre.

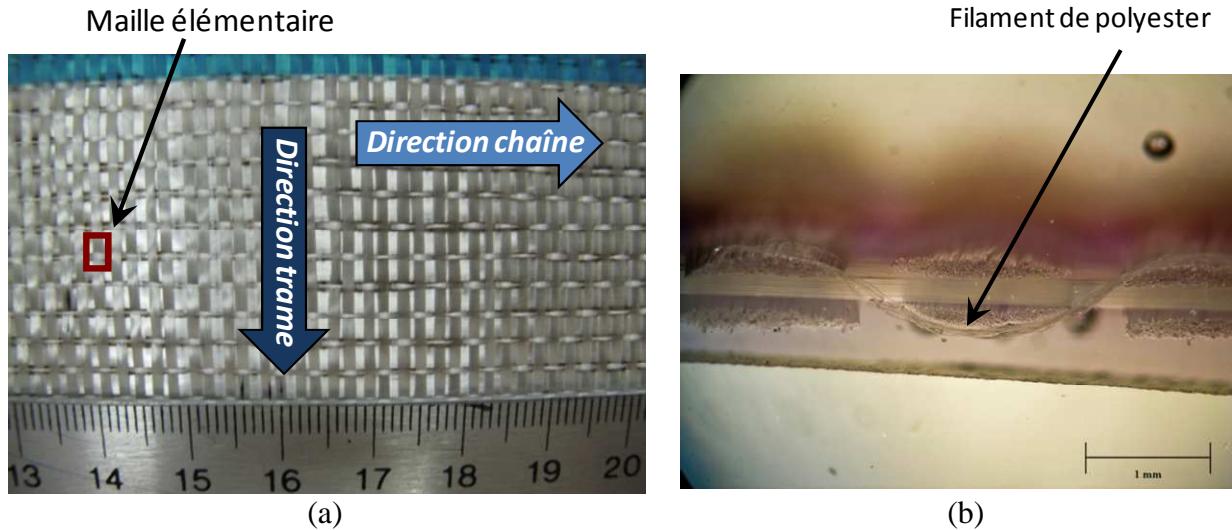


Figure 4-6 : Photos du renfort de verre E de type NCF (non tissé) TG15N60A de JB Martin : (a) image du renfort dans les directions chaîne et trame; (b) image microscopique du renfort dans le sens trame photographiée avec un microscope binoculaire.

L’analyse d’images microscopiques est utilisée pour étudier la morphologie et les propriétés topologiques du renfort fibreux comme le nombre de mèches N_{tows} , la distance moyenne L_c entre les centres des mèches, la largeur w_{gap} entre les mèches (macropores) et le diamètre hydraulique équivalent des micropores et des macropores dans les deux directions principales de renfort. Les échantillons ont été analysés avec un microscope électronique à balayage (MEB), un microscope optique de Nikon et un microscope binoculaire Olympus SZ61. La porosité des mèches, le nombre et le diamètre des filaments des mèches ont également été analysés à partir d’images tel qu’illustré sur la Figure 4-7.

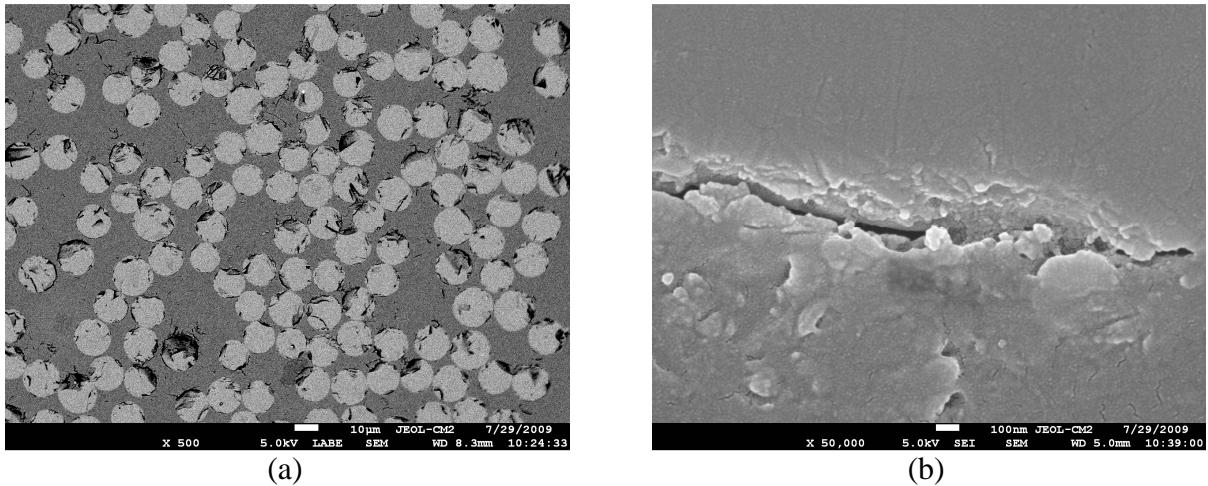


Figure 4-7 : Analyse d'image microscopique d'une mèche dans le sens chaîne : (a) image d'une chaîne prise avec un microscope électronique à balayage (MEB); (b) image d'un filament prise avec un MEB montrant l'interface résine-fibres.

4.2.1 Taux de fibres des mèches

Le taux de fibres des mèches peut être évalué à partir d'une expérience de montée capillaire. À la fin de l'expérience, le liquide remplit tout l'espace entre les filaments (micropores) et donc la masse totale mesurée par la balance est celle de la mèche sèche plus la masse du liquide m_{fluid} absorbé par les micropores. Le volume occupé par le liquide dans la mèche peut être évalué à partir de la densité du liquide ρ_{fluid} . Selon l'approche suivie par Sénécot [23], la porosité ϕ_{tow} (%) ou le taux de fibres V_f^{tow} (%) d'une mèche peuvent être évalués par la relation suivante :

$$1 - V_f^{tow} = \phi_{tow} \approx \frac{m_{fluid} / \rho_{fluid}}{(m_{tow} / \rho_{glass}) + (m_{fluid} / \rho_{fluid})} \quad (4-5)$$

où m_{tow} (%) est la masse des fibres de la mèche sèche et ρ_{glass} ($\text{kg} \cdot \text{m}^{-3}$) est la masse volumique du verre. Noter que la masse mesurée par la balance contient celle du liquide absorbé plus la masse due au ménisque existant sur la mèche lorsqu'elle est en contact avec liquide [87]. Par conséquent, la masse du ménisque doit être soustraite de la masse totale mesurée par la balance. La masse du ménisque peut être évaluée par la relation :

$$m_{meniscus} = \frac{F_{meniscus}}{g} = \frac{P_w \gamma_{lg} \cos \theta}{g} \quad (4-6)$$

où P_w (m) est le périmètre mouillé de la mèche, θ l'angle de contact et γ_{lg} (N/m) la tension superficielle liquide-vapeur.

4.2.2 Taux de fibres et densité massique du renfort

Dans cette section, la densité massique du renfort ρ_s , la porosité globale ϕ_{REV} , le taux de fibres V_f^{REV} du renfort et sa densité surfacique ρ_{fabric} sont évalués par différentes méthodes. Les données de caractérisation sont présentées dans le Tableau 4-2 et le Tableau 4-3. Toutes les mesures ont été réalisées à température ambiante ($22,5 \pm 2,5$ °C) avec une humidité relative (HR) de $22 \pm 5\%$. D'abord, la surface des échantillons du renfort fibreux est scannée avec le scanner CanoScan 4400F de Canon. Noter qu'un ruban bleu est collé sur le renfort pour faciliter sa découpe et éviter que les mèches ne se détachent. Ensuite, la surface totale de l'échantillon est évaluée au moyen d'un algorithme de détection de frontière de MATLAB (Figure 4-8). Le procédé de détection a été calibré a priori avec précision au moyen d'un échantillon de référence de surface connue.

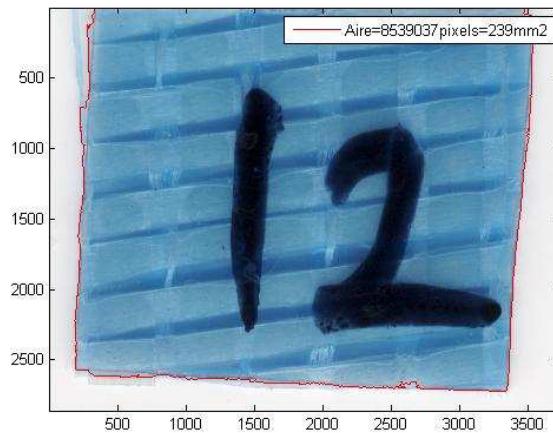


Figure 4-8 Détection de la surface précise de l'échantillon au moyen d'un algorithme de détection de MATLAB.

Dans une seconde étape, la masse de l'échantillon est mesurée dans l'air avec la balance CP225D Sartorius de résolution 10 µg. Le volume des fibres des échantillons est mesuré par le principe de poussée d'Archimède avec le kit de densité YDK01 de la balance Sartorius lorsque le spécimen est immergé dans un liquide totalement mouillant et non volatil de densité connue (hexadécane pur). Toutes ces propriétés macroscopiques du renfort fibreux ont été caractérisées à partir de 25 échantillons en forme de disques plus grands que la taille du Volume Élémentaire Représentatif (VER) du renfort. Le VER correspond au plus petit volume du matériau représentatif du comportement macroscopique du milieu [88].

4.2.3 Résultats de caractérisation du renfort

La caractérisation du renfort constitue une étape importante car l'architecture du tissu et le taux de fibres ont un impact direct sur la vitesse optimale. Pour cela, la porosité du renfort et la fraction massique de polyester dans le renfort sont tracés sur la Figure 4-9 en fonction de l'aire de l'échantillon afin de déterminer le VER du renfort. Les valeurs moyennes de la fraction de masse de polyester et de la porosité globale restent constantes dans des intervalles de confiance de 95% pour les échantillons dont l'aire est plus grande que 225 mm². Ceci montre que les propriétés du renfort ne changent pas au-delà de cette valeur, qui représente donc le Volume Élémentaire Représentatif (VER) de ce matériau. Par conséquent, le moule utilisé pour les essais doit avoir au moins 15 mm de largeur pour permettre une caractérisation complète de ce type de renfort.

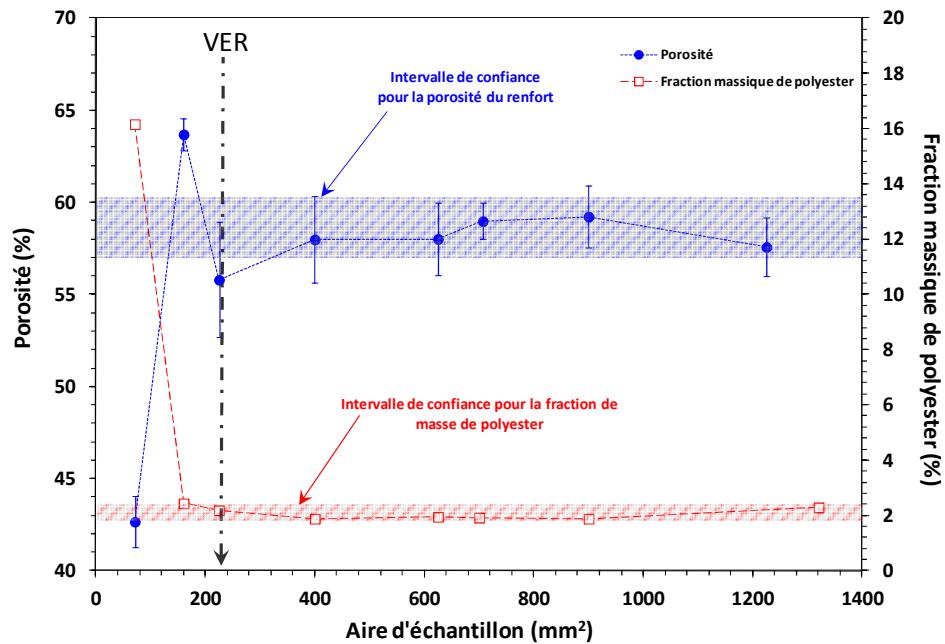


Figure 4-9 : Détermination du Volume Élémentaire Représentatif (VER).

Ces caractérisations sont détaillées dans le Tableau 4-2 pour les mèches. Les résultats de caractérisation du renfort comme le taux volumique de fibres, la fraction massique de polyester sont présentés dans ce tableau. Les valeurs obtenues par analyse d'image microscopique dans les sections transversales des mèches dans le sens chaîne et trame sont compatibles avec les résultats de caractérisation par imbibition des mèches. Dans le Tableau 4-2 et le Tableau 4-3, les résultats obtenus à partir de l'imbibition des mèches ou des informations du fournisseur du renfort sont indiqués entre parenthèses.

Tableau 4-2 Propriétés des mèches du renfort non tissé TG15N60A de JB Martin

	Propriétés ⁴	Valeurs ⁵	Unité
Mèche globale	Densité de verre ρ_{glass}	2.57 ± 0.06 (2.6)	g/cm^3
	Température de dégradation de l'ensimage des fibres T_{sizing}	245	$^\circ\text{C}$
Direction chaîne	Diamètre des filaments d_f	14.9 ± 0.1 (15)	μm
	Nombre de filaments par mèche N_f	1660 ± 60 (1600)	—
	Aire totale de la section de mèche A_{tow}	0.54 ± 0.03 (0.52 ± 0.02) $2.20 \pm 0.02 \times 0.32 \pm 0.01$	mm^2
	Porosité microscopique ϕ^{warp}	49 ± 8 (45 ± 2)	%
	Diamètre hydraulique D_h^m	12 ± 2 ; $8.76 \text{ à } 16.04$ (12 ± 1)	μm
	Nombre capillaire modifié optimale Ca_{opt}^*	2.4 ± 0.8 (1.8 ± 0.1)	$\times 10^{-3}$
Direction trame	Diamètre des filaments d_f	13.1 ± 0.2 (13)	μm
	Nombre de filaments par mèche N_f	780 ± 40 (800)	—
	Aire totale de la section de mèche A_{tow}	0.178 ± 0.009 (0.186 ± 0.009) $1.347 \pm 0.007 \times 0.168 \pm 0.007$	mm^2
	Porosité microscopique ϕ^{weft}	50 ± 10 (44 ± 4)	%
	Diamètre hydraulique D_h^m	12 ± 2 ; $8.76 \text{ à } 16.04$ (10 ± 2)	μm
	Nombre capillaire modifié optimal Ca_{opt}^*	1.2 ± 0.5 (0.9 ± 0.1)	$\times 10^{-3}$

⁴ Toutes les caractérisations sont réalisées à température ambiante ($22.5 \pm 2.5^\circ\text{C}$) avec une humidité relative de $22 \pm 5\%$.

⁵ Les valeurs théoriques obtenues à partir des résultats d'imbibition de la mèche et des informations du fournisseur du renfort sont données entre parenthèses dans le Tableau 4-2.

Tableau 4-3 Propriétés du renfort non tissé TG15N60A de JB Martin

	Propriétés	Valeurs	Unité
Renfort global	Densité du renfort ρ_{fabric}	2.54 ± 0.03	g/cm³
	Fraction massique du polyester $R_{polyester}$	1.72 ± 0.03	%
	Température de dégradation du polyester $T_{polyester}$	385	°C
	Épaisseur t_{fabric}	0.543 ± 0.004 ⁶ 0.614 ± 0.003 ⁷	mm
	Densité surfacique ρ_s	517 ± 6 (518) ⁸	g/m²
	Taux volumique de fibres V_f^{REV}	37.7 ± 0.7 ¹ 33.1 ± 0.6 ²	%
	Rapport du volume total de micropores sur le volume du VER R_{REV}^m	46 ± 7 ¹ 38 ± 6 ²	%
Chaîne	Nombre de mèches N_{tows}	3.07 (3.1)	mèche/cm
	Longueur caractéristique L_c	1.94 (1.92)	mm
	Distance entre les mèches w_{gap}	1.08 ± 0.03	mm
	Diamètre hydraulique de macropores D_h^M	490 ± 30	μm
Trame	Nombre de mèches N_{tows}	10.31 (10.4)	mèche/cm
	Longueur caractéristique L_c	3.26 (3.23)	mm
	Distance entre les mèches w_{gap}	0.61 ± 0.02	mm
	Diamètre hydraulique des macropores D_h^M	260 ± 30	μm
Liant	Densité linéaire $tex_{polyester}$	(17)	g/1000m
	Nombre de filaments par mèche N_f	(36)	—
	Densité de polyester $\rho_{polyester}$	1.61 ± 0.02	g/cm³

⁶ Conformément à la norme ASTM D1777-96 (2007) (option 4; la pression appliquée 18.9 ± 0.7 kPa); compacté.⁷ Conformément à la norme ASTM D1777-96 (2007) (option 1; la pression appliquée 4.14 ± 0.21 kPa); non compacté.⁸ Les valeurs obtenues à partir d'analyses de la masse de liquide absorbée et des informations du fournisseur du renfort sont données entre parenthèses dans le Tableau 4-3.

CHAPITRE 5 ALGORITHMES ET RÉSULTATS DE TRAITEMENT D'IMAGES

L'évolution du front capillaire a été suivie avec un appareil photo numérique. Les photos sont enregistrées sur l'ordinateur. Un algorithme numérique doit être utilisé pour détecter la hauteur capillaire sur chaque photo. Ceci constitue une étape importante, car la hauteur capillaire au cours du temps détermine le facteur B_h (équation (3-28)), qui permet de caractériser la vitesse d'imprégnation optimale. Pour cela, un algorithme numérique reproductible et fiable doit être mis en œuvre pour analyser les images. La première partie de ce chapitre porte sur l'algorithme de détection du front capillaire. La dernière section est consacrée à un autre algorithme numérique utilisé pour déterminer le taux des vides macroscopiques et construire un modèle de saturation en fonction de nombre capillaire modifié.

5.1 Objectifs du travail numérique

Il existe plusieurs algorithmes pour détecter les frontières d'un objet dans MATLAB, mais les images de la montée capillaire se sont avérées demander un traitement spécial. Le bruit dû à l'appareil photo, le faible contraste entre le renfort et le front du liquide de filtration et les réflexions du liquide sur le renfort sont les trois principales sources d'erreur constatées dans la détection du front capillaire avec les algorithmes existant dans MATLAB. La Figure 5-1 montre les résultats de quatre algorithmes utilisés pour traiter une même image typique de montée capillaire. Il s'agit des algorithmes Canny, Prewitt, Roberts et Sobel de la fonction Edge de MATLAB qui donne les frontières d'un objet dans une image en niveaux de gris. Les fronts détectés par ces algorithmes ne sont pas réalistes tel qu'illustré sur la Figure 5-1. Malgré des ajustements de paramètres dans la fonction Edge, les résultats n'ont pas changé. Cela montre la faiblesse des algorithmes prédéfinis dans les logiciels de calcul numérique pour certaines applications complexes. C'est pourquoi le développement d'un nouvel algorithme fut nécessaire pour compléter l'étude des phénomènes capillaires dans un renfort à double échelle de porosité.

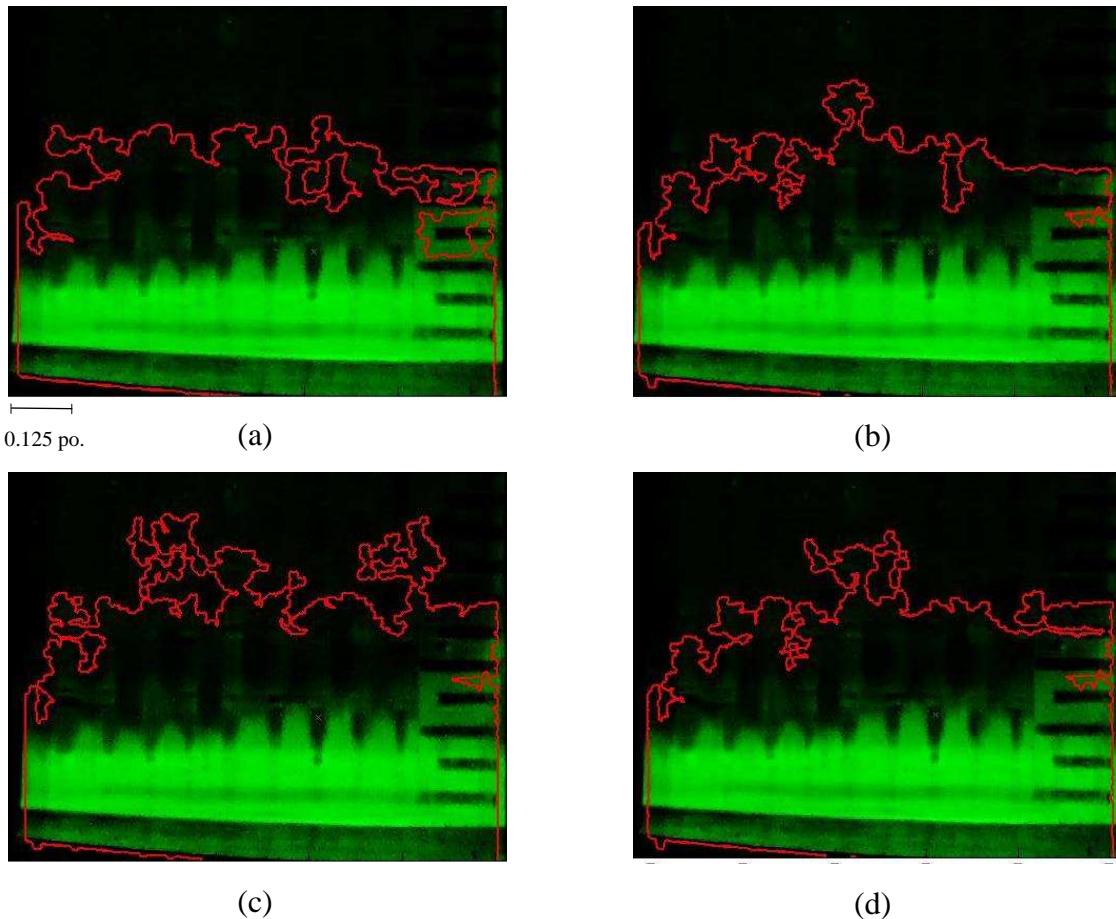


Figure 5-1 : Algorithmes existants pour détecter le front capillaire dans MATLAB : (a) Canny; (b) Prewitt; (c) Roberts; (d) Sobel.

La nouvelle approche créée pour détecter le front capillaire dans les mèches et les renforts repose sur des algorithmes robustes et des filtres de détection.

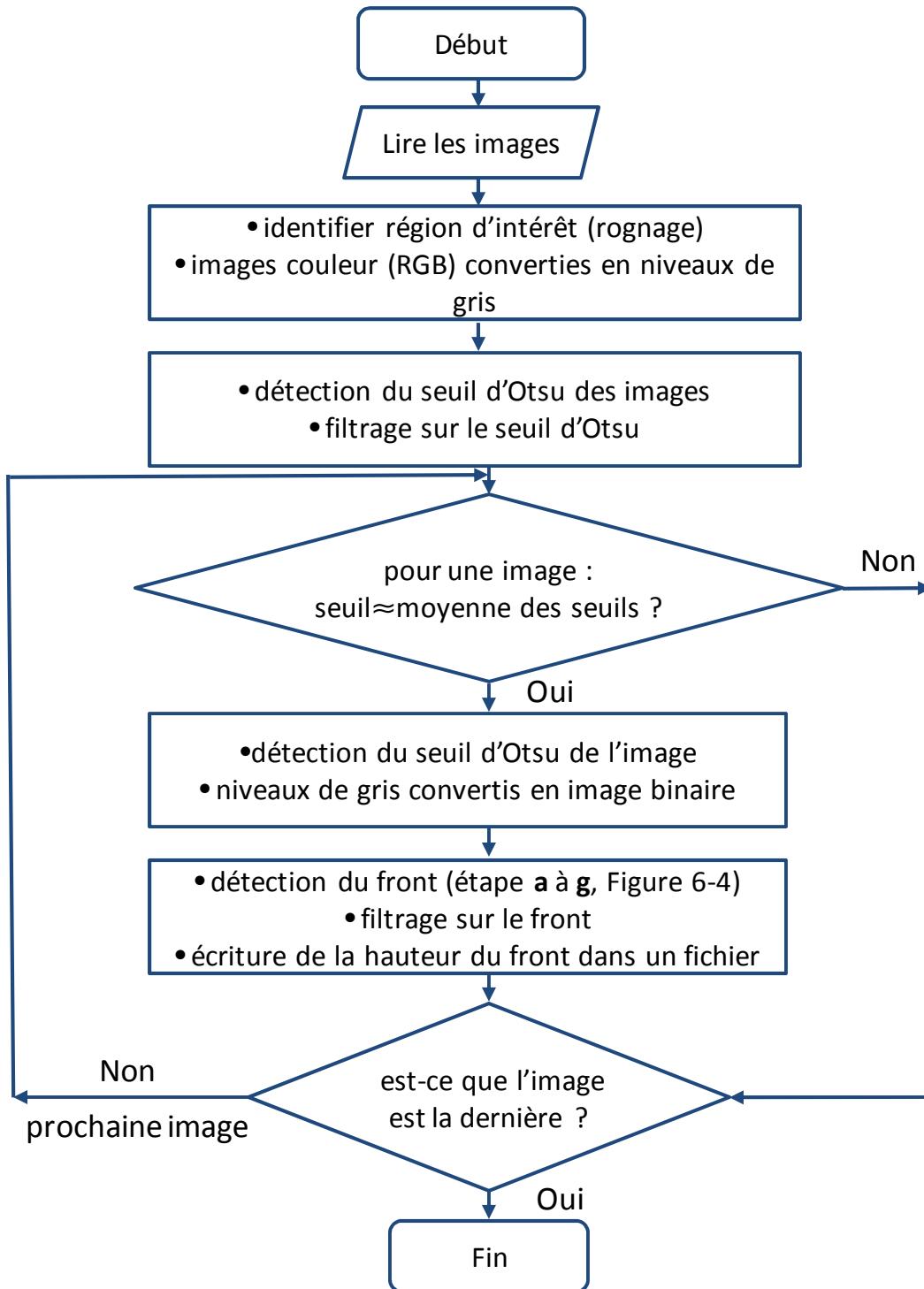


Figure 5-2 : Organigramme de programmation (« *Flowchart* ») de l'algorithme de traitement d'image

Cet algorithme numérique est conçu avec le logiciel MATLAB et comprend les quatre étapes suivantes pour traiter les images des mèches et des renforts :

- 1) Identifier des régions d'intérêt dans chaque image de manière à accélérer la détermination de la position du front d'écoulement.
- 2) Convertir la couleur fluorescente en niveaux de gris avec l'algorithme Teinte-Saturation-Intensité (« *Hue-Saturation-Intensity (HIS) algorithm* »).
- 3) Convertir l'image en niveaux de gris en format binaire en utilisant l'algorithme de seuil d'Otsu [89] afin d'assurer la détection du front capillaire.
- 4) Modifier la filtration des frontières sur les images binaires afin d'éliminer les pixels bruités. Le front est identifié à partir des pixels retirés sur chaque colonne de pixels jusqu'à la hauteur maximale.

Chacune de ces étapes est divisée en plusieurs sections, qui sont détaillées dans la suite et illustrées dans l'organigramme de programmation (« *Flowchart* ») de l'algorithme de traitement d'image (voir Figure 5-2). Des exemples de traitements d'images sont donnés pour la mèche et le renfort. La nouvelle approche est comparée avec les algorithmes de détection des frontières existants dans logiciel MATLAB afin d'illustrer sa performance.

5.2 Traitement d'image pour détecter la hauteur capillaire

Les quatre étapes mentionnées précédemment sont divisées en plusieurs opérations. La première consiste à effectuer une soustraction des images consécutives. Le résultat (images en couleur) a été converti en niveaux de gris en éliminant les informations de teinte et la saturation tout en conservant la luminosité. Le but de la soustraction des images est d'éliminer les pixels indésirables qui ne sont pas utiles pour la détection du front. La Figure 5-3a et la Figure 5-3b présentent deux images consécutives. Le traitement d'image avec MATLAB doit être effectué sur une image binaire à partir d'une image en niveaux de gris. C'est pourquoi la soustraction est convertie en niveaux gris comme montré sur la Figure 5-3c. L'opération suivante consiste à convertir l'image en niveaux de gris à l'image binaire. Il s'agit de remplacer tous les pixels de l'image d'entrée avec une luminance supérieure à un certain seuil « *threshold* » par la valeur 1

(blanc), et tous les autres pixels par la valeur 0 (noir). La détermination du niveau approprié pour le seuil est effectuée par l'algorithme de seuil d'Otsu [89].

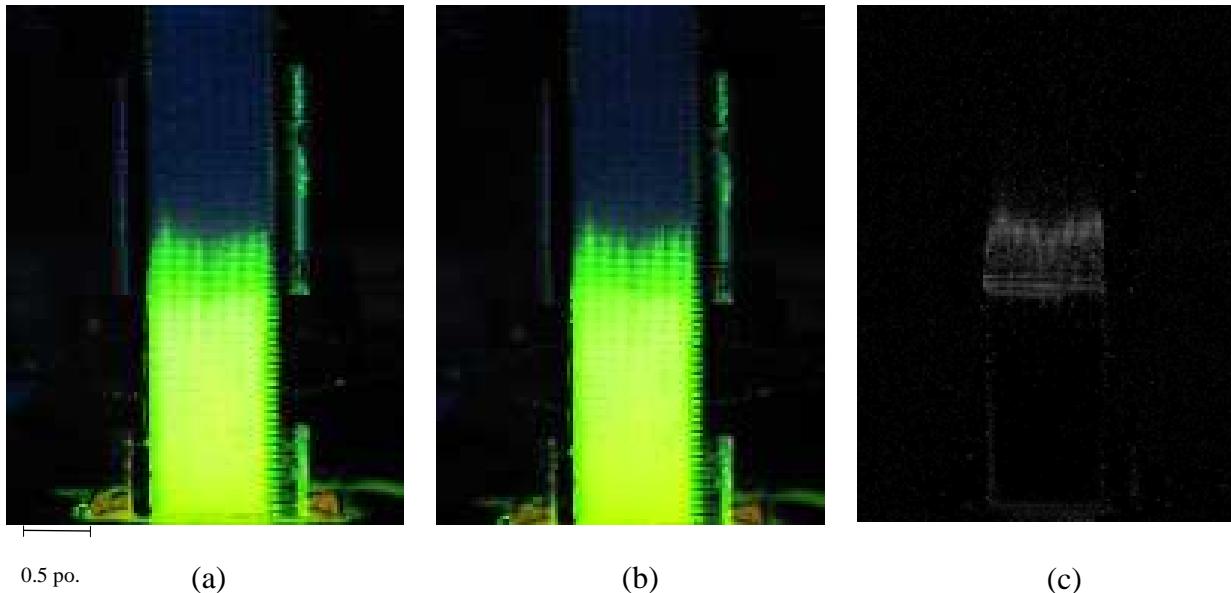


Figure 5-3 : Soustraction de deux images consécutives : (a) première image; (b) deuxième image; (c) soustraction de deux images en niveaux de gris.

Le procédé de seuil d'Otsu suppose qu'une image grise ne contient que deux classes de pixels (c'est-à-dire le premier plan et l'arrière-plan). L'objectif est donc de trouver la valeur du seuil à partir duquel la somme des écarts entre le premier plan et l'arrière-plan est minimale. Pour cela, l'algorithme passe à travers toutes les valeurs de seuil possibles et mesure la dispersion des niveaux des pixels de chaque côté du seuil. La Figure 5-4a illustre l'image convertie en format binaire. Plusieurs opérations doivent être effectuées sur l'image binaire à l'aide d'outils graphiques pour le traitement d'image disponible dans MATLAB comme :

- Binarisation : convertir l'image en niveaux de gris en binaire (voir Figure 5-4a).
- Remplissage : remplir les pixels noirs isolés entourés par des pixels blancs (voir Figure 5-4b).

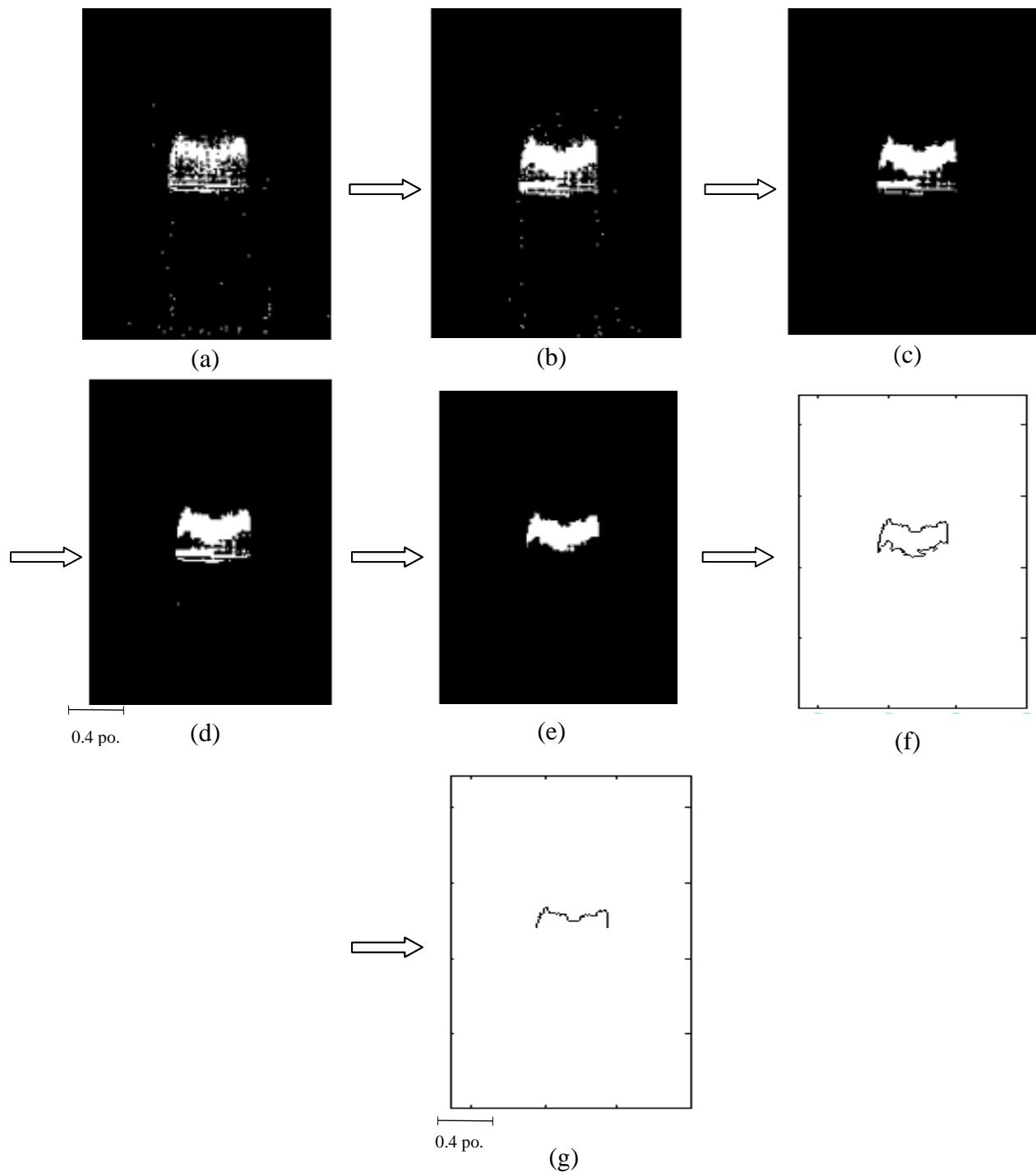


Figure 5-4 : Opérations sur l'image binaire : (a) conversion binaire; (b) remplissage; (c) érosion; (d) dilatation; (e) sélection de la région; (f) détection des frontières; (g) détection du front capillaire.

- c) Érosion : enlever les pixels blancs dans la zone noire tel qu'illustré à la Figure 5-4c. Cette opération est effectuée de façon isotropique et contrôlée sur les zones blanches.
- d) Dilatation : dilater les pixels érodés du front pour qu'ils reviennent à leur place afin de relier les parties du front qui se sont séparées (voir Figure 5-4d). Cette opération garantit également qu'aucun pixel du front n'est supprimé par l'opération d'érosion.
- e) Filtrage des régions : supprimer toutes les régions blanches sur l'image, sauf celles qui contiennent le front de liquide (voir Figure 5-4e).
- f) Détection des frontières : détecter la frontière contenant le front capillaire de cette région va être détectée (voir Figure 5-4f).
- g) Détection du front capillaire : garder les pixels à l'extrémité supérieure des frontières; le front est tracé en prenant uniquement les pixels de hauteur maximale tel qu'illustré à la Figure 5-4g.

Ce programme est capable de traiter jusqu'à 2000 photos avec un ordinateur Pentium 4 (CPU 3.4 GHz; 2.00 GB de RAM). Une image traitée par le nouvel algorithme numérique développé est montrée sur la Figure 5-5. Une bonne détection de front capillaire est obtenue malgré la présence de bruits sur l'image.

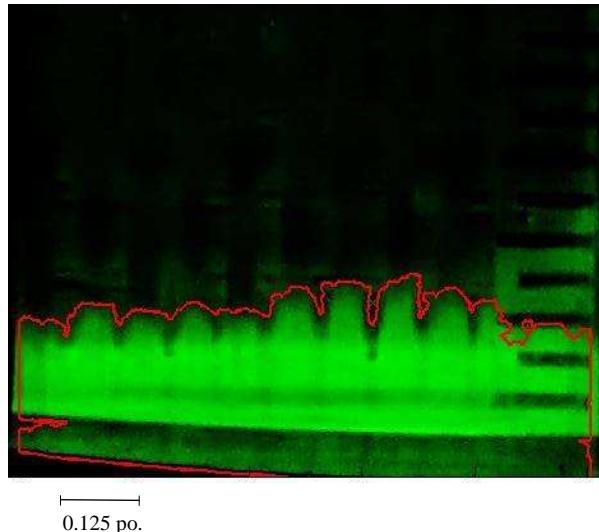


Figure 5-5 : Détection du front capillaire avec l'algorithme numérique développé.

5.2.1 Creation des filtres

Cette strategie de suivi automatise du front capillaire a ete conue pour tre robuste et efficace malgre la luminosite variable des images enregistrees. Deux facteurs contribuent a cette luminosite variable : (1) la vitesse d'obturation (duree d'exposition) variable de la camera semi-automatique; et (2) l'augmentation globale de la luminosite resultant de l'utilisation de liquides fluorescents. Ces deux facteurs causent un probleme pour la detection du front, car ils peuvent changer le seuil d'Otsu, et par consequent ajouter une erreur sur la valeur de la hauteur capillaire. Pour cela, il a fallu adapter l'algorithme a ces problemes en ajoutant deux fonctionnalites.

- **Filtrage sur le seuil d'Otsu**

La duree d'exposition affecte directement le seuil determine par l'algorithme de seuil d'Otsu. Par consequent, la solution consiste a trouver et eliminer les images dont le seuil est different du seuil moyen. Pour cela, le seuil de toutes les images est determine avant de commencer le traitement d'images. Ensuite, une fonctionnalite est ajoutee pour detecter et eliminer les photos qui ont un seuil different de la moyenne des seuils, calculee sur l'ensemble des images.

- **Filtrage sur le front**

L'augmentation de luminosite a cause des pigments fluorescents dans le liquide pose un probleme pour la detection du front car ceci affecte graduellement le seuil, qui est difficile a detecter. Ce phenomene pendant l'experience ajoute des pixels bruyants au fur et a mesure en raison du remplissage des meches transversales comme montre a la Figure 5-6. Pour cela, un filtre doit tre ajoute a l'algorithme de traitement d'image pour supprimer les pixels lumineux des meches transversales sans perturber la detection du front capillaire. Noter qu'il ne s'agit pas d'une reelle suppression mais d'une mise a zero de la valeur des pixels a filtrer.

Une etude numerique combinant deux etapes est effectuee afin de savoir comment appliquer un filtre de maniere optimale pour minimiser l'influence de la luminosite sur la detection du front capillaire. La premiere tape de cette etude est de choisir des criteres a tester pour supprimer les pixels lumineux transversaux. Ce sont le median (la moyenne entre le plus petit et le plus grand pixel du front) et egalement la moyenne de tous les pixels du front capillaire. Ces criteres sont donc le median et la moyenne de coordonnee des pixels suivant l'axe x tel qu'illustre sur la Figure 5-7.

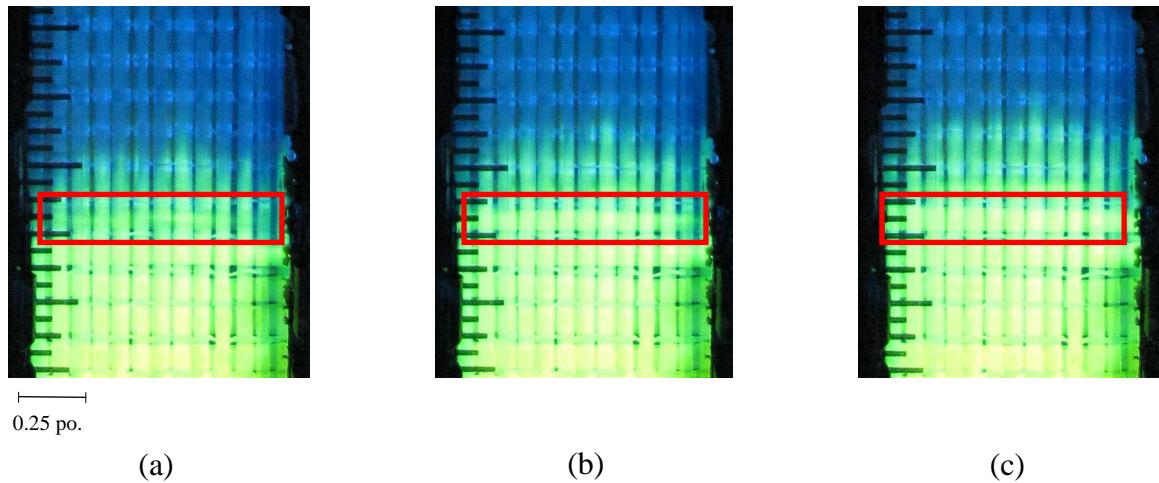


Figure 5-6 : Augmentation de la luminosité suite au remplissage des mèches transversales dans 3 images consécutives.

La deuxième étape pour la création de ce filtre est de choisir l'image pour laquelle les critères de la première étape seront appliqués. Sachant que la suppression de n'importe quel pixel lumineux (mettre à zéro ce pixel) d'une image peut affecter son traitement, par conséquent l'application de ces critères également peut avoir une influence sur la détection du front capillaire. Pour cela, les deux critères choisis dans la première étape seront appliqués sur l'image principale (image instant t sur Figure 5-7) et sur l'image précédente. Par conséquent, quatre filtres différents créés dans cette étude pour trouver le filtre adapté à l'algorithme de traitement d'image sont :

- **Médian_image t** : supprimer tous les pixels inférieurs au médian du front courant.
- **Médian_image $t-1$** : supprimer tous les pixels inférieurs au médian du front précédent.
- **Moyenne_image t** : supprimer tous les pixels inférieurs à la valeur moyenne du front courant.
- **Moyenne_image $t-1$** : supprimer tous les pixels inférieurs à la valeur moyenne du front précédent.

La Figure 5-7 illustre un exemple du critère de la moyenne du front précédent appliqué pour trouver le front d'image t . Il s'agit d'abord de détecter les pixels du front capillaire de l'image $t-1$, puis de calculer la valeur moyenne de ces pixels suivant l'axe x . Par la suite, le filtre supprime tous les pixels d'image t qui sont inférieurs à cette valeur moyenne.

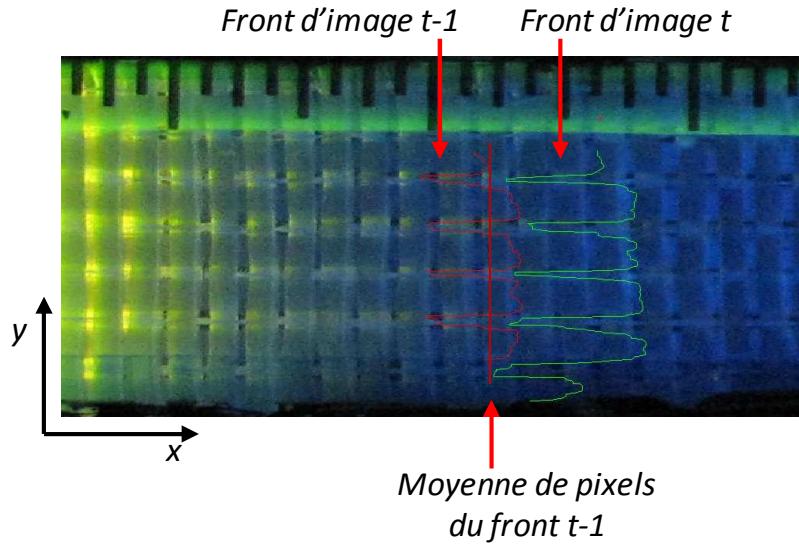


Figure 5-7 : Détection du front d'une image par le filtre moyenne du front précédent d'image traitée (« Moyenne_image t »).

La Figure 5-8 montre la détection de la hauteur de front capillaire au cours de temps par l'algorithme de traitement d'image en appliquant les quatre filtres sur 15 images consécutives prises lors d'un essai de la montée capillaire. Une très forte perturbation de détection de la hauteur capillaire est montrée sur les images prises à l'instant 644, 646, 648 et 649 pour les filtres médiane_image t et moyenne image t . Le filtrage sur ces images est exclu car une progression positive de la hauteur capillaire est attendue dans une expérience de montée capillaire.

En revanche, le filtrage sur le front d'image $t-1$ donne des résultats cohérents (progression positive de la hauteur capillaire) pour les filtres médian et moyenne qui sont superposées. Le choix de médian d'image $t-1$ est également ignoré car le médian dépend que les deux pixels (pixels le plus grand et le plus petit) et si l'un des deux pixels est bruité, le filtre ne sera pas

opérationnel. Par conséquent, le filtre de « moyenne du front d'image $t-1$ » semble judicieux pour intégré dans l'algorithme de traitement d'image.

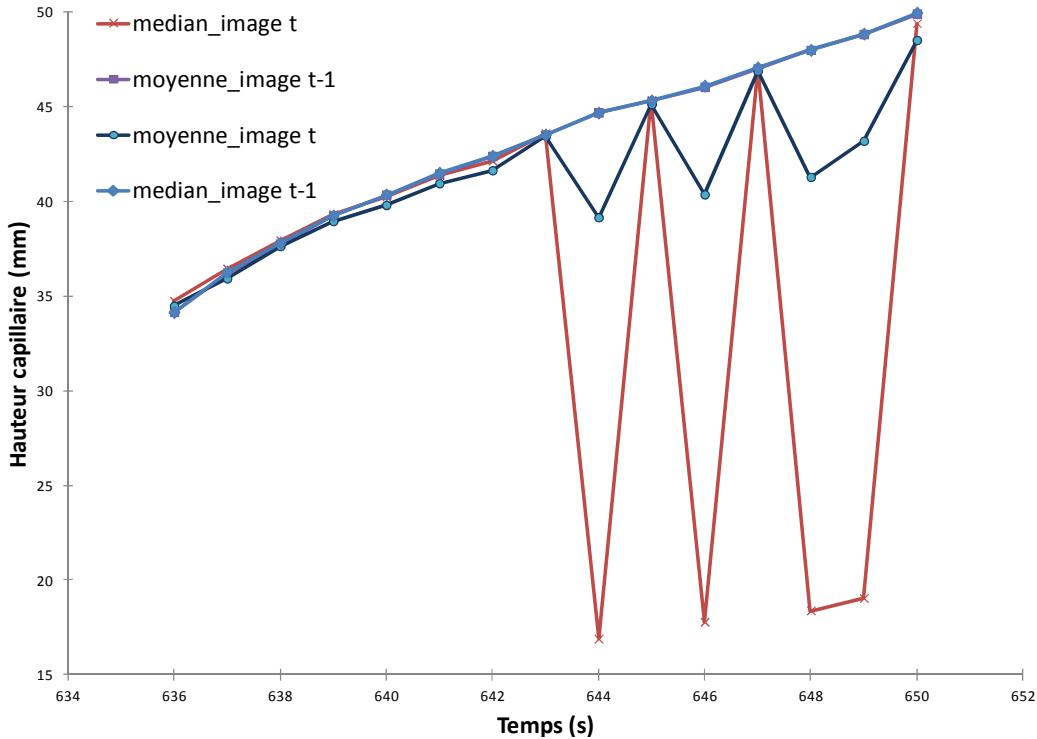


Figure 5-8 : Filtrage du front capillaire pour éliminer l'influence de l'augmentation de la luminosité.

5.2.2 Exemples de résultats pour une mèche et un renfort

La Figure 5-9 illustre le suivi du front sur les images prises pendant une expérience de la montée capillaire d'une mèche dans le sens chaîne avec l'hexadécane. La Figure 5-9a montre une image brute typique enregistrée par le logiciel de contrôle à distance. La Figure 5-9b donne les positions successives du front capillaire évaluées par la fonction de MATLAB fondée sur l'algorithme d'Otsu et le filtrage de la frontière. La détection du front s'effectue jusqu'à la dernière image qui montre le remplissage complet de la mèche. Les positions moyennes du front d'écoulement et les écarts-types ont été calculées à chaque pas de temps à partir de ces images de pixels.

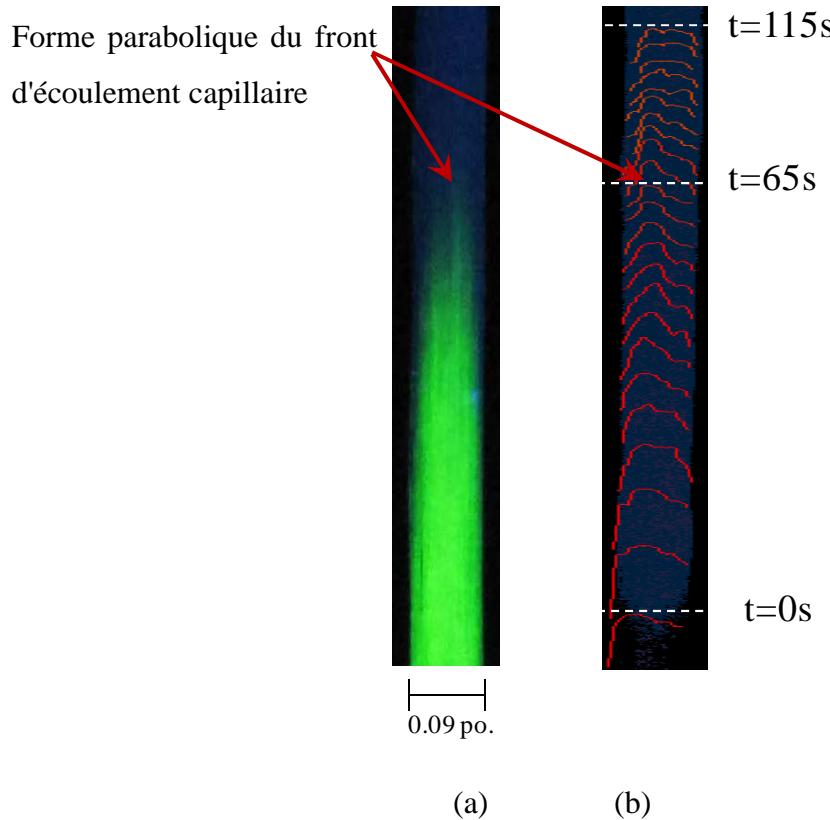


Figure 5-9 : Suivi du front d'écoulement capillaire dans une mèche : (a) avant traitement d'image; (b) après traitement de plusieurs images.

Un écoulement non uniforme a été observé dans les essais à long terme, au cours desquels le front capillaire présente une forme parabolique à l'intérieur des mèches (Figure 5-9b). Noter qu'une variabilité supplémentaire provient de l'hétérogénéité résultant de la manipulation des mèches lors de la mise en œuvre et de l'ensimage des fibres pendant la fabrication du renfort. Ce dernier facteur d'hétérogénéité provient du traitement non uniforme des fibres pendant le traitement dans le bain de collage. En effet, les fibres de chaque mèche ne sont pas traités une par une, mais plutôt une mèche à la fois de telle sorte que les filaments ne sont pas recouverts exactement de la même façon.

Le même processus est utilisé pour les renforts. La Figure 5-10a montre une image brute enregistrée et la Figure 5-10b donne les positions successives du front de liquide déterminées par l'algorithme de reconnaissance de forme. La position moyenne du front d'écoulement et les

écart-types ont également été calculées à chaque pas de temps à partir des images prises. Cette méthode donne une position moyenne du front capillaire à travers l'épaisseur du renfort.

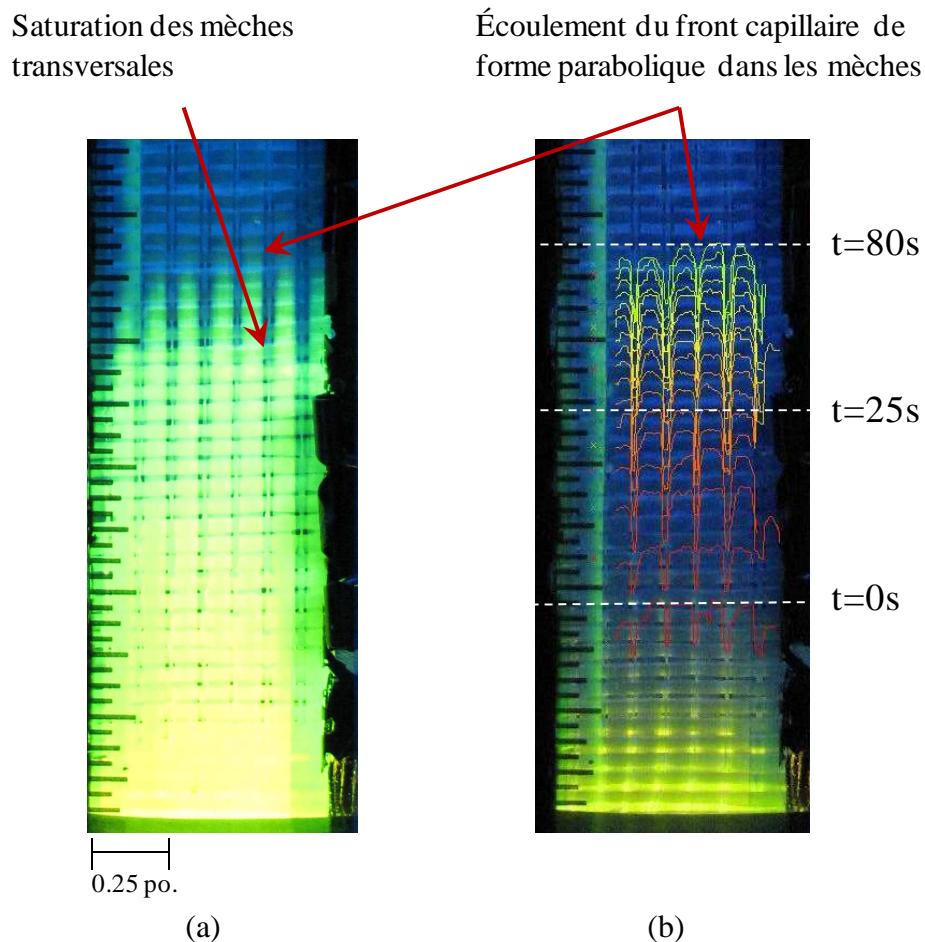


Figure 5-10 : Front d'écoulement capillaire dans un renfort : (a) image brute de l'écoulement; (b) positions successives du front.

Dans le cas de l'imbibition d'une seule couche de renfort, la saturation des mèches transversales peut être suivie visuellement par l'écoulement de liquide fluorescent (Figure 5-10a). Par ailleurs, la Figure 5-10a illustre bien le phénomène de « *fingering* », qui est la cause de la formation des vides macroscopiques (voir section 1.3.1, Chapitre 1).

5.3 Traitement d'image pour détecter les vides

5.3.1 Objectif

A partir des images prises lors de la montée capillaire, on peut vérifier le modèle de Patel [14] qui prédit le taux de vide en fonction du nombre capillaire modifié. Cela nécessite le développement d'un autre type d'algorithme de reconnaissance de forme afin de détecter les vides macroscopiques formés par l'emprisonnement d'air lors de l'imbibition spontanée du renfort. La Figure 5-11 montre les vides macroscopiques qui apparaissent pendant l'imbibition du renfort non tissé TG15N60A de *JB Martin* par l'hexadécane, la résine vinylester et la résine époxy.

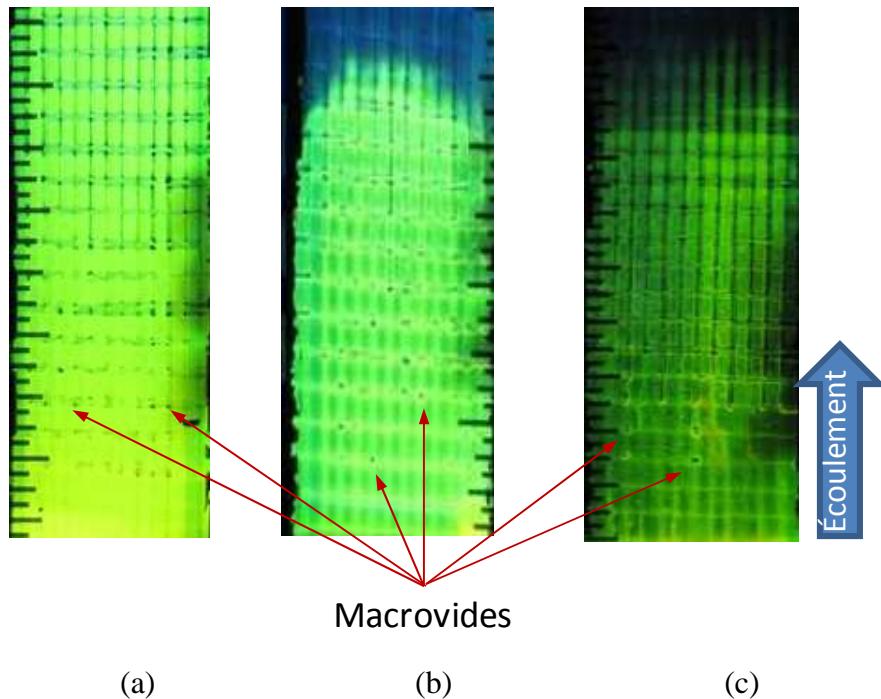


Figure 5-11 : Formation de vides macroscopiques durant l'imbibition du renfort non tissé TG15N60A de *JB Martin* avec les liquides suivants : (a) l'hexadécane; (b) vinylester; (c) époxy.

Le taux de vide est trouvé en détectant la surface des vides macroscopiques, ce qui nécessite des images dont les frontières de vides sont nettes. Pour cela, lorsque l'expérience de montée

capillaire est terminée, le renfort est photographié à la lumière du jour pour obtenir un meilleur contraste entre les vides et les zones imprégnées. La Figure 5-12 montre la même expérience que dans la Figure 5-11b, mais photographiée à la lumière du jour. L'étape suivante consiste à décomposer l'image en plusieurs portions comme cette indiquée par le cadre rouge sur la Figure 5-12.

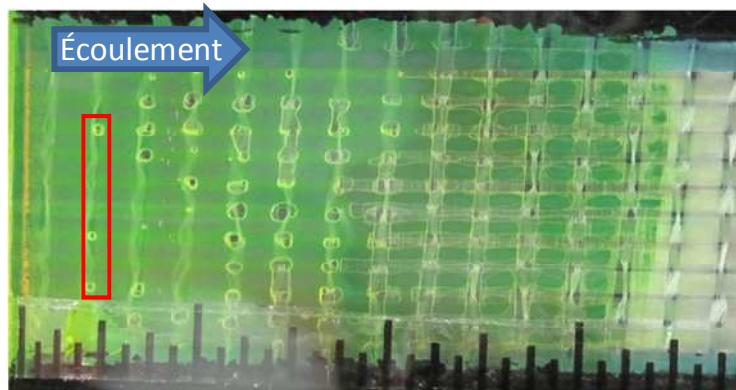


Figure 5-12 : Imbibition du renfort non tissé TG15N60A de *JB Martin* par la résine vinylester.

5.3.2 Choix de l'algorithme et exemple de résultats

Sachant que le contraste est acceptable aux frontières des vides, les algorithmes de détection de frontière (« *edge detection algorithm* ») de MATLAB peuvent être utiles. Cet algorithme utilise le même principe que celui d’Otsu : il renvoie une image binaire (noir et blanc) avec un seuil à partir d’une image de niveaux de gris. Noter que la fonction développée pour détecter le front capillaire permettrait aussi de trouver les vides macroscopiques, mais cela demanderait beaucoup de temps. Il est préférable d’utiliser les algorithmes existants de MATLAB, qui sont rapides et faciles à appliquer, pour détecter des vides macroscopiques.

Il existe plusieurs méthodes pour déterminer un seuil. Trois méthodes figurent parmi les plus utilisées : « *Sobe l* », « *Log* » et « *Canny* ». Ces méthodes ont été évaluées sur le cadre rouge de la Figure 5-12. Pour cela, l’image en couleurs est d’abord convertie en niveaux gris, puis testée par ces trois méthodes. Les résultats sont montrés sur la Figure 5-13. Le résultat de la méthode «

Sobel » (voir Figure 5-13d) semble procurer la meilleure détection avec moins pixels bruyants, mais d'autres opérations sont nécessaire pour améliorer la détection des frontières. Tout comme l'algorithme de traitement d'image développé à la section précédente, les opérations requises sont la dilation des pixels, puis le remplissage des vides par les pixels blancs et à la fin, un nettoyage des pixels bruités par l'opération d'érosion. La Figure 5-13e montre le résultat final.

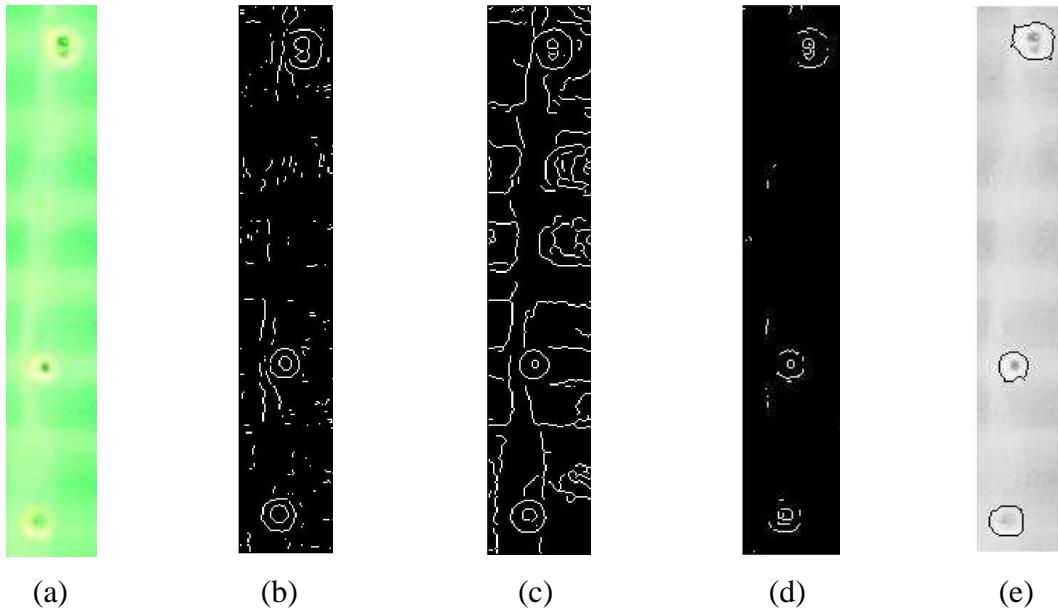


Figure 5-13 : Détection des vides macroscopiques : (a) image brute; (b) détection par la méthode *Log*; (c) détection par la méthode *Canny*; (d) détection par la méthode *Sobel*; (e) application de la méthode *Sobel* et des opérations de traitement image.

Le taux de vide est calculé en divisant la somme des surfaces des vides (nombre de pixels entourés dans les vides) par le nombre total des pixels de l'image. Il s'agit donc d'un rapport surfacique, mais ceci est acceptable car l'épaisseur du renfort est très petite par rapport à la surface totale des vides. Le taux de vide obtenu à l'aide de l'algorithme permettant de mettre en relation le taux de vide macroscopique avec le nombre capillaire modifié au Chapitre 6.

CHAPITRE 6 ANALYSE DES RÉSULTATS ET DISCUSSION

Le but final de cette étude est de mieux comprendre les phénomènes capillaires qui se produisent dans l'écoulement d'une résine thermodurcissable à travers un renfort à double échelle de porosité. Ceci nous ramène à la caractérisation de la vitesse optimale d'injection de la résine sur le renfort. On a déjà remarqué dans la littérature que pour un même taux de fibres, deux expériences peuvent montrer des résultats d'imprégnation substantiellement différents selon la distribution de la taille des pores [90, 91]. Cela illustre l'importance d'une caractérisation capillaire des renforts. Cette caractérisation peut être effectuée par le montage expérimental développé dans ce projet.

La première partie de ce chapitre est consacrée à l'analyse de la hauteur capillaire dans les mèches, la caractérisation de la porosité et la mesure de la hauteur de *Jurin* z_{Jurin} . La deuxième partie donne la pente de Lucas-Washburn de la hauteur capillaire pour les renforts, un paramètre clé pour caractériser la vitesse optimale. Enfin, la dernière partie montre les résultats de l'algorithme de traitement d'imager pour détecter les vides. Cette dernière analyse permet d'obtenir un autre exemple expérimental du le modèle de Patel [14].

6.1 Analyse de la hauteur capillaire dans les mèches

Tel que présenté à la Figure 6-1, l'évolution de la masse a été enregistrée pour calculer le volume total de liquide absorbé dans la mèche dans les sens chaîne et trame. Ces valeurs combinées avec l'équation (4-5) donnent la porosité moyenne microscopique des mèches dans les sens chaîne et trame, soit 43% et 47% respectivement (voir Tableau 6-1). Dans la Figure 6-1, la mèche de chaîne absorbe plus de liquide que la mèche de trame en raison d'une section moyenne disponible plus grande pour l'écoulement capillaire par rapport à la trame. En effet, chaque mèche de chaîne a des ouvertures microscopiques plus grandes que les mèches de trame. Donc les tubes capillaires de la chaîne ont un diamètre hydraulique moyen plus important que ceux de la trame.

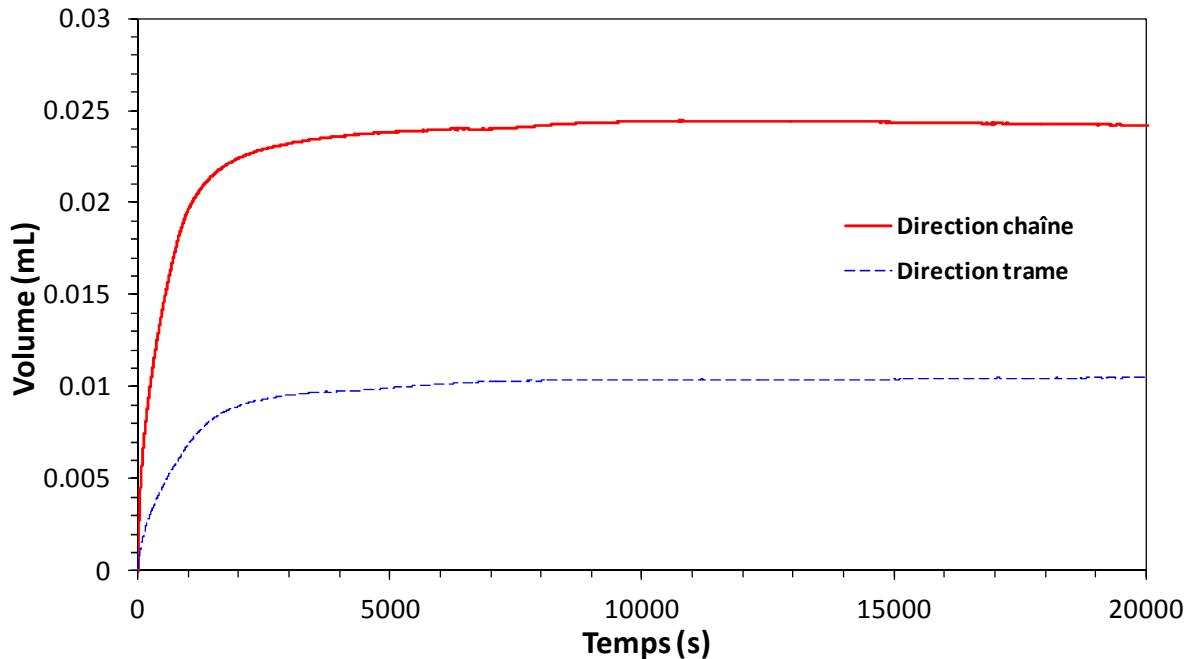


Figure 6-1 : Évolution du volume d’imbibition dans le temps lors de la montée capillaire (hexadécane sur deux mèches, une dans les sens trame et l’autre dans le sens chaîne).

La Figure 6-2 et la Figure 6-3 montrent l’évolution du carré de la masse absorbée et du carré de la hauteur le long des mèches de chaîne et de trame au début de l’imbibition. Ces figures tracent les régressions linéaires de Lucas-Washburn (LW) dans l’écoulement capillaire de la masse absorbée et de la hauteur capillaire. Les pentes LW et les propriétés des mèches évaluées à partir de ces essais d’imbibition sont données dans le Tableau 6-1. Ces pentes LW ont été obtenues par ajustement des modèles d’imbibition de la hauteur capillaire et de la masse absorbée au moyen d’un algorithme de régression linéaire des moindres carrés.

Tableau 6-1 Résultats des essais d'imbibition sur la mèche dans les sens chaîne et trame avec l'hexadécane

Propriétés	Chaîne	Trame	Unité
Porosité microscopique des mèches	43 ± 1	47 ± 1	%
Pente LW B_h de la hauteur capillaire	2.14 ± 0.05	1.95 ± 0.07	$\times 10^{-5} \text{ m}^2/\text{s}$
Pente LW B_m de la masse absorbée	24.66 ± 0.08	2.20 ± 0.03	$\times 10^{-14} \text{ kg}^2/\text{s}$
Pression capillaire P_{cap}	9.7 ± 0.4	9.5 ± 0.4	kPa
Hauteur de Jurin z_{Jurin}	1.28 ± 0.05	1.26 ± 0.05	m

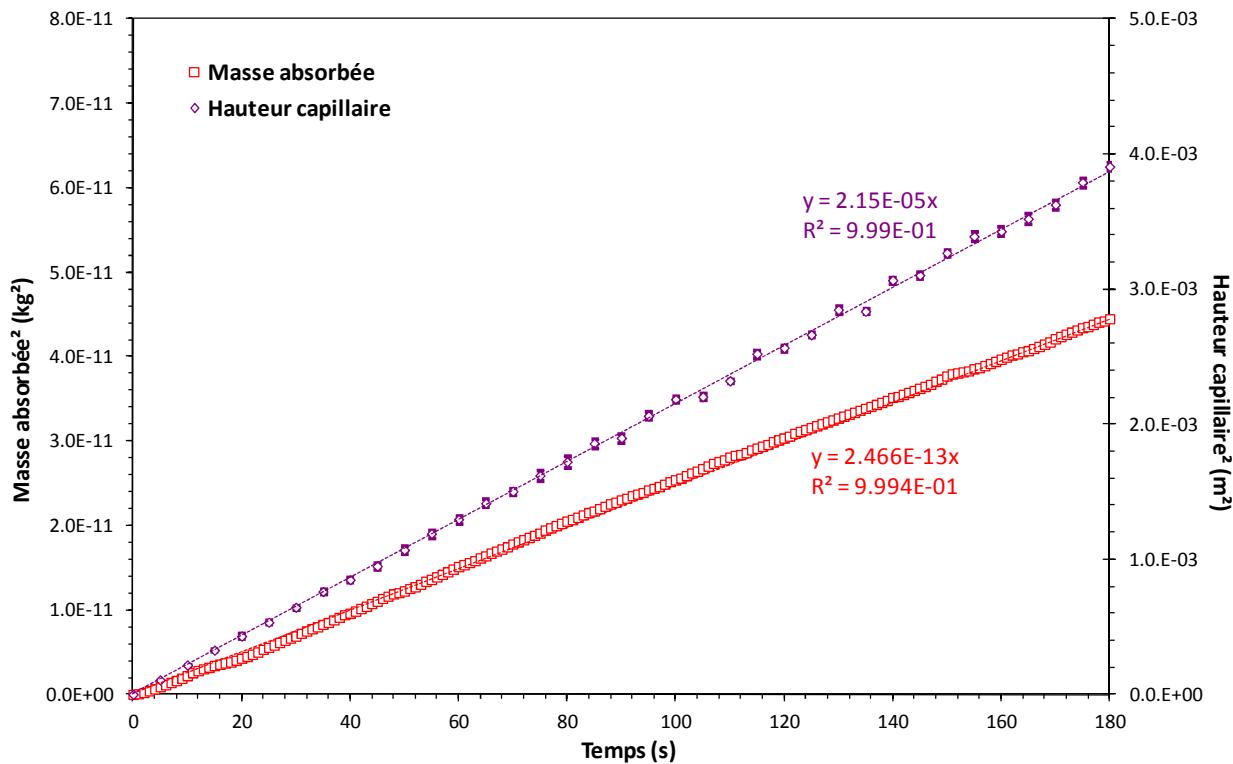


Figure 6-2 : Évolution de la masse et de la hauteur de l'hexadécane dans la mèche sens chaîne.
Résultats expérimentaux et régression linéaire du modèle LW.

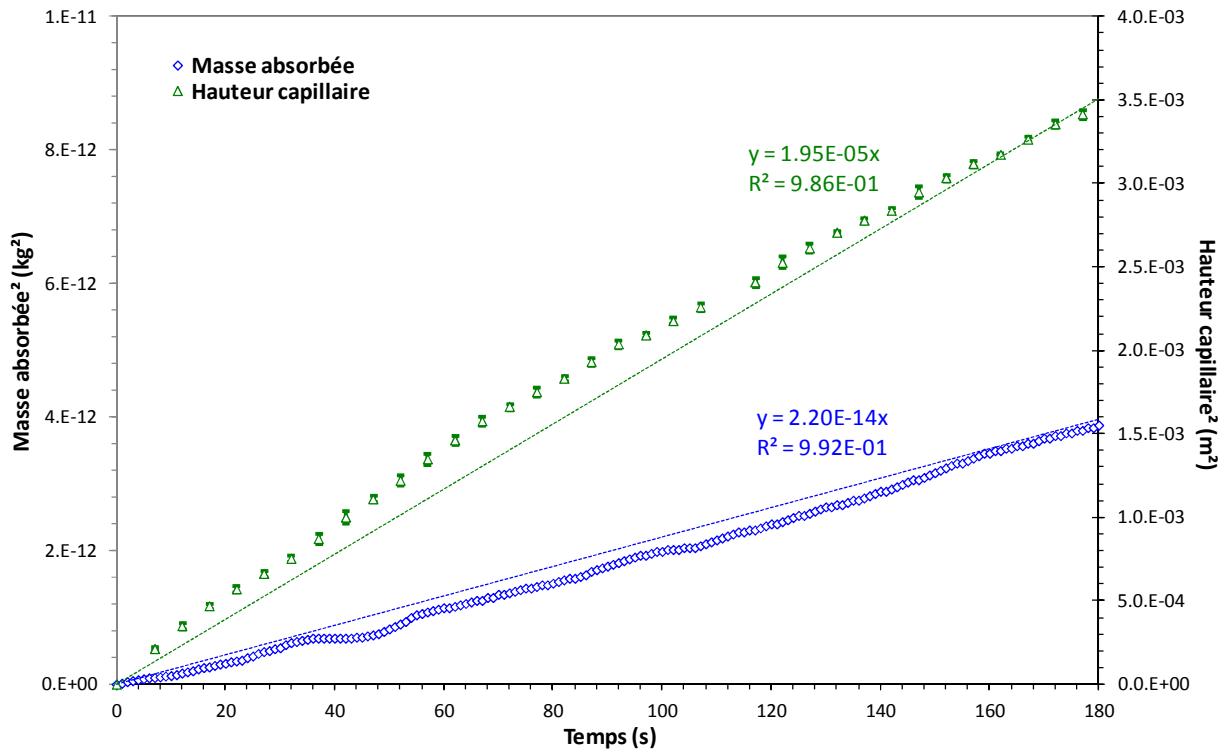


Figure 6-3 : Évolution de la masse et de la hauteur de l'hexadécane dans la mèche sens trame.

Résultats expérimentaux et régression linéaire du modèle LW.

Deux autres expériences de montée capillaire ont été effectuées sur les mèches pour vérifier la répétabilité de la mesure des pentes LW selon les directions chaîne et trame. Les nouvelles pentes LW d'évolution de la hauteur capillaire pour la chaîne et pour la trame sont $(2.21 \pm 0.04) \times 10^{-5} \text{ m}^2/\text{s}$ et $(1.9 \pm 0.1) \times 10^{-5} \text{ m}^2/\text{s}$ respectivement. D'autre part, les nouvelles pentes LW d'évolution de la masse absorbée du liquide pour la chaîne et pour la trame sont $(24.6 \pm 0.1) \times 10^{-14} \text{ kg}^2/\text{s}$ and $(2.22 \pm 0.04) \times 10^{-14} \text{ kg}^2/\text{s}$. La porosité microscopique de la mèche calculée à partir de la masse de liquide absorbé est $44 \pm 1\%$ pour la chaîne et $48 \pm 1\%$ pour la trame. Cette deuxième série de valeurs expérimentales s'ajuste bien sur la première série de valeurs rapportées dans le Tableau 6-1. A première vue, la répétabilité des valeurs expérimentales semble confirmer la robustesse de la caractérisation d'imbibition fondée sur la montée capillaire. D'autres études comme celle de Scher [92] ont montré qu'on peut s'attendre à une erreur de moins de 5% sur les valeurs

expérimentales d'imbibition de la mèche en raison de la variabilité intrinsèque des renforts fibreux.

6.2 Analyse de la hauteur capillaire dans les renforts

Dans cette section, des essais d'imbibition sur un pli du renfort TG15N60 ont été réalisés et un suivi dans les deux directions à l'aide du montage de montée capillaire pour la configuration d'un simple pli. Comme l'expérience sur les mèches, l'hexadécane pur a été utilisé avec le pigment fluorescent. Il faut noter que les échantillons de renfort étudiés étaient plus grands que le VER. Ceci permet de considérer simultanément la variabilité du renfort au cours de sa caractérisation en imbibition. Les résultats sont présentés dans la Figure 6-4 et la Figure 6-5, où le carré de la hauteur capillaire et de la masse absorbée du liquide dans les directions chaîne et trame sont tracées en fonction du temps d'imbibition pour un pli du renfort.

Les barres d'erreur affichées sur les hauteurs d'imbibition ont été calculées à partir des écarts-types du front d'écoulement à chaque pas de temps. Dans les 2 expériences, l'évolution de la masse au carré n'est linéaire que pour des temps très courts (inférieurs à 6 s). Ce phénomène peut s'expliquer par un transfert important de la masse de liquide absorbé par l'imbibition des mèches transversales en provenance du point d'intersection vertical/transversal des mèches [19, 23, 62]. Pour l'imbibition d'un seul pli du renfort, l'écoulement transversal peut être suivi visuellement par fluorescence via la saturation de la mèche. Les pentes LW de la masse absorbée dans l'imbibition d'un seul pli étaient $1.9 \times 10^{-9} \text{ kg}^2/\text{s}$ et $3.9 \times 10^{-9} \text{ kg}^2/\text{s}$ pour les mèches dans les sens chaîne et trame.

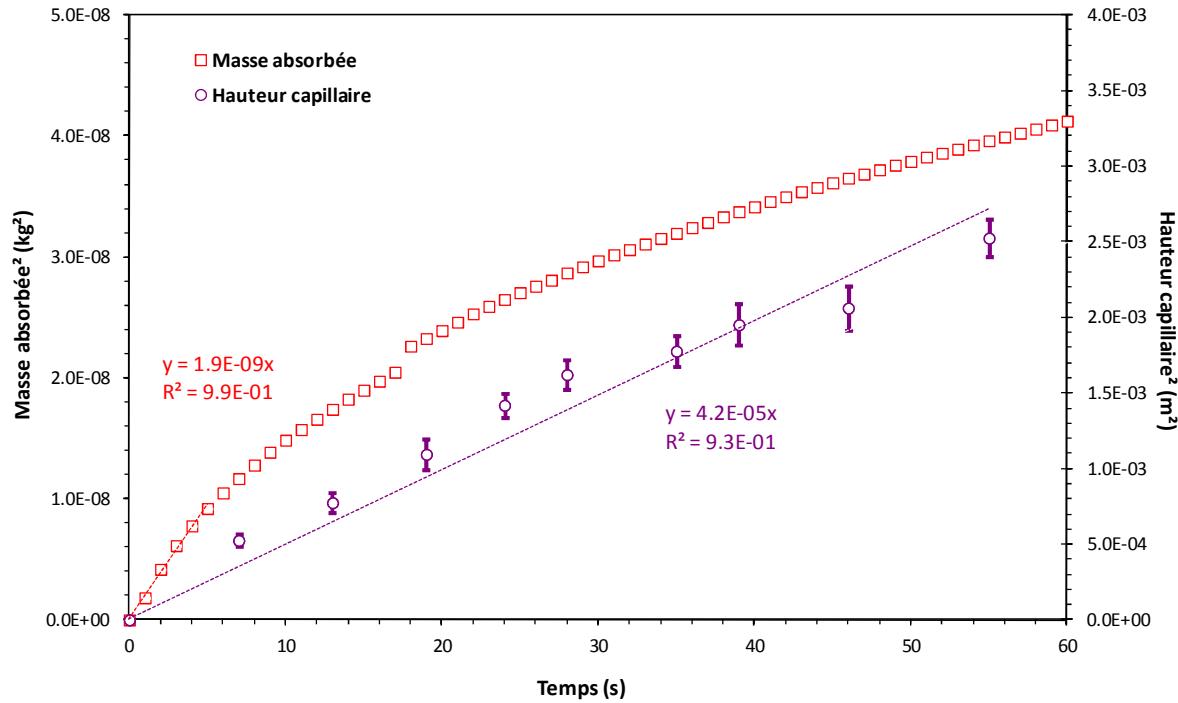


Figure 6-4 : Évolution de la masse et de la hauteur de l'hexadecane dans le renfort sens chaîne.

Résultats expérimentaux et régression linéaire du modèle LW.

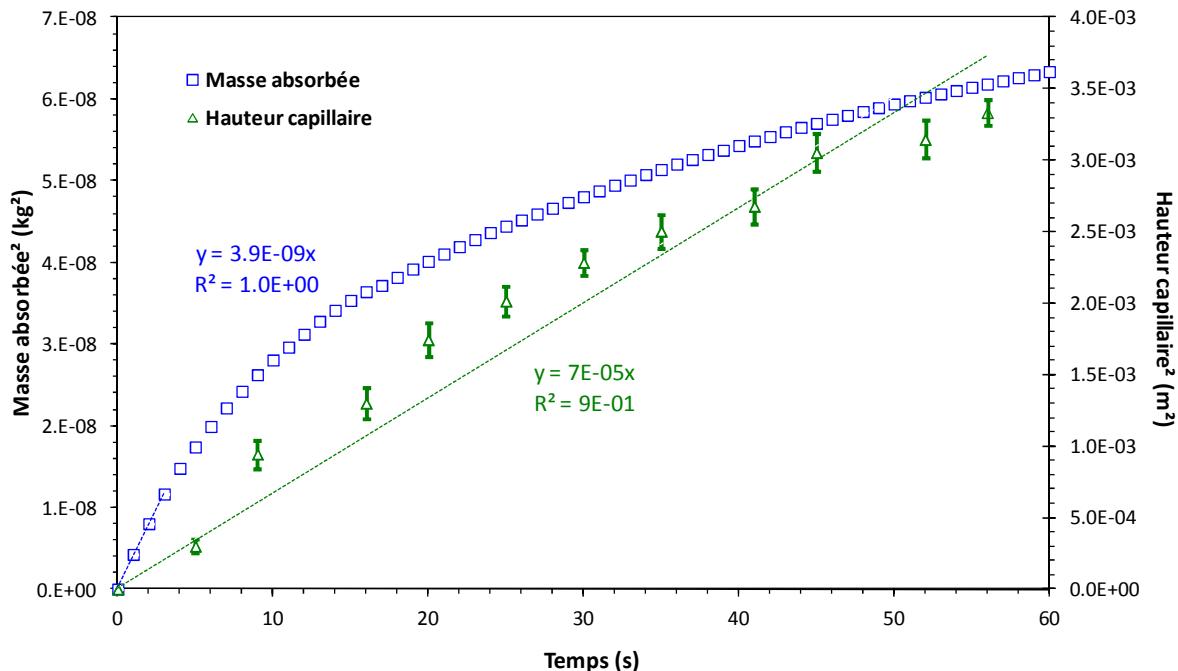


Figure 6-5 : Évolution de la masse et de la hauteur de l'hexadecane dans le renfort sens trame.

Résultats expérimentaux et régression linéaire du modèle LW.

Tableau 6-2 Résultats des essais d'imbibition sur un pli de renfort dans les sens chaîne et trame avec l'hexadécane

Propriétés	Direction chaîne	Direction trame	Unité
Pente initiale LW B_m de la masse	1.9 ± 0.3	3.9 ± 0.8	$\times 10^{-9} \text{ kg}^2/\text{s}$
Pente initiale LW B_h de la hauteur capillaire	4.2 ± 0.6	7 ± 1	$\times 10^{-5} \text{ m}^2/\text{s}$
Pente moyenne LW B_h de la hauteur capillaire	2.02 ± 0.09	2.02 ± 0.09	$\times 10^{-5} \text{ m}^2/\text{s}$

6.3 Détection des vides macroscopiques

D'après le modèle de Patel [14], la vitesse optimale peut être trouvée en décrivant la formation de vides microscopique et macroscopique en fonction de nombre capillaire modifié (adimensionnel). Le montage expérimental développé dans ce projet est un moyen efficace permettant de tracer une partie de ce modèle (partie macrovide du modèle Patel [14]) en établissant de relation entre le taux de vide macroscopique et le nombre capillaire modifié ($\% \text{ macrovide} = f(C_a^*)$). Deux expériences de montée capillaire ont été effectuées avec le renfort non tissé TG15NA pour deux résines, une vinylester et un époxy comme montré sur la Figure 6-6.

Pour construire le modèle, l'image est divisée en plusieurs sections tel qu'illustré à la Figure 6-6b. Ensuite, le taux de vide est évalué à partir du code numérique détaillé dans le Chapitre 5. D'autre part, le nombre capillaire modifié est trouvé par l'équation (1-2) en calculant la vitesse moyenne du front ($V = dz/dt$) dans chaque section. Cette vitesse moyenne est évaluée en divisant la largeur de la section par le temps de remplissage évalué à partir des images de montée capillaire. Le temps de remplissage est estimé à partir des images prises lors de l'expérience de montée capillaire. En combinant ces deux informations, il est alors possible de tracer le taux de

vide en fonction du nombre capillaire (Figure 6-6a). On observe la même tendance similaire que dans le modèle de Patel [14], soit une décroissance du taux de vide lorsque le nombre capillaire augmente. Noter que les nombres capillaires plus élevés correspondent au début du test d'imbibition. Une relation exponentielle est observée entre le taux de vide et le nombre capillaire modifié. Un taux de vide minimum correspondant à une plage optimale du nombre capillaire modifié est observé entre 10^{-3} et 10^{-4} . Ces valeurs sont cohérentes avec les précédents articles scientifiques sur la formation des vides de Patel [14] et de Mahale [93].

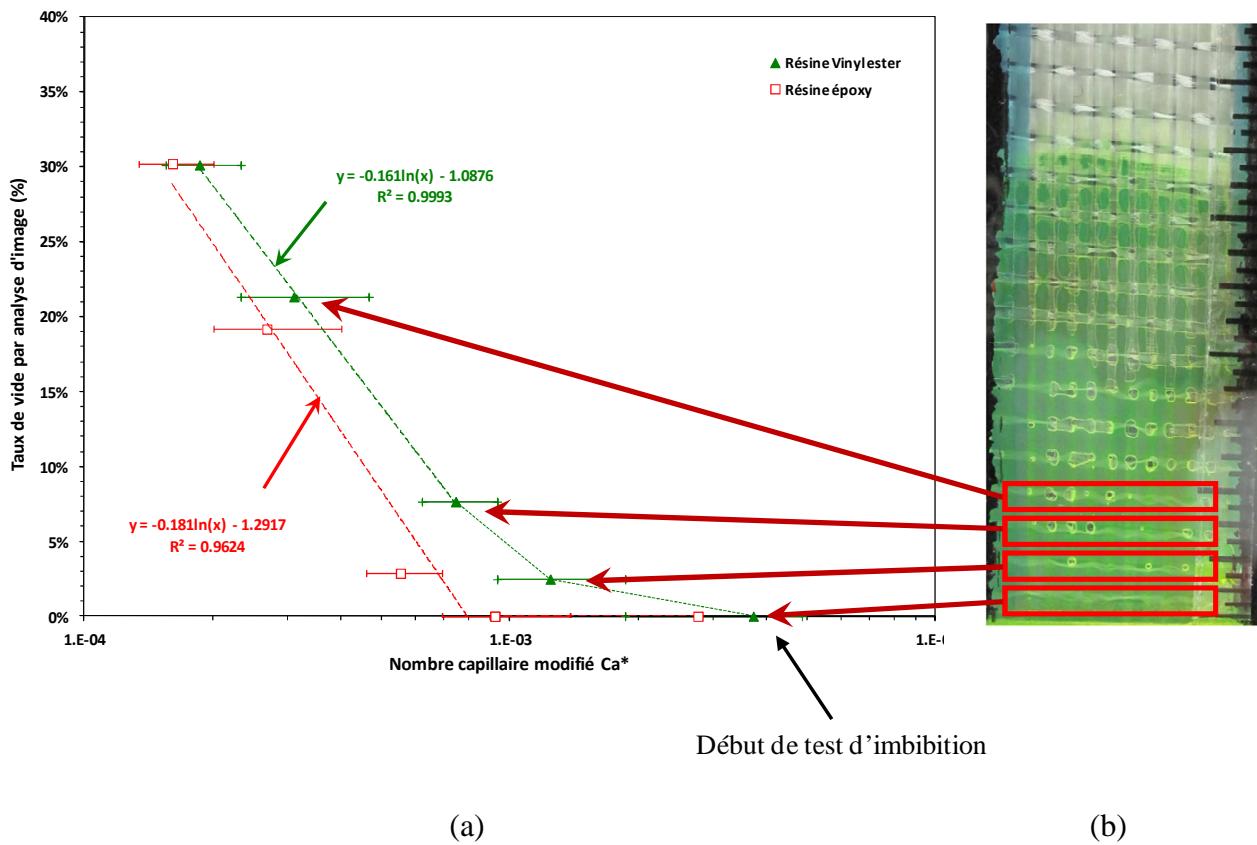


Figure 6-6 : Modèle de formation de vides macroscopique : (a) taux volumique des vides macroscopiques en fonction du nombre capillaire modifié pour les résines vinylester et époxy et le renfort TG15NA de JB Martin; (b) image de l'imbibition de la résine vinylester sur le renfort TG15NA.

La Figure 6-6a révèle donc expérimentalement qu'il existe une plage de vitesse d'écoulement ($10^{-3} > C_a^* > 10^{-4}$) pour laquelle l'emprisonnement d'air est minimum. Cela est visible dans la première section de la Figure 6-6b dans laquelle aucun vide n'est observé. Cette section est remplie lors des premiers instants de contact entre la résine et le renfort, donc la vitesse dans cette section est proche de l'imbibition spontanée des renforts. Cependant, des nombres capillaires modifiés plus élevés devraient également être considérés pour valider cette hypothèse et obtenir les conditions de formation des vides microscopiques à l'intérieur des mèches d'un renfort à double échelle de porosité. Il semble donc qu'on puisse déterminer a priori les conditions optimales d'imprégnation à partir des expériences de montée capillaire.

CONCLUSION

Le but était d'effectuer une caractérisation expérimentale des écoulements capillaires afin de prédire de façon efficace et rapide les conditions optimales d'imprégnation de la résine dans les renforts fibreux pour la fabrication de composites par les procédés LCM. La particularité de ces renforts fibreux est de présenter une double échelle de porosité avec deux régimes d'écoulement dans les mèches et entre les mèches. Un nouveau montage expérimental a été développé pour étudier les phénomènes d'imprégnation dans les mèches de fibres et les renforts fibreux. L'originalité de ce montage consiste à utiliser la méthode d'inspection par florescence (« *dye penetration inspection (DPI)* ») pour éliminer certaines faiblesses rencontrées dans les autres montages décrits dans la littérature scientifique. La prise de mesure est complètement automatisée pour assurer une caractérisation robuste, rapide et représentative des phénomènes capillaires dans les mèches et les renforts.

L'évolution de la hauteur capillaire a été suivie au cours du temps par une acquisition et un traitement d'image pour détecter le front d'écoulement capillaire sur chaque photo. L'algorithme a été conçu en combinant des techniques de traitement d'image et différents filtres pour obtenir un outil précis et fiable. Par ailleurs, on a constaté que les algorithmes du logiciel MATLAB sont incapables d'effectuer une détection acceptable du front capillaire pour une application complexe. Ceci constitue une des principales contributions de ce travail, car l'évolution de la hauteur capillaire est un paramètre critique pour caractériser la vitesse optimale d'imprégnation des renforts fibreux.

La fiabilité du montage a été évaluée en comparant des résultats d'analyse microscopique avec ceux du montage capillaire (expériences effectuées avec le liquide hexadécane et le renfort TG15N de JB-Martin) pour la porosité et le diamètre hydraulique équivalent des mèches. D'autre part, les pentes de Lucas-Washburn (LW) des carrés de la hauteur capillaire et de la masse de liquide absorbé par imbibition ont été évaluées pour une couche de renfort et les mèches dans les directions chaîne et trame. Les résultats expérimentaux ont confirmé la capacité du modèle de

Lucas-Washburn à suivre l'évolution du front capillaire dans le temps au début de l'imprégnation. Le comportement en imbibition des renforts fibreux par des résines polymères liquides peut maintenant être étudié expérimentalement.

Par contre, cette approche possède aussi des limites. En premier lieu, le montage est adapté aux essais à température ambiante, mais une grande partie des matériaux composites sont fabriqués à des températures élevées (70°C-180°C). Pour cela, un montage à haute température est requis. En deuxième lieu, le front capillaire est détecté grâce à la transmission lumineuse (appelée aussi coefficient de transparence) du renfort de verre. Ce montage ne sera pas capable de détecter le front capillaire pour des renforts non transparents comme ceux en fibres de carbone par exemple. La technique d'inspection par ultrasons (ondes ultrasonore émises dans les matériaux pour détecter des défauts) pourrait apporter une solution à ce problème car ces ondes réagissent avec la densité des matériaux. On peut également envisager une autre méthode de suivi du front capillaire par thermographie infrarouge. En effet, cette technique permet d'obtenir, au moyen d'un appareil approprié, l'image thermique d'une scène observée dans le domaine spectral de l'infrarouge.

RÉFÉRENCES

- [1] Hota V. S. GangaRao P. V. Vijay and Narendra Taly, "Reinforced Concrete Design with FRP Composites," in *Reinforced Concrete Design with FRP Composites*: CRC Press, 2006, pp. 1-18.
- [2] Mallick P . K . "Fiber-Reinforced Composites Materials, Manufacturing, and Design," in *Fiber-Reinforced Composites Materials, Manufacturing, and Design, Dekker Mechanical Engineering*: CRC Press, 2007.
- [3] Suresh G. Advani E. Murat Sozer, "Process Modeling in Composites Manufacturing," in *Process Modeling in Composites Manufacturing*: CRC Press, 2002.
- [4] Rudd C.D.; Long, A.C.; Kendall, K.N.; Mangin, *Liquid Moulding Technologies - Resin Transfer Moulding, Structural Reaction Injection Moulding and Related Processing Techniques*: Woodhead Publishing, 1997.
- [5] Ghiorse S. R., "Effect of void content on the mechanical properties of carbon/epoxy laminates," *Sampe Quarterly-Society for the Advancement of Material and Process Engineering*, vol. 24, no. 2, pp. 54-59, 1993.
- [6] Pearce N. R. L., Guild F. J., et Summerscales J., "Investigation into the effects of fabric architecture on the processing and properties of fibre reinforced composites produced by resin transfer moulding," *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, vol. 29, no. 1-2, pp. 19-27, 1998.
- [7] Grunenfelder L., Nutt, S. R., "Void Formation in Composite Prepregs - Effect of Dissolved Moisture," *Composites Science and Technology*, vol. 24, no. 2, pp. 54-59.
- [8] Binetruy C., Hilaire, B., Pabiot, J., "The interactions between flows occurring inside and outside fabric tows during RTM," *Composites Science and Technology*, vol. 57, no. 5, pp. 587-596, 1997.

- [9] Binetruy C., Hilaire B., et Pabiot J., "Influence of fiber wetting in resin transfer molding: Scale effects," *Polymer Composites*, vol. 21, no. 4, pp. 548-557, 2000.
- [10] Binetruy C., Hilaire B., et Pabiot J., "Tow impregnation model and void formation mechanisms during RTM," *Journal of Composite Materials*, vol. 32, no. 3, pp. 223-245, 1998.
- [11] Chen Yung-Tin, Davis H. Ted, et Macosko Christopher W., "Wetting of fiber mats for composites manufacturing: I. Visualization experiments," *AIChE Journal*, vol. 41, no. 10, pp. 2261-2273, 1995.
- [12] Chen Yung-Tin, Macosko Christopher W., et Davis H. Ted, "Wetting of fiber mats for composites manufacturing: II. Air entrapment model," *AIChE Journal*, vol. 41, no. 10, pp. 2274-2281, 1995.
- [13] Patel N. et Lee L. J., "Effects of Fiber Mat Architecture on Void Formation and Removal in Liquid Composite Molding," *Polymer Composites*, vol. 16, no. 5, pp. 386-399, 1995.
- [14] Patel Nirajkumar, "Micro-scale flow behavior, fiber wetting and void formation in liquid composite molding," The Ohio State University, United States -- Ohio, 1994.
- [15] Patel N. et Lee L. James, "Modeling of void formation and removal in liquid composite molding. Part I: wettability analysis," *Polymer Composites*, vol. 17, no. 1, pp. 96-103, 1996.
- [16] Patel N. et Lee L. James, "Modeling of void formation and removal in liquid composite molding. Part II: model development and implementation," *Polymer Composites*, vol. 17, no. 1, pp. 104-114, 1996.
- [17] Masoodi R. et Pillai K. M., "Darcy's law-based model for wicking in paper-like swelling porous media," *AIChE Journal*, vol. 56, no. 9, pp. 2257-2267.

- [18] Hsieh You-Lo, "Liquid transport in fabric structures," *Textile Research Journal*, vol. 65, no. 5, pp. 299-299, 1995.
- [19] Pezron Isabelle, Bourgain Guillaume, et Quere David, "Imbibition of a fabric," *Journal of Colloid and Interface Science*, vol. 173, no. 2, pp. 319, 1995.
- [20] Amico S. C. et Lekakou C., "Axial impregnation of a fiber bundle. Part 1: Capillary experiments," *Polymer Composites*, vol. 23, no. 2, pp. 249-263, 2002.
- [21] Amico S. C. et Lekakou C., "Axial impregnation of a fiber bundle. Part 2: Theoretical analysis," *Polymer Composites*, vol. 23, no. 2, pp. 264-273, 2002.
- [22] Batch Gibson L., Chen Yung-Tin, et Macosko Christopher W., "Capillary impregnation of aligned fibrous beds: experiments and model," *Journal of Reinforced Plastics and Composites*, vol. 15, no. 10, pp. 1027-1050, 1996.
- [23] Sénécot Jean-Marc, "Étude de l'imprégnation capillaire de tissus de verre," Université de Haute Alsace, Mulhouse, 2002.
- [24] Dave R., Kardos J. L., Choi S. J., et Dudukovic M. P., "Autoclave vs. non-autoclave composite processing," in *ICBT '86: Proceedings of the International Workshop on Ionized Cluster Beam Technique. Held in Conjunction with the Tenth Symposium on Ion Sources and Ion-Assisted Technology - ISIAT '86.*, Tokyo, Jpn, vol. 32, 1987, pp. 325-337.
- [25] Dave Raju, Kardos John L., et Dudukovic M. P., "Autoclave Processing Of Thermosetting Matrix Composites: Models For Automation And Cure Cycle Selection," in *ANTEC 87 Conference Proceedings - Society of Plastics Engineers 45th Annual Technical Conference & Exhibit.*, Los Angeles, CA, USA, 1987, pp. 1432-1435.
- [26] Kardos J. L., Dave R., et Dudukovic M. P., "Voids in composites," in *Proceedings of Manufacturing International '88. v 1, Symposium on Product and Process Design; v 2, Symposium on Management and Economics; v 3, Symposium on Manufacturing Systems; v 4, Manufacturing Science of Composites.*, Atlanta, GA, USA, 1988, pp. v ivp-v ivp.

- [27] Dudukovic M. P., Kardos J. L., Yoon I. S., et Yang Y. B., "Autoclave processing of long fiber thermoplastic composites," *Chemical Engineering Science*, vol. 45, no. Compendex, pp. 2519-2526, 1990.
- [28] Breard Joel, Henzel Yann, Trochu Francois, et Gauvin Raymond, "Analysis of Dynamic Flows Through Porous Media. Part I: Comparison Between Saturated and Unsaturated Flows in Fibrous Reinforcements," *Polymer Composites*, vol. 24, no. Compendex, pp. 391-408, 2003.
- [29] Ledru Yohann, "Etude de la porosité dans les matériaux composites stratifiés aéronautique," Université Toulouse, Toulouse - France, 2009.
- [30] Rudd C. D., Long A. C., Kendall K. N., et Mangin C., "Liquid Moulding Technologies - Resin Transfer Moulding, Structural Reaction Injection Moulding and Related Processing Techniques," in, vol., Ed.^Eds., ed.: Woodhead Publishing, 1997, pp.
- [31] Greszczuk L. B., "Effect of voids on strength properties of filamentary composites," in *Proceedings of the 22nd Annual Technical Conference, Jan 31-Feb 3 1967, New York, NY, United States*, 1967, pp. 10.
- [32] Wisnom Michael R., Reynolds Tom, et Gwilliam Nigel, "Reduction in interlaminar shear strength by discrete and distributed voids," *Composites Science and Technology*, vol. 56, no. 1, pp. 93-101, 1996.
- [33] Allard E., "Analyse experimentale et optimisation d'un procédé d'injection flexible pour la fabrication rapide des composites," M.Sc.A., Ecole Polytechnique, Montreal (Canada), Canada, 2007.
- [34] Hayward J. S. et Harris B., "Processing factors affecting the quality of resin transfer moulded composites," *Plastics and Rubber Processing and Applications*, vol. 11, no. Compendex, pp. 191-198, 1989.

- [35] Patel N. et Lee L. J., "Effects of fiber mat architecture on void formation and removal in liquid composite molding," *Polymer Composites*, vol. 16, no. Compendex, pp. 386-399, 1995.
- [36] Patel N. et Lee L. James, "Modeling of void formation and removal in liquid composite molding. Part I: wettability analysis," *Polymer Composites*, vol. 17, no. Compendex, pp. 96-103, 1996.
- [37] Patel N. et Lee L. James, "Modeling of void formation and removal in liquid composite molding. Part II: model development and implementation," *Polymer Composites*, vol. 17, no. Compendex, pp. 104-114, 1996.
- [38] Patel N. , "Micro Scale Flow Behavior, Fiber Wetting and Void Formation in Liquid Composite Molding," 1994.
- [39] Labat L., Breard, J. ,Pillut-Lesavre, S. Bouquet, G., "Void fraction prevision in LCM parts," *EPJ Applied Physics*, vol. 16, no. 2, pp. 157-164, 2001.
- [40] Santulli C., Brooks R., Rudd C. D., et Long A. C., "Influence of microstructural voids on the mechanical and impact properties in commingled E-glass/polypropylene thermoplastic composites," *Proceedings of the Institution of Mechanical Engineers, Part L (Journal of Materials: Design and Applications)*, vol. 216, no. L2, pp. 85-100, 2002.
- [41] Morgan R. J., Larive D. E., Huang Y. H., Battjes K. P., et Yuan Z., "Fill-flow characteristics and void formation mechanisms during resin transfer molding as a function of preform structure," *Proceedings of the Annual ASM/ESD Advanced Composites Conference*, no. Compendex, pp. 229-229, 1990.
- [42] Binetruy C., Hilaire B., et Pabiot J., "Tow impregnation model and void formation mechanisms during RTM," *Journal of Composite Materials*, vol. 32, no. Compendex, pp. 223-245, 1998.

- [43] Lundstrom T. S., Gebart B. R., et Lundemo C. Y., "Void formation in RTM," *Journal of Reinforced Plastics and Composites*, vol. 12, no. Copyright 1994, pp. 1339-49, 1993.
- [44] Lundstrom Staffan et Gebart Rikard, "Influence from process parameters on void formation in resin transfer molding," *Polymer Composites*, vol. 15, no. Compendex, pp. 25-33, 1994.
- [45] Labat L. Breard, J. Pillut-Lesavre, S.; Bouquet, G. , "Void fraction prevision in LCM parts," *EPJ Applied Physics*, vol. 16, no. 2, pp. 157-164, 2001.
- [46] Rohatgi V., Patel N., et James Lee L., "Experimental investigation of flow-induced microvoids during impregnation of unidirectional stitched fiberglass mat," *Polymer Composites*, vol. 17, no. Compendex, pp. 161-170, 1996.
- [47] Leclerc J. et Ruiz E., "Porosity reduction using optimized flow velocity in Resin Transfer Molding," *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, vol. 39, no. 12, pp. 1859-1868, 2008.
- [48] Patel N., Rohatgi V., et Lee L. James, "Micro scale flow behavior and void formation mechanism during impregnation through a unidirectional stitched fiberglass mat," *Polymer Engineering and Science*, vol. 35, no. Compendex, pp. 837-851, 1995.
- [49] Tan Hua et Pillai Krishna M., "Multiscale modeling of isothermal unsaturated flow in dual-scale fiber preforms of liquid composite molding," in *SAMPE 2010 Conference and Exhibition "New Materials and Processes for a New Economy", May 17, 2010 - May 20, 2010, Seattle, WA, United states*, 2010, pp. Seattle and Eastern Canada SAMPE Chapters.
- [50] Tan Hua et Pillai Krishna M., "Multiscale modeling of unsaturated flow in dual-scale fiber preforms of liquid composite molding I: Isothermal flows," no. Compendex, 2011.
- [51] Tan Hua et Pillai Krishna M., "Numerical simulation of reactive flow in liquid composite molding using flux-corrected transport (FCT) based finite element/control volume

- (FE/CV) method," *International Journal of Heat and Mass Transfer*, vol. 53, no. 9-10, pp. 2256-2271, 2010.
- [52] Breard Joel, Guillygomarch Youen, De Luca Patrick, et Morisot Olivier, "Numerical modeling of liquid composite molding processes for large-size composite parts," in *50th International SAMPE Symposium and Exhibition, May 1-5 2005*, vol. 50, 2005, pp. 53-67.
- [53] Bréard Joël, Saouab Abdelghani, et Bouquet Guy, "Numerical simulation of void formation in LCM," *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, vol. 34, no. 6, pp. 517-523, 2003.
- [54] Leclerc Jean Sébastien et Ruiz Edu, "Porosity reduction using optimized flow velocity in Resin Transfer Molding," *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, vol. 39, no. 12, pp. 1859-1868, 2008.
- [55] Patel N. Rohatgi, V. Lee, L. James, "Micro Scale Flow Behavior and Void Formation Mechanism During Impregnation Through a Unidirectional Stitched Fiberglass Mat," *Polymer Engineering and Science*, vol. 35, no. 10, pp. 837-851, 1995.
- [56] Patel N., Lee L. J., Young W. B., et Liou M. J., "Resin-fiber wetting and bonding in resin transfer molding and structural reaction injection molding," in *49th Annual Technical Conference -ANTEC '91, May 5, 1991 - May 9, 1991, Montreal, Que, Can*, vol. 37, 1991, pp. 1985-1990.
- [57] Dang-Vu T. Hupka J., "Characterization of porous materials by capillary rise method" *Physicochemical Problems of Mineral Processing*, vol. 39, pp. 47-65, 2005.
- [58] Hsieh You-Lo et Yu Bangling, "Liquid wetting, transport, and retention properties of fibrous assemblies part I: water wetting properties of woven fabrics and their constituent single fibers," *Textile Research Journal*, vol. 62, no. 11, pp. 677-685, 1992.
- [59] Kiss Erik, "Capillary sorption in fibrous assemblies," *Journal of Colloid and Interface Science*, vol. 83, no. 1, pp. 265-272, 1981.

- [60] Hisako Tagaya Junko Haikata, Kayoko Nakata, Kazuo Nishizawa, "Measurement of capillary resin in fabrics by electric capacitance method," *Sen'i Gakkaishi*, vol. 43, no. 8, pp. 422-430, 1987.
- [61] Law Yun Mui Marina Y., "A STUDY OF WATER TRANSPORT THROUGH CLOTHING FABRICS," University of Leeds (United Kingdom), 1988.
- [62] Amico Sandro Campos, "Permeability and Capillary Pressure in the Infiltration of Fibrous Porous Media in Resin Transfer Moulding," University of Surrey, 2000.
- [63] Amico S. et Lekakou C., "Mathematical modelling of capillary micro-flow through woven fabrics," *Composites - Part A: Applied Science and Manufacturing*, vol. 31, no. 12, pp. 1331-1344, 2000.
- [64] Zhuang Q., Harlock S. C., et Brook D. B., "Longitudinal Wicking of Weft Knitted Fabrics: Part I: The Development of an Automatic Wicking Test Method Using Image Analysis," *Journal of the Textile Institute*, vol. 93, no. 1, pp. 88-96, 2002.
- [65] Benloufa Sofien, Fayala Faten, et BenNasrallah Sassi, "Capillary Rise in Macro and Micro Pores of Jersey Knitting Structure," *Journal of Engineered Fibers and Fabrics*, vol. 3, no. 3, pp. 47-54, 2008.
- [66] Weisbrod Noam, Niemet Michael R., et Selker John S., "Light transmission technique for the evaluation of colloidal transport and dynamics in porous media," *Environmental Science and Technology*, vol. 37, no. Compendex, pp. 3694-3700, 2003.
- [67] Yenilmez Bekir et Sozer E. Murat, "Compaction of e-glass fabric preforms in the Vacuum Infusion Process, A: Characterization experiments," *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, vol. 40, no. 4, pp. 499-510, 2009.
- [68] Darcy Henry, "Les fontaines publiques de la ville de Dijon," *Paris: Dalmont*, 1856.

- [69] Patnaik A., Rengasamy R. S., Kothari V. K., et Ghosh A., "Wetting and wicking in fibrous materials," *Textile Progress*, vol. 38, no. Compendex, pp. 1-111, 2006.
- [70] Amico S. C. et Lekakou C., "Axial impregnation of a fiber bundle. Part 1: Capillary experiments," *Polymer Composites*, vol. 23, no. Compendex, pp. 249-263, 2002.
- [71] Han Kerang, Jiang Shunliang, Zhang Chuck, et Wang Ben, "Flow modeling and simulation of SCRIMP for composites manufacturing," *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, vol. 31, no. 1, pp. 79-86, 2000.
- [72] Connor M., Toll S., et Manson J. A. E., "On surface energy effects in composite impregnation and consolidation," *Composites Manufacturing*, vol. 6, no. 3-4, pp. 289-289, 1995.
- [73] Simile Craig Burton, "Critical Evaluation of Wicking in Performance Fabrics," Master, Georgia Institute of Technology, Atlanta, 2004.
- [74] Simile Craig Burton, "Critical Evaluation of Wicking in Performance Fabrics," Master of Science, Georgia Institute of Technology, 2004.
- [75] Nasr John, Kasprzak Scott, Fuqua Michael, et Glancey James, "An external flow modification system for vacuum assisted resin transfer molding," *Baltimore, MD, United states*, vol. 52, 2007, pp. SAMPE Baltimore/Washington Chapter.
- [76] Johnson Richard W., *The handbook of fluid dynamics*, Boca Raton, Fla.: CRC Press, 1998.
- [77] Pillai Krishna M., "Modeling the unsaturated flow in liquid composite molding processes: A review and some thoughts," *Journal of Composite Materials*, vol. 38, no. 23, pp. 2097-2118, 2004.

- [78] Ahn K. J., Seferis, J. C., Berg, J. C., "Simultaneous measurements of permeability and capillary-pressure of thermosetting matrices in woven fabric reinforcements., " *Polymer Composites*, vol. 12, no. 3, pp. 146-152, 1991.
- [79] Szekely J., Neumann A. W., et Chuang Y. K., "The rate of capillary penetration and the applicability of the Washburn equation," *Journal of Colloid and Interface Science*, vol. 35, no. 2, pp. 273-8, 1971.
- [80] Washburn Edward W., "The dynamics of capillary flow," *Physical Review*, vol. 18, no. 3, pp. 273-283, 1921.
- [81] Hamdaoui M., Fayala F., et Nasrallah S. B., "Dynamics of capillary rise in yarns: influence of fiber and liquid characteristics," *Journal of Applied Polymer Science*, vol. 104, no. Copyright 2007, The Institution of Engineering and Technology, pp. 3050-6, 2007.
- [82] Hollies Norman R. S., Kaessinger Martha M., Watson Barbara S., et Bogaty Herman, "Water Transport Mechanisms in Textile Materials: Part II: Capillary-Type Penetration in Yarns and Fabrics," *Textile Research Journal*, vol. 27, no. 1, pp. 8-13, 1957.
- [83] Adamson Arthur W. et Gast Alice P., *Physical chemistry of surfaces*, 6th^e éd., New York ; Chichester, England: Wiley, 1997.
- [84] Liggieri Libero, Ravera Francesca, et Passerone Alberto, "Dynamic interfacial tension measurements by a capillary pressure method," *Journal of Colloid and Interface Science*, vol. 169, no. 1, pp. 226-237, 1995.
- [85] "Principes de mesure des tensiomètres KRÜSS." Disponible: <http://www.kruss.de>.
- [86] "Mesure de viscosité." Disponible: http://www.meca.u-psud.fr/cours/L3_TP_Viscosite.pdf.

- [87] Pillai Krishna M. et Advani Suresh G., "Wicking across a fiber-bank," *Journal of Colloid and Interface Science*, vol. 183, no. 1, pp. 100-100, 1996.
- [88] M. Bornert, "Morphologie microstructurale et comportement mécanique : caractérisation expérimentales, approches par bornes et estimations autocohérentes généralisées," 1996.
- [89] Otsu Nobuyuki, "A Threshold Selection Method from Gray-Level Histograms," *IEEE Transactions on Systems, Man and Cybernetics*, vol. SMC-9, no. Compendex, pp. 62-66, 1979.
- [90] Bayramli E. et Powell R. L., "Experimental Investigation of the Axial Impregnation of Oriented Fiber Bundles by Capillary Forces," *Colloids and Surfaces*, vol. 56, pp. 83-100, 1991.
- [91] Bayramli E. et Powell R. L., "Impregnation Dynamics of Carbon Fiber Tows," *Journal of Composite Materials*, vol. 26, no. 10, pp. 1427-1442, 1992.
- [92] Scher Katherine Elizabeth, "Comparison of wicking and single filament techniques for determining contact angles," MS Thesis, University of Washington, Seattle, USA, 1983.
- [93] Mahale A. D., Prudhomme R. K., et Rebenfeld L., "Quantitative Measurement of Voids Formed During Liquid Impregnation of Nonwoven Multifilament Glass Networks Using an Optical Visualization Technique," *Polymer Engineering and Science*, vol. 32, no. 5, pp. 319-326, 1992.