

**Matériaux et structures composites : Caractérisation
thermique et transferts dans les procédés de mise en forme et
d'assemblage.**

Vendredi 25 septembre 2009

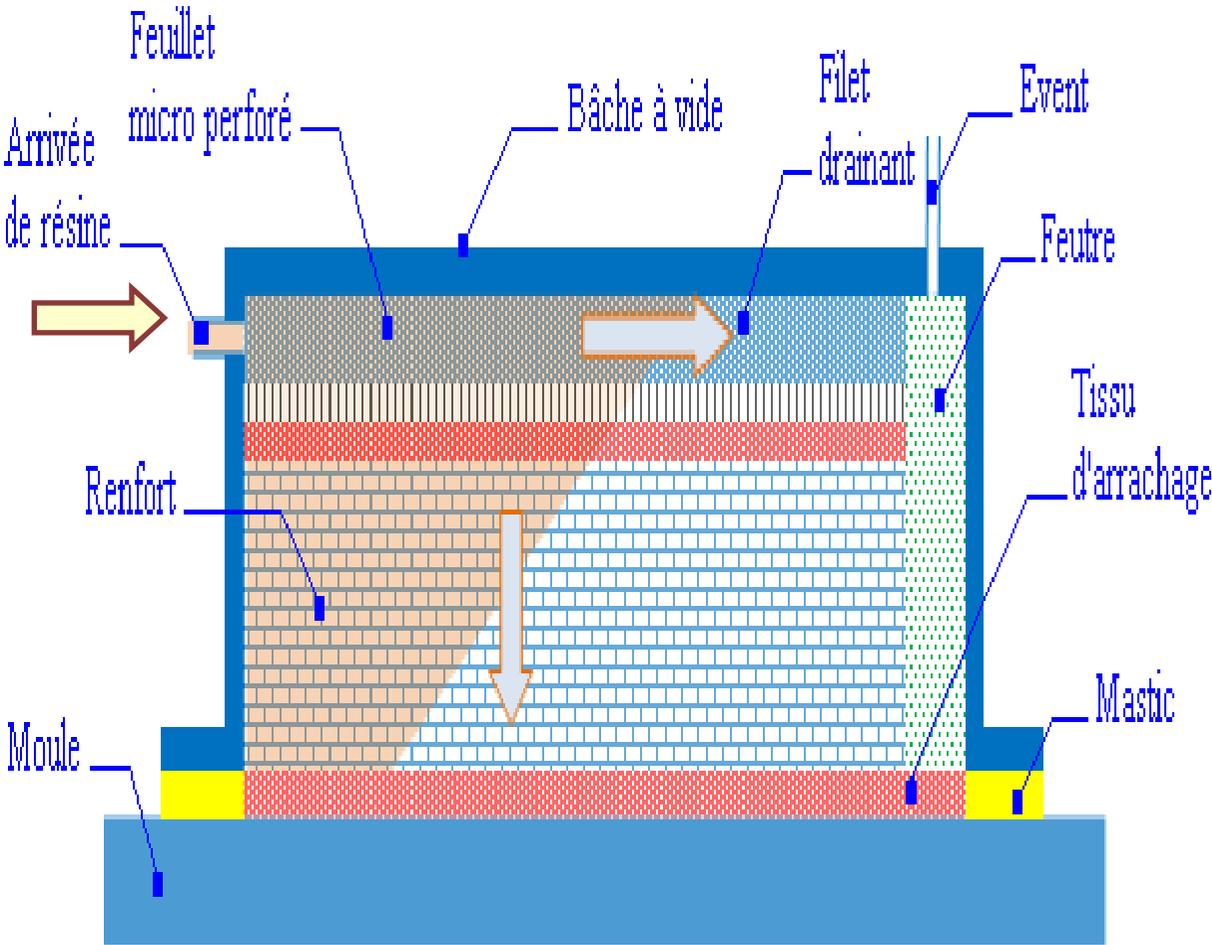
Chauffage IR des composites - application au procédé d'infusion de résine

Fabrice.schmidt@mines-albi.fr



TOSHIBA

Procédé Liquid Resin Infusion

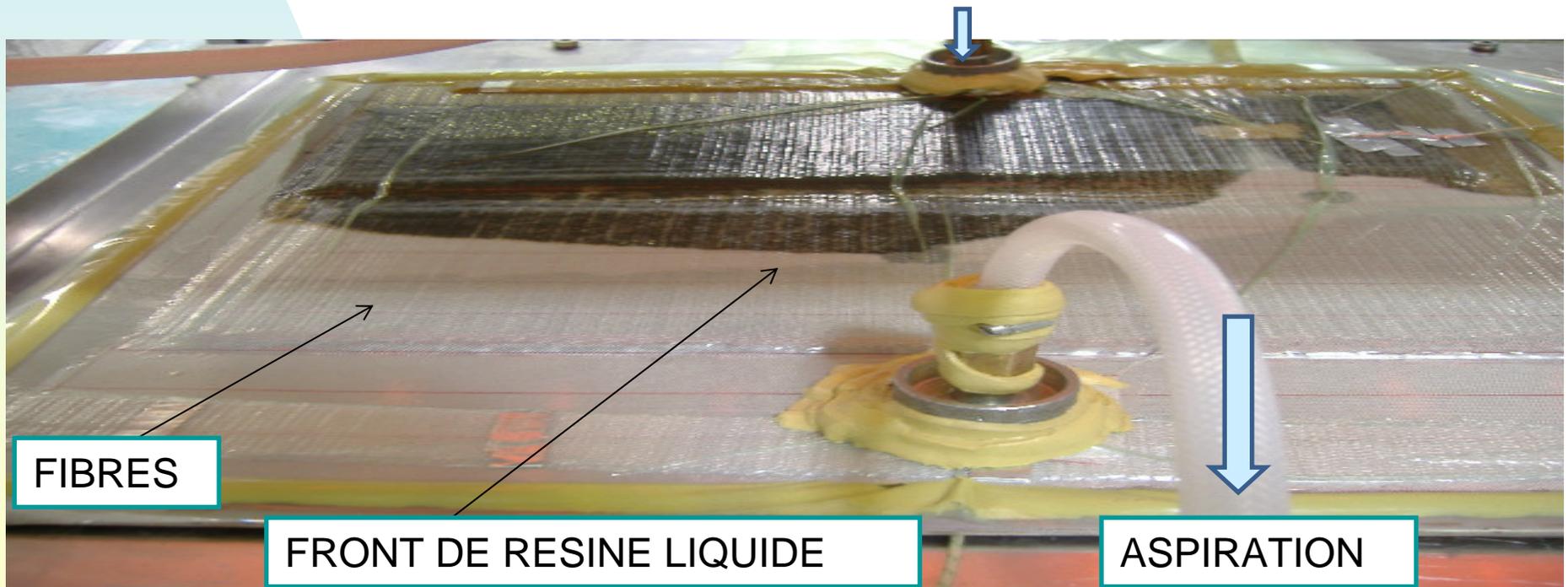


↑ CHAUFFAGE CONVENTIONNEL : PAR LE SUPPORT ↑

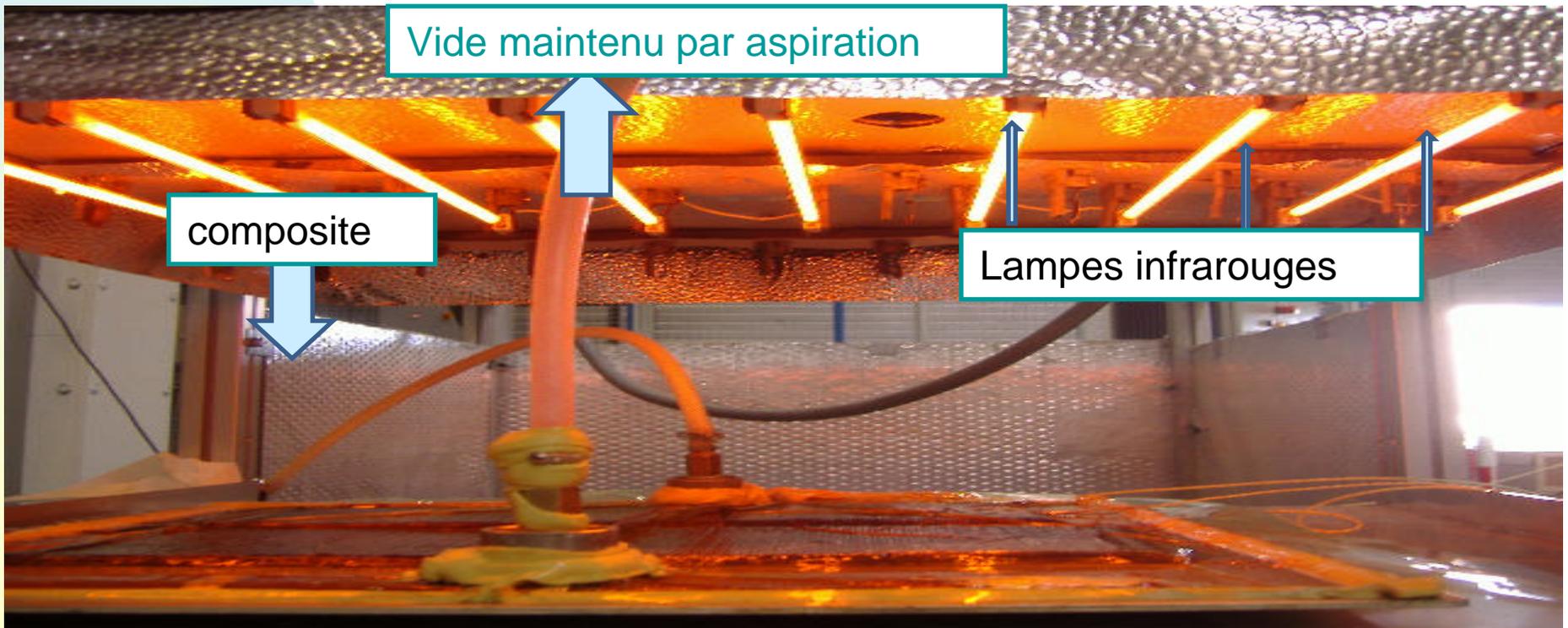
Phase I: Injection sous vide

FLUIDIFICATION DE LA RÉSINE

(60°C)

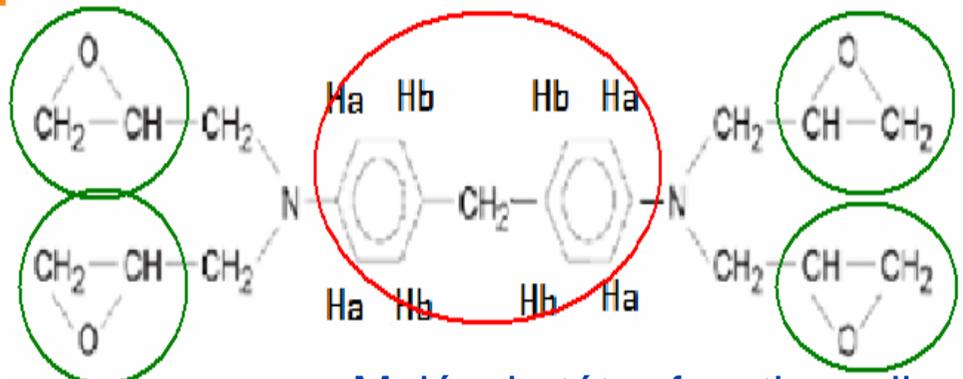
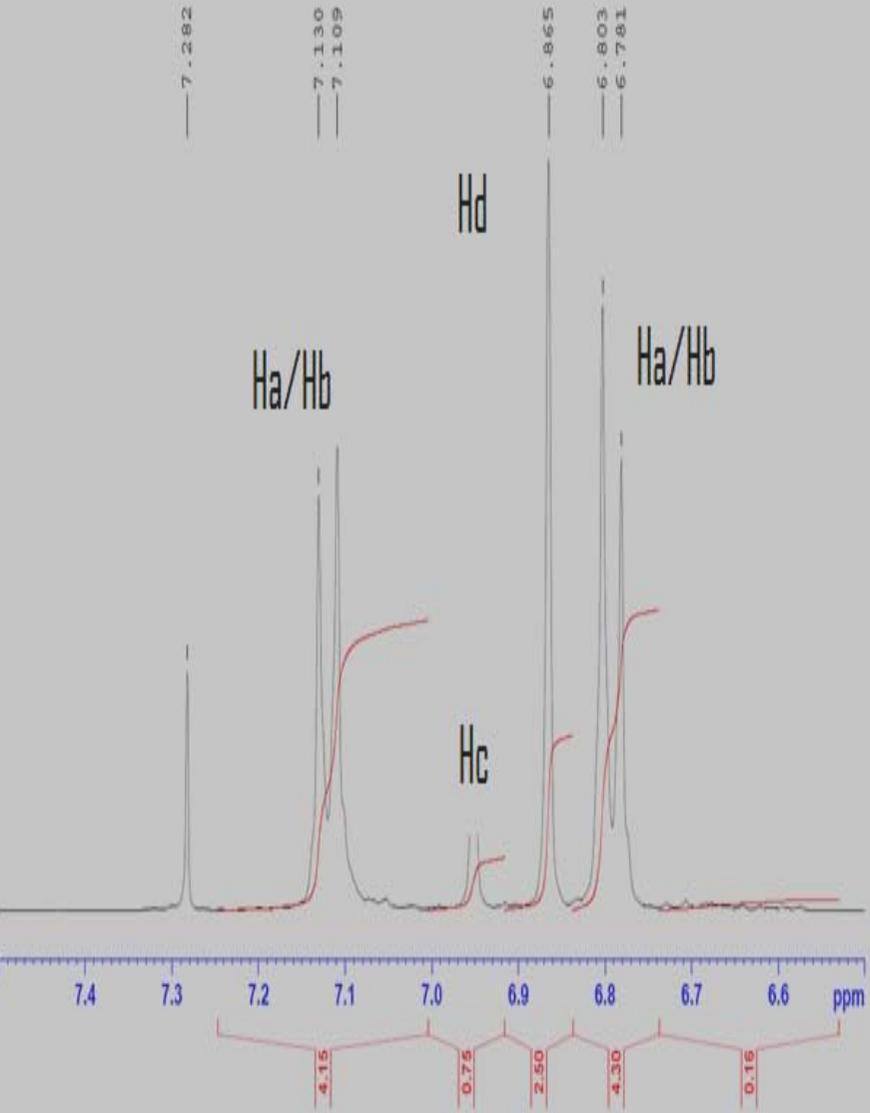


- ACTIVATION THERMIQUE ET CHIMIQUE DE LA RESINE (180°C)

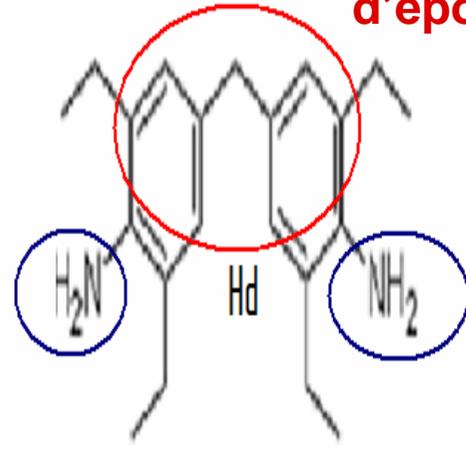


- Transmission du rayonnement IR à travers le composite
- Étude sur la résine pure
- Cinétique chimique de chauffage
- Conclusion et perspectives

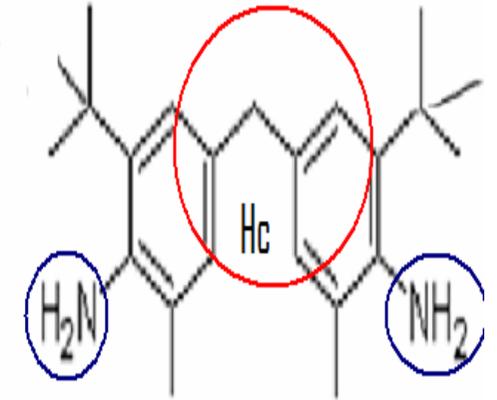
Spectre cycles aromatiques RTM7 (RMN ¹H)



Molécule tétra-fonctionnelle
d'époxy **TGDMA 72%**



Amine I - 83%



Amine II - 17%

Total amines 28%

Réactions durant la réticulation

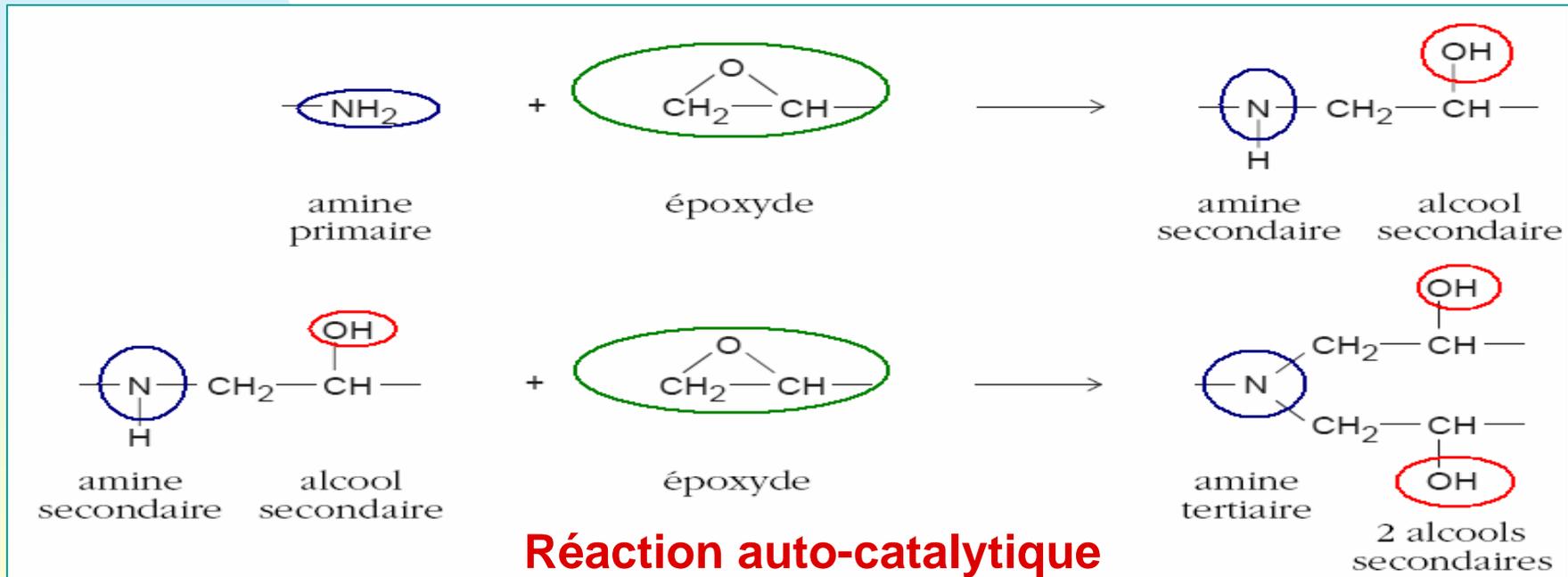
Processus d'ordre N



Processus auto-catalytique

Réaction lente, exothermique, débute la réticulation

Réaction rapide exothermique, autocatalytique par la succession de OH



Cependant, réactions parasites peuvent se produire: estérification de l'époxy.

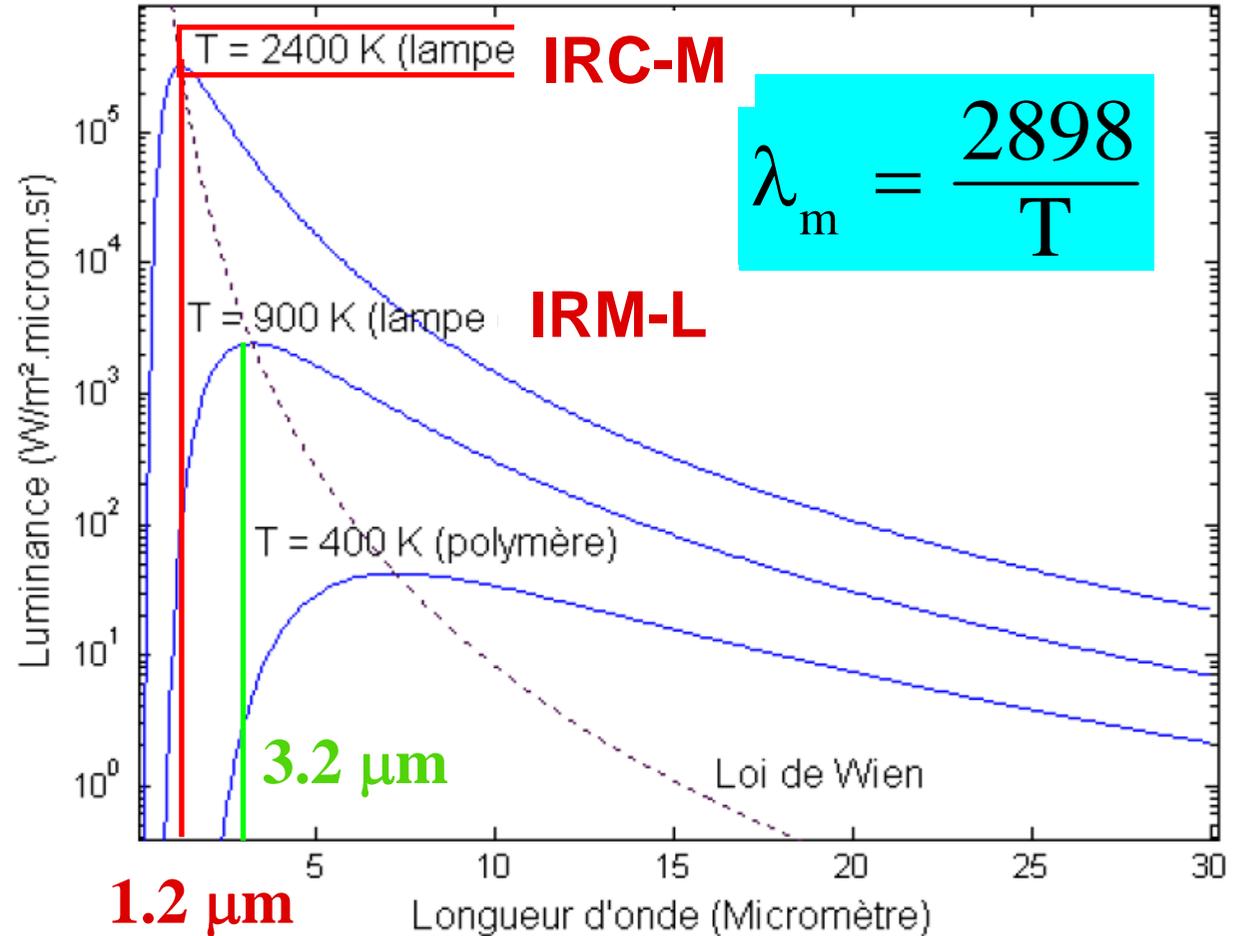
➡ diminue la dureté du composite final par création de liaisons esters.

- Luminance corps noir (loi de Planck)

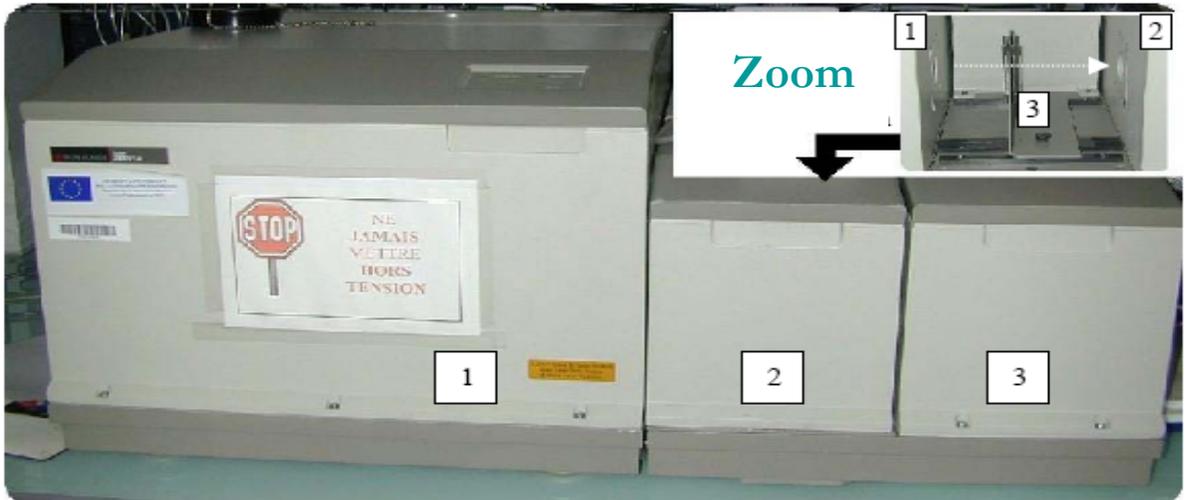
$$L_{\lambda}^{\circ}(T) = \frac{c_1 \lambda^{-5}}{e^{\left(\frac{c_2}{\lambda T}\right)} - 1}$$

- Loi de Stefan-Boltzman

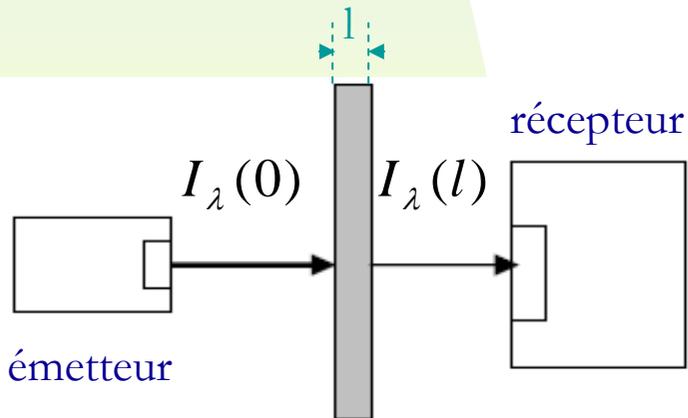
$$\int_0^{\infty} L_{\lambda}^{\circ}(T) d\lambda = \frac{\sigma \cdot T^4}{\pi}$$



Caractérisation en transmission IR (1-25 μm)



Spectromètre FTIR Perkin Elmer

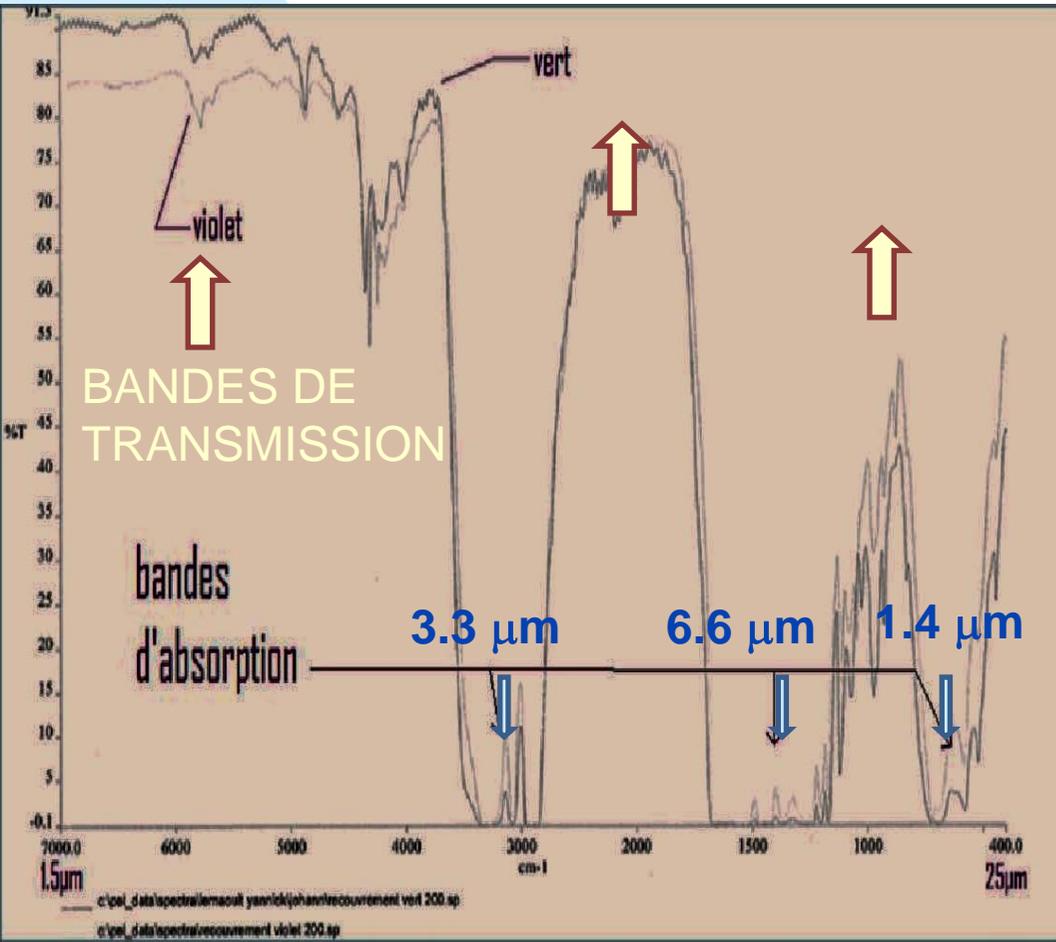


■ Beer-Lambert law:

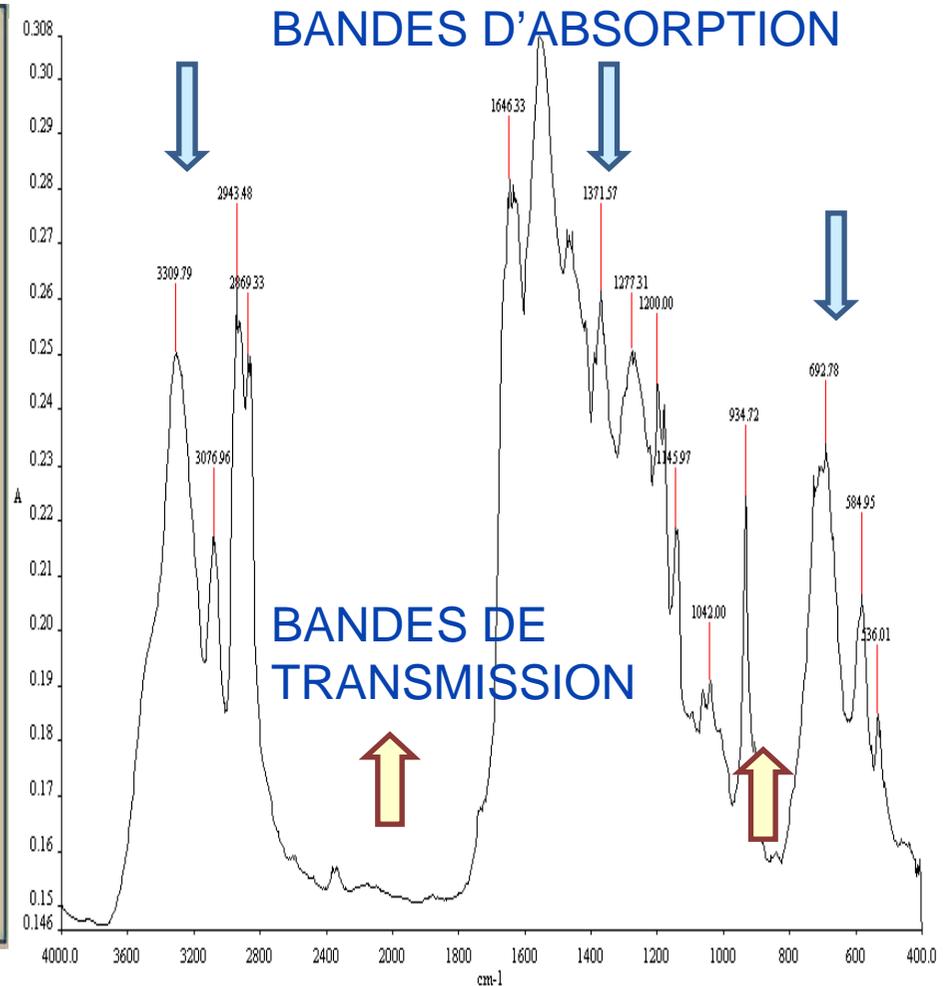
$$T_{\lambda} \approx \log \left(\frac{I_{\lambda}(l)}{I_{\lambda}(0)} \right) \approx \exp(-\underbrace{\kappa_{\lambda}}_{\text{Coefficient d'absorption}} \cdot \underbrace{l}_{\text{Épaisseur échantillon}})$$

Coefficient
 d'absorption

Transmission du rayonnement à travers les composants

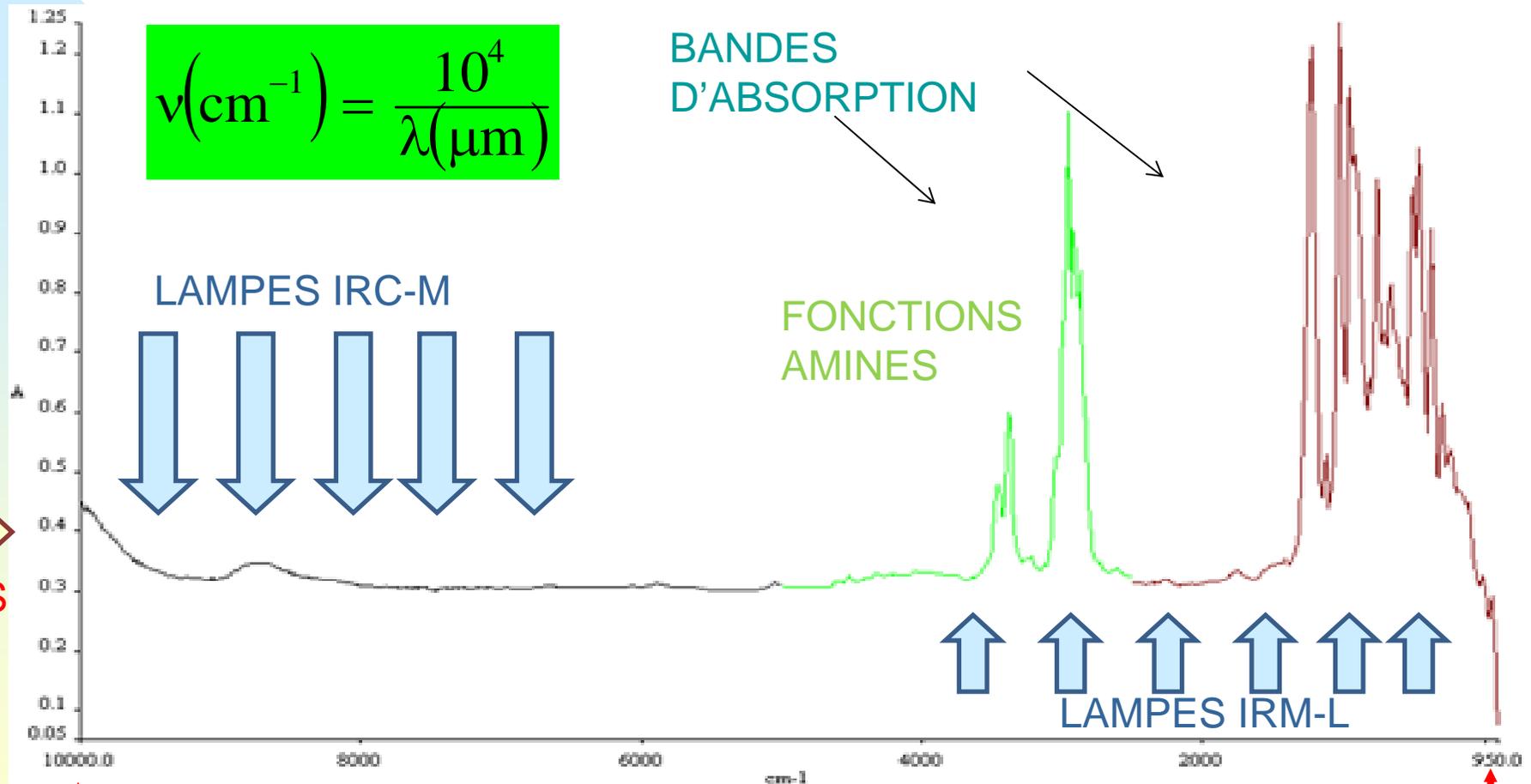


Coefficient de **transmission**(%) du film de recouvrement VS. nombre d'onde (cm-1)



Coefficient **d'absorption** du tissu d'arrachage VS. nombre d'onde (cm-1)

Transmission du rayonnement à travers la résine

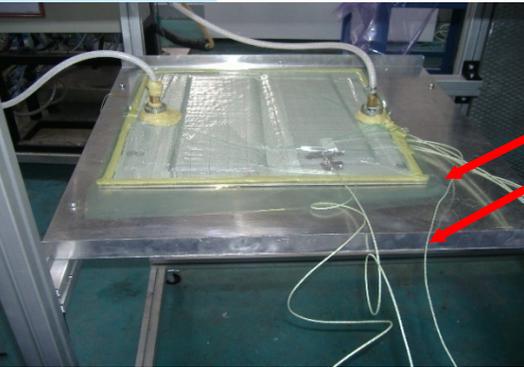


$\lambda = 1 \mu\text{m}$

$\lambda = 2.5 \mu\text{m}$

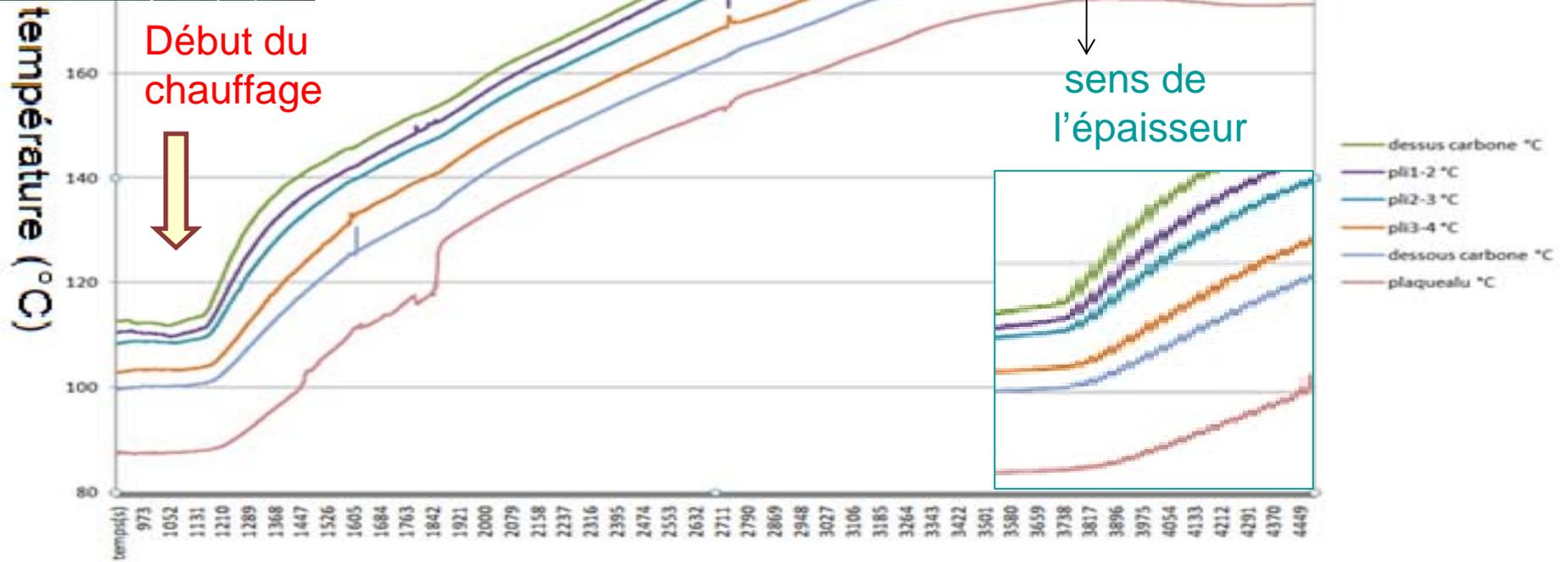
$\lambda = 10 \mu\text{m}$

Transmission du rayonnement à travers le composite - III



Thermocouples
type K

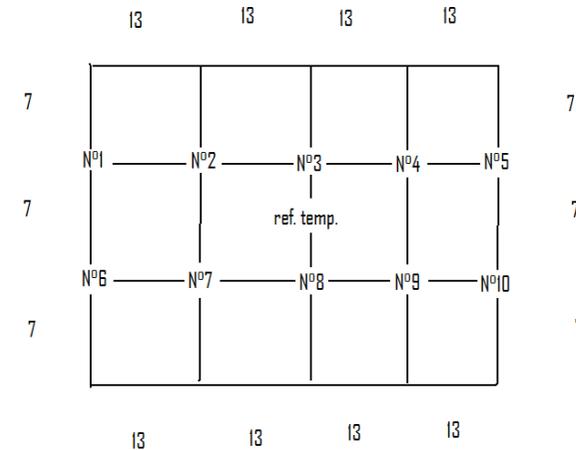
RAYONNEMENT



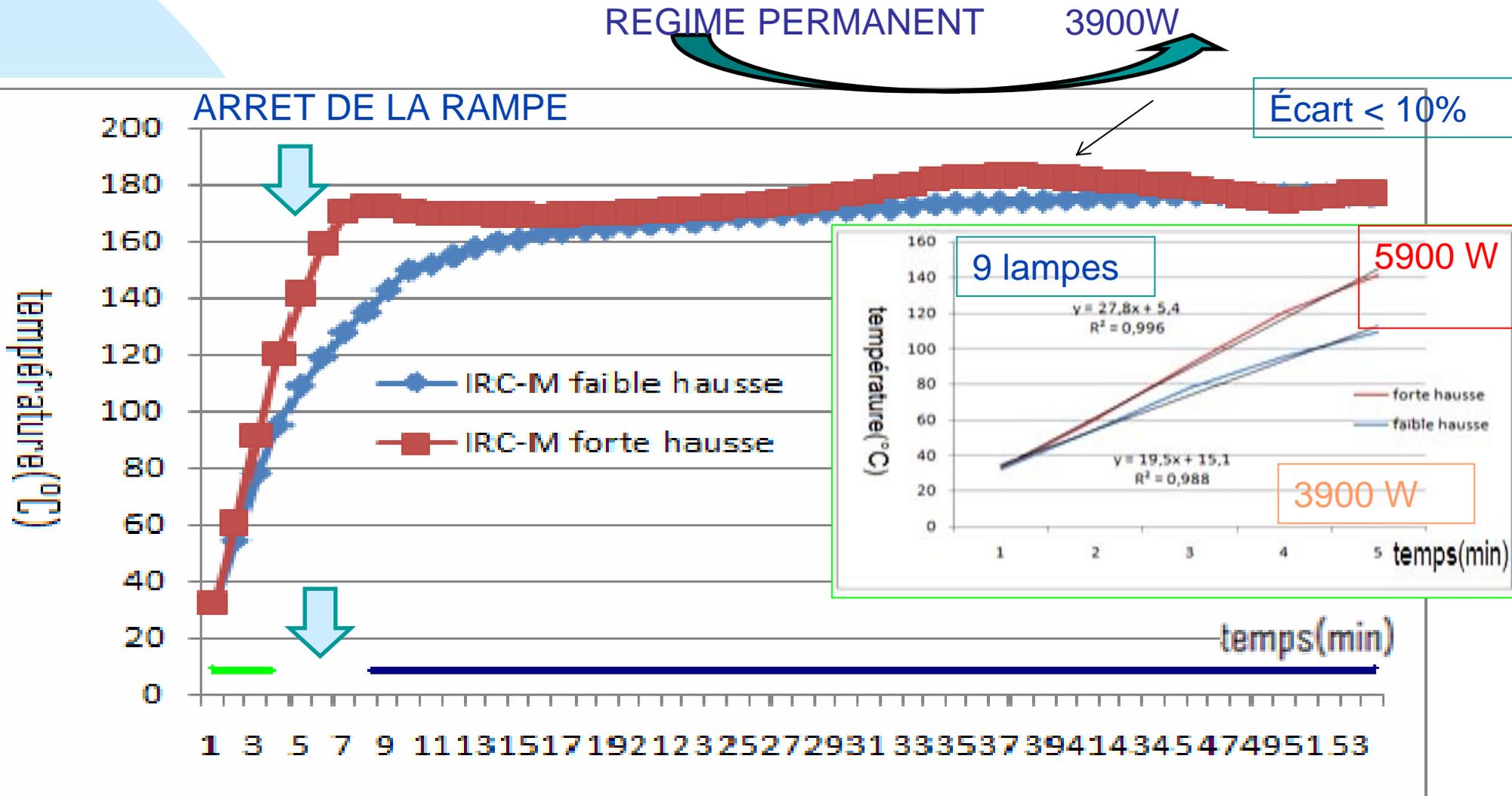
EVOLUTION DE LA TEMPERATURE VS. TEMPS (S)

- Test sur de la résine pure dans les même conditions LRI
 - Coupelles aluminium 20mL, 4.5 ± 0.5 g de résine, recouvrement (tissu d'arrachage, tissu drainant, mastic, ...)

- 9 lampes IR pour le chauffage
 - Température VS. temps (Thermocouple)
 - Taux et vitesse de réticulation VS. temps par DSC
 - Répartition des vitesses selon le modèle de Kamal-Sourour

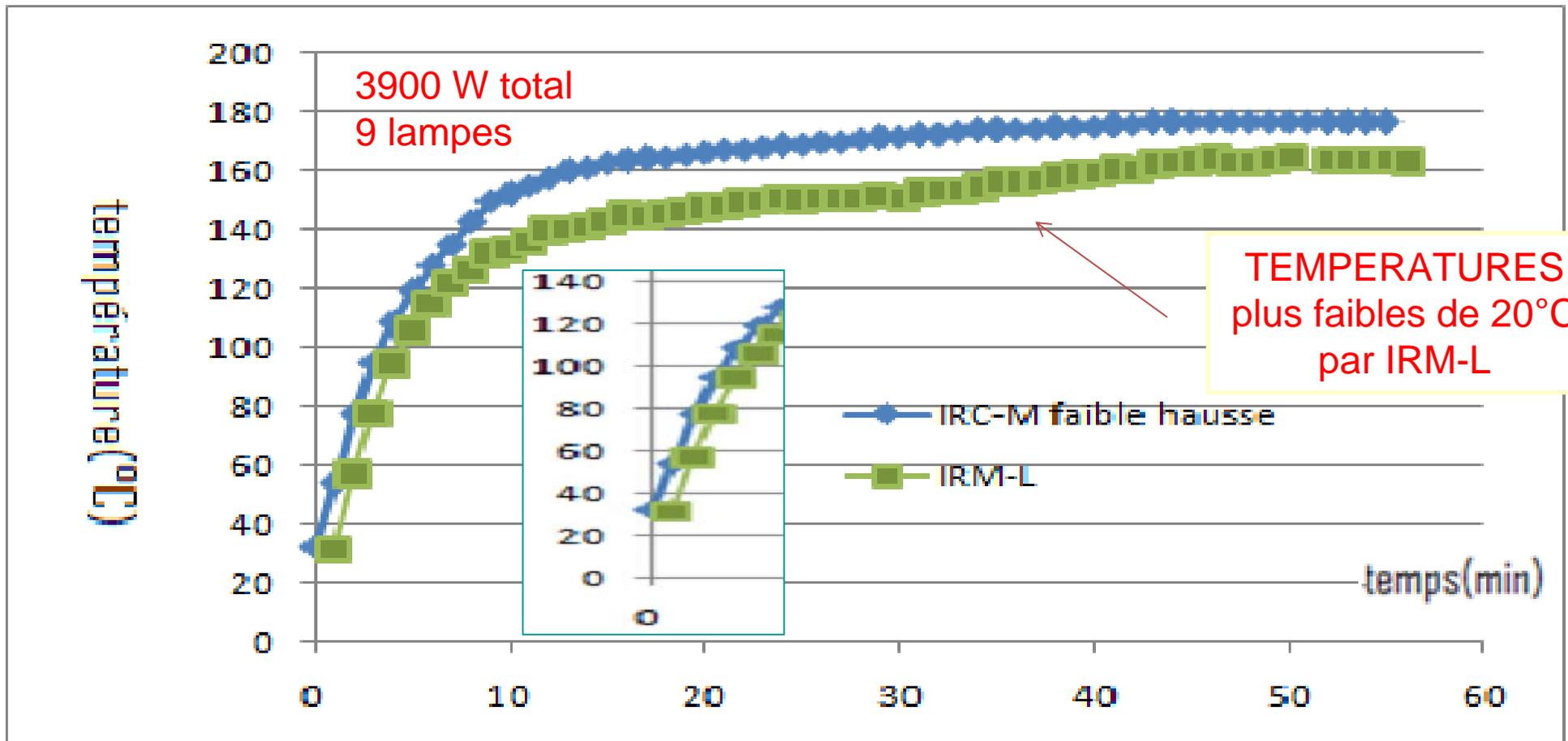


Effet de la hausse en température sur la résine pure



EVOLUTION DE LA TEMPERATURE VS. TEMPS (S)

Effet de la longueur d'onde sur la résine pure



EVOLUTION DE LA TEMPERATURE VS. TEMPS (S)

GAINS POUR ATTEINDRE 160°C

- IR C-M faible hausse sur IRM-L

%temporel = 67%

%énergie = 63%



A puissance égale, L'IRC-M chauffe mieux

- IR C-M forte hausse sur faible hausse

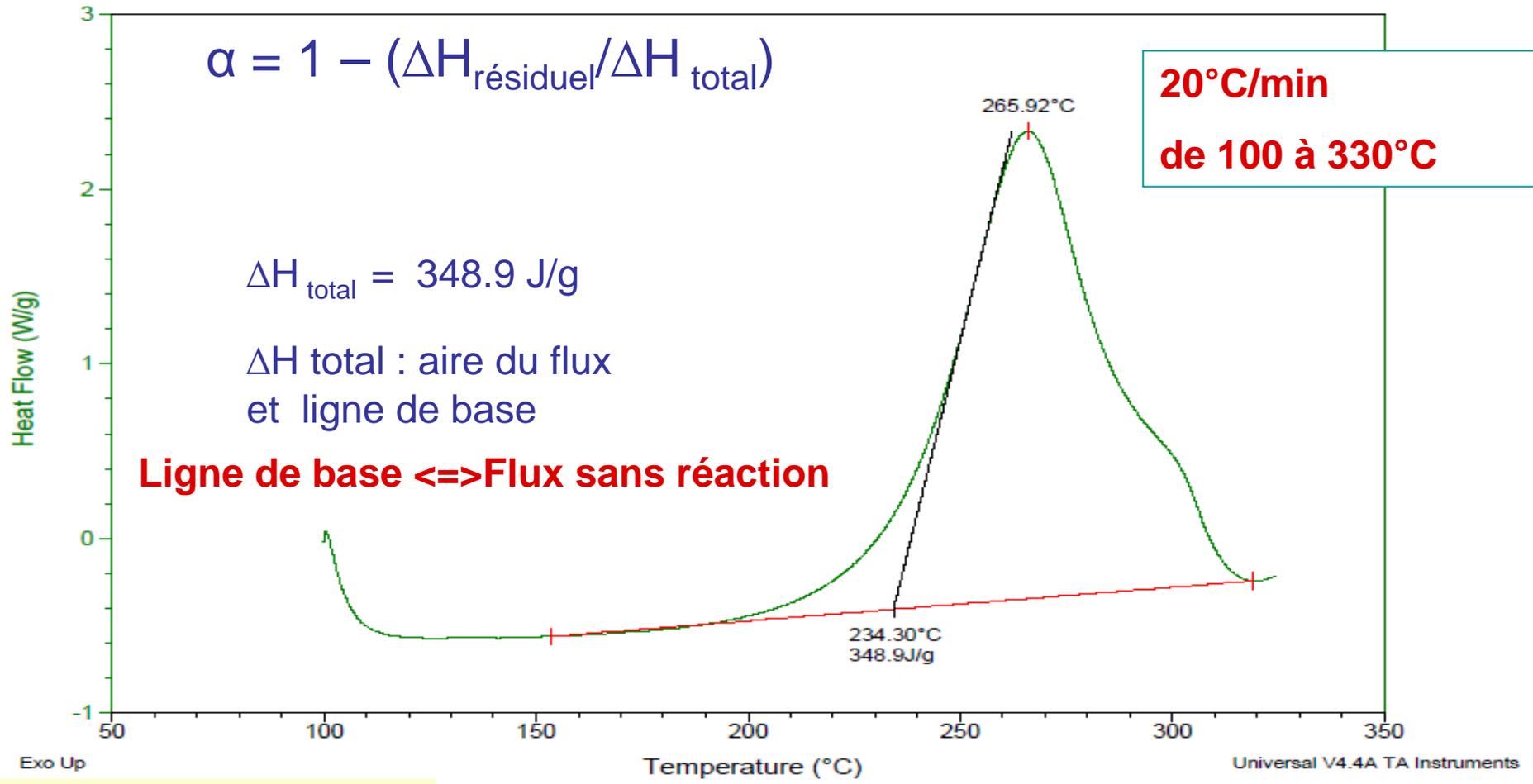
%temporel = 54%

%énergie = 29%



La hausse initiale en température est aussi importante

Évolution du flux de chaleur VS. temps de cuisson dynamique

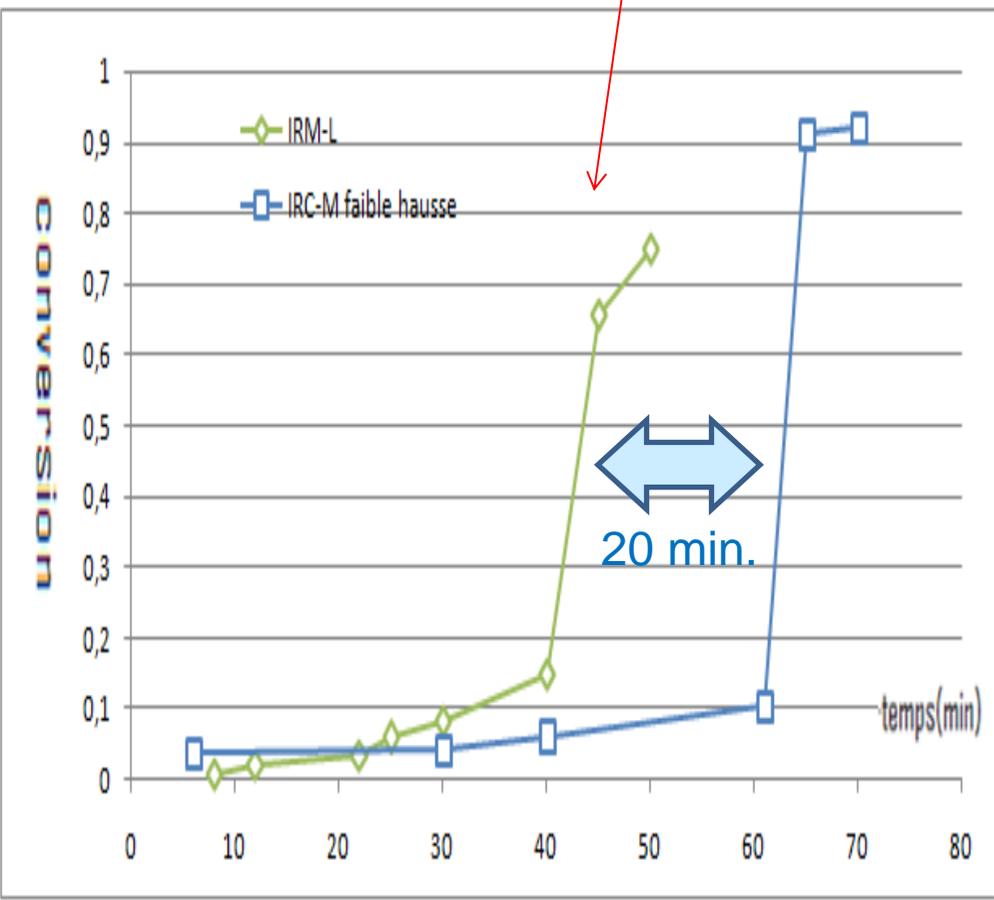


Conversion VS. temps de cuisson

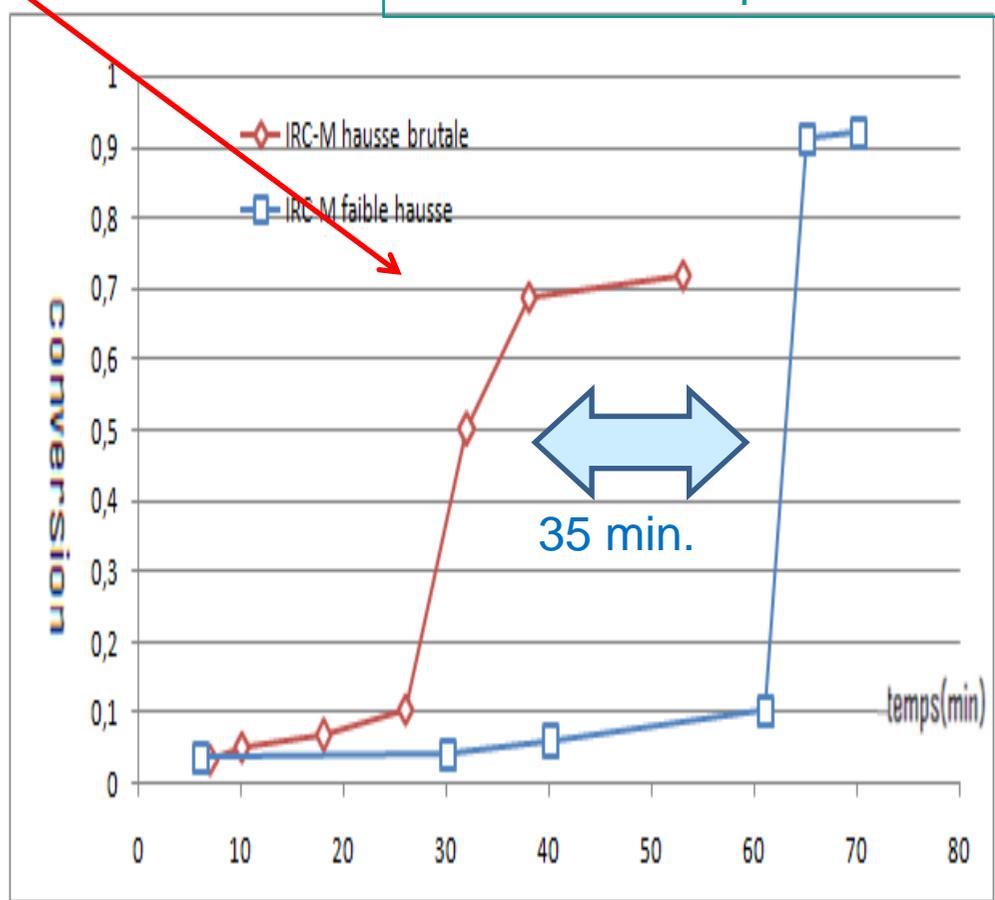
Faible conversion finale



Compromis entre vitesse et réticulation complète

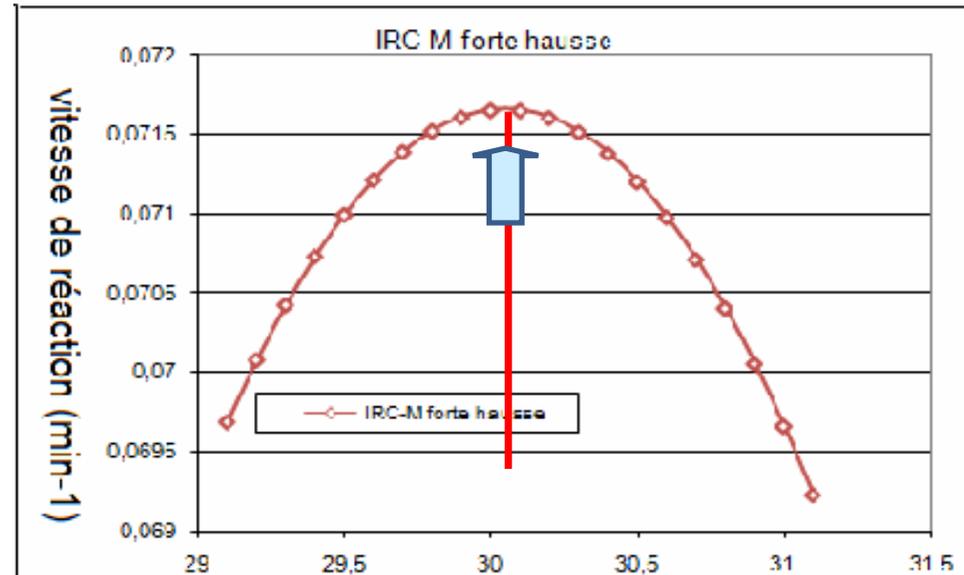
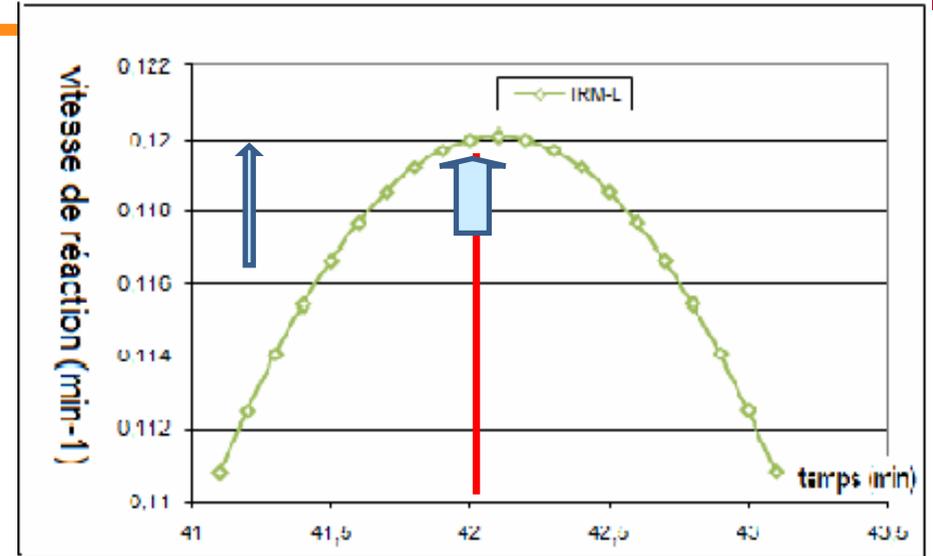
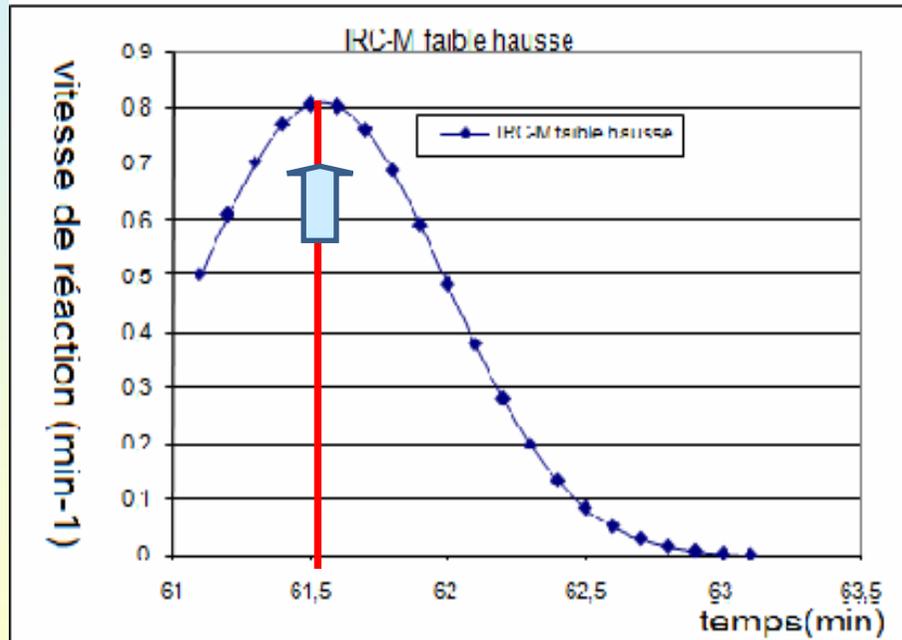


(min)



(min)

Interpolation des données
expérimentales



Maxima cinétique ⇔ point recherché

- Modèle de Kamal-Sourour (KS)
 - loi empirique de cinétique

$$\frac{d\alpha}{dt} = (k_1 + k_2\alpha^m)(1 + \alpha)^n$$

$$k_i = A_i e^{\frac{E_i}{RT}}$$

- Fonctionne sur 2 processus : ordre N (k_1) et auto-catalytique (k_2)
- Vérifié pour le chauffage IR?
- Voir comment le chauffage active la résine

$$\frac{d\alpha}{dt} = \left(k_1 + k_2 \alpha^m \right) (1 + \alpha)^n$$

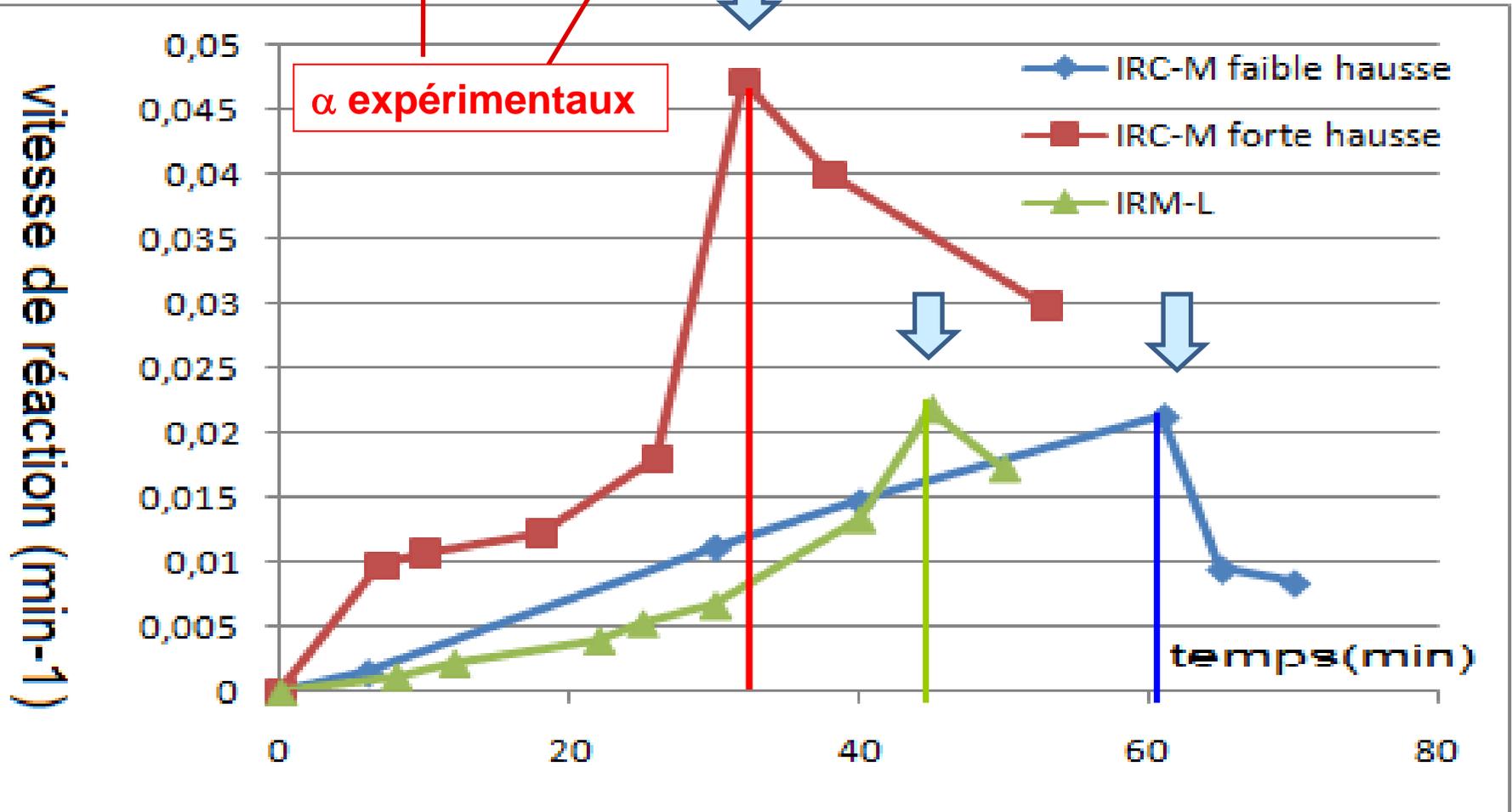


Tableau récapitulatif des 3 méthodes

Modèles\ modes de chauffage (min)	IRC-M forte hausse	IRC-M faible hausse	IRM -L
Prédictions thermiques	32	38	52
KS selon α expérimentales	32	61	44
Vitesses expérimentales	30	61.5	42

-Le modèle KS selon α expérimentales est satisfaisant

-IRC-M forte hausse dépend du principe thermique

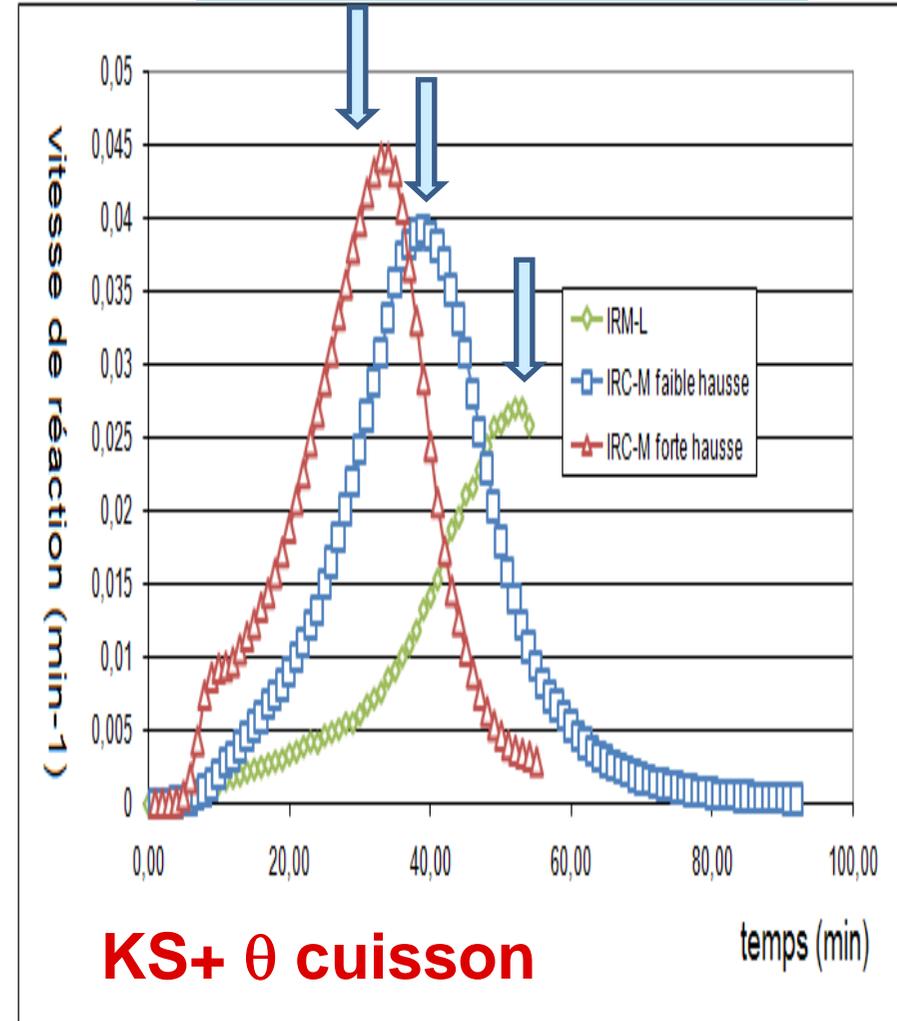
Activation thermique et chimique

- IRC-M faible hausse est plus lent que prévu

- IRM-L est plus rapide que prévue

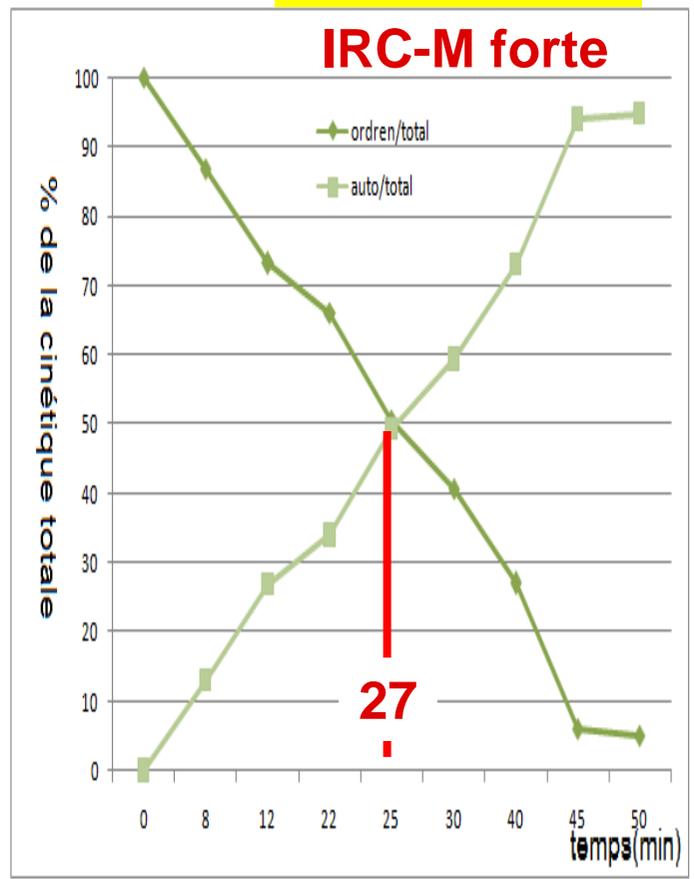
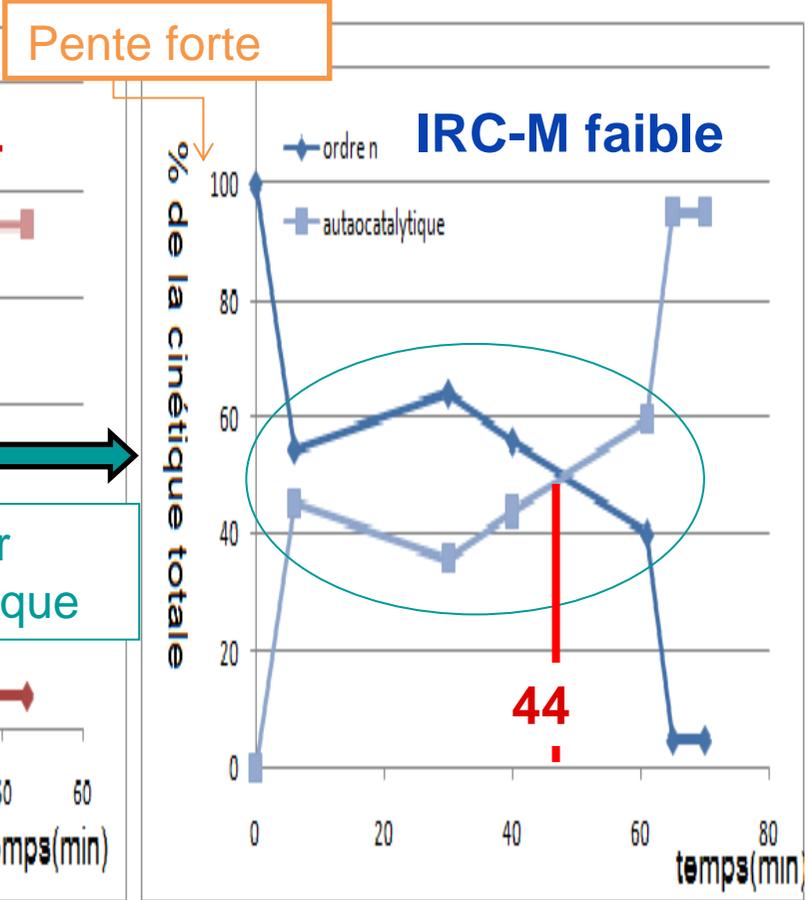
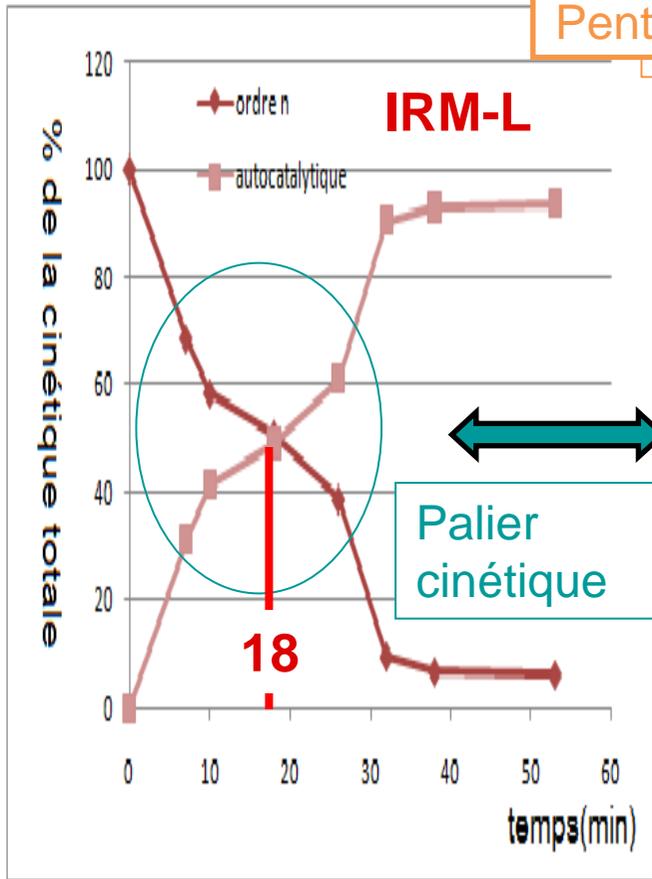
—————> favorise le processus autocatalytique

Prédictions thermiques



Processus autocatalytique $\Rightarrow \frac{d\alpha}{dt} = k_2 \alpha^m (1 + \alpha)^n$

Processus d'ordre N $\Rightarrow \frac{d\alpha}{dt} = k_1 (1 + \alpha)^n$



Répartition de la cinétique selon les processus IRC-M forte hausse/IRC-M faible hausse/IRM-L

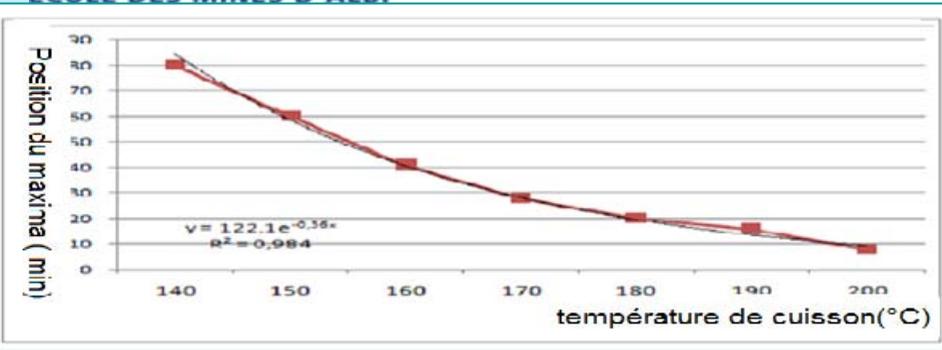
Conclusion

- La faisabilité du mode de chauffage est démontrée. Il semble être apte à une application industriel car rapide et économe en énergie
- Le chauffage par IRC-M est plus efficace en terme d'élévation de température et favorise la cinétique du processus d'ordre N
- Le chauffage par IRM-L favorise la cinétique auto-catalytique

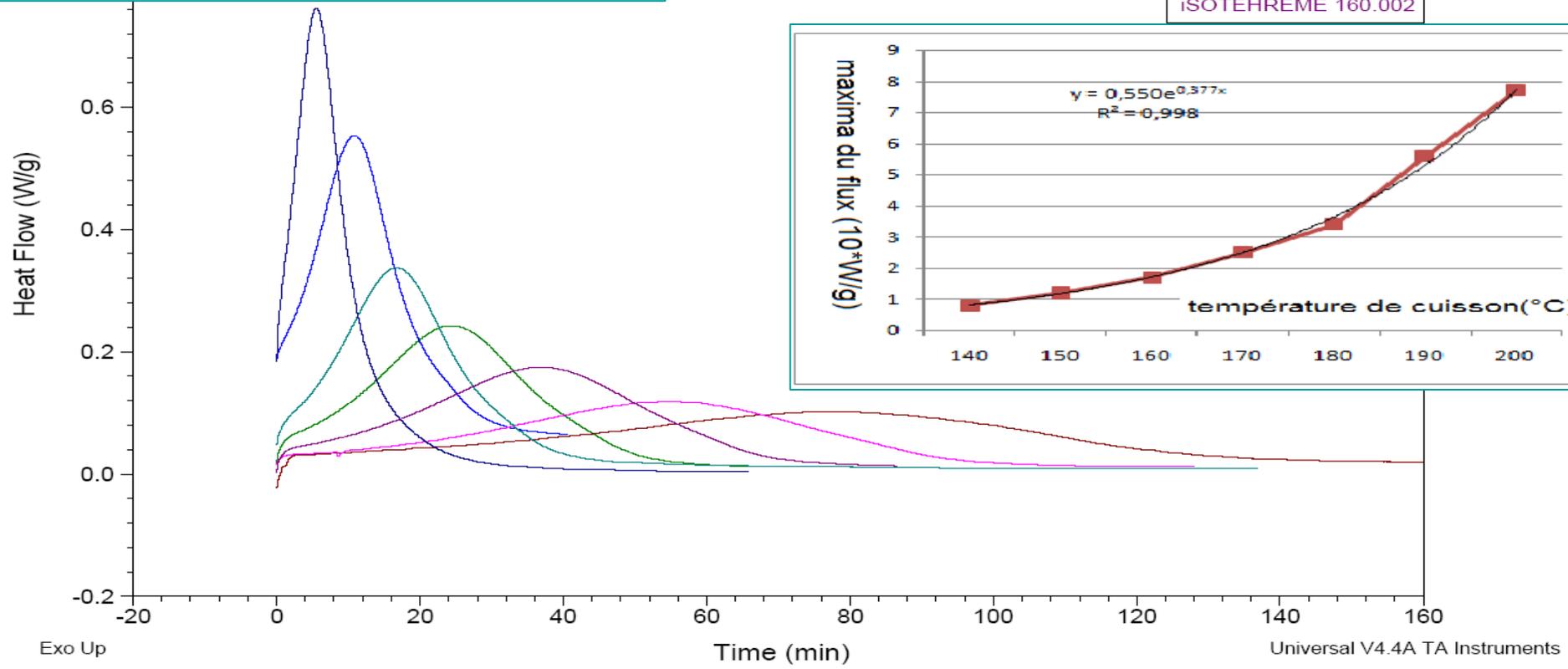
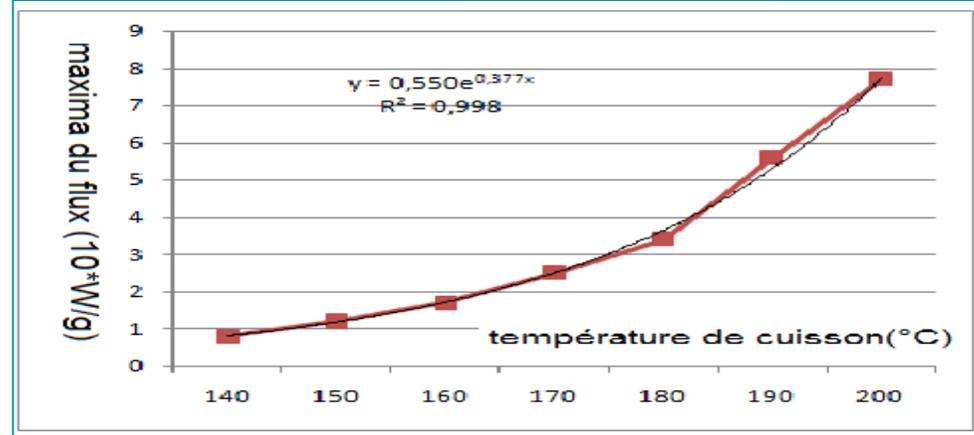
- Chauffage mixte : IRC-M dans les premières minutes suivi de l'IRM-L pour le reste de la réticulation
- Tenter de trouver le modèle mécanistique de cinétique selon d'autre approche que KS: Mangelsdorf, trimoléculaire,...
- Tests propriétés mécaniques
- Simulation numérique de la cinétique de réaction et du chauffage IR

MERCI DE VOTRE ATTENTION

Merci aux techniciens : K. Choquet et C. Boachon



- iSOTEHREME 170.001
- iSOTEHREME 190.002
- iSOTEHREME 140.001
- iSOTEHREME 150.001
- iSOTEHREME 180.001
- iSOTEHREME 200.001
- iSOTEHREME 160.002



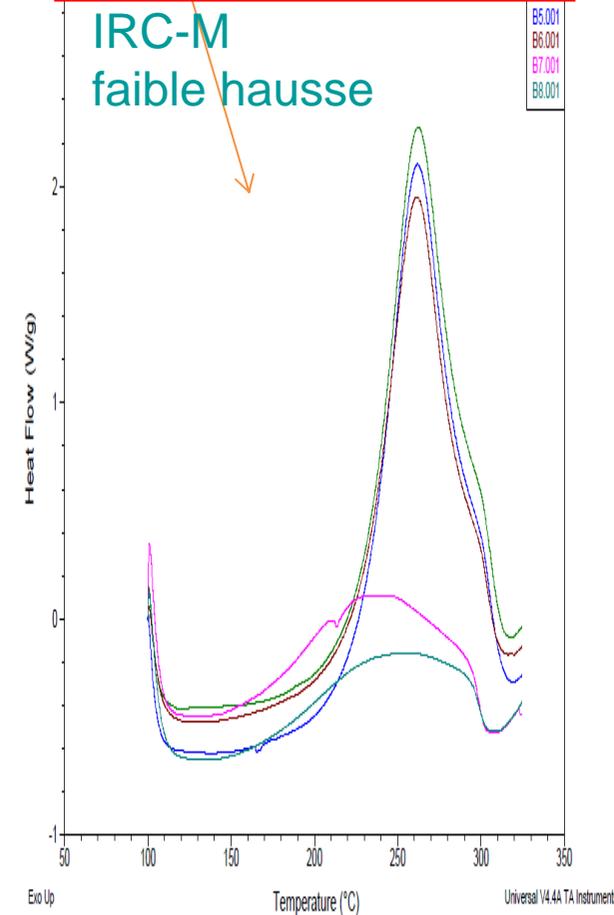
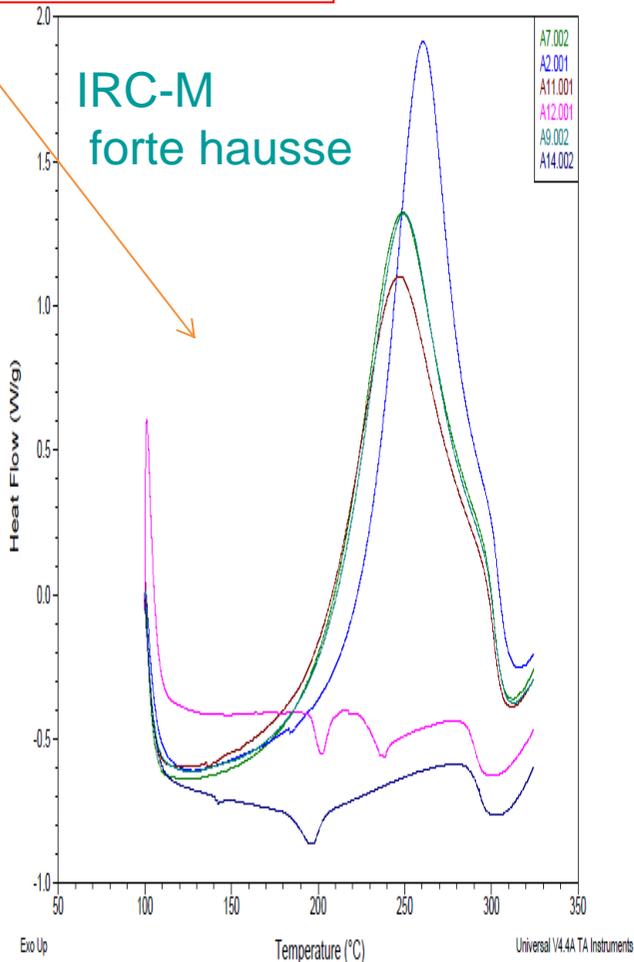
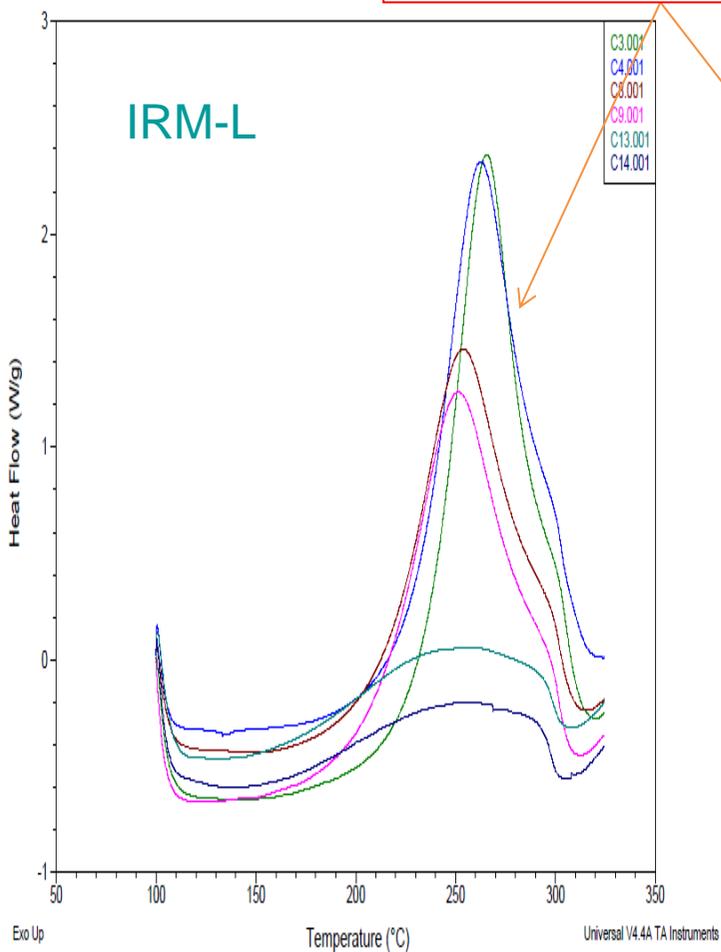
Flux de chaleur VS. Temps selon la température de cuisson isotherme

ÉTUDE SUR LA RESINE PURE



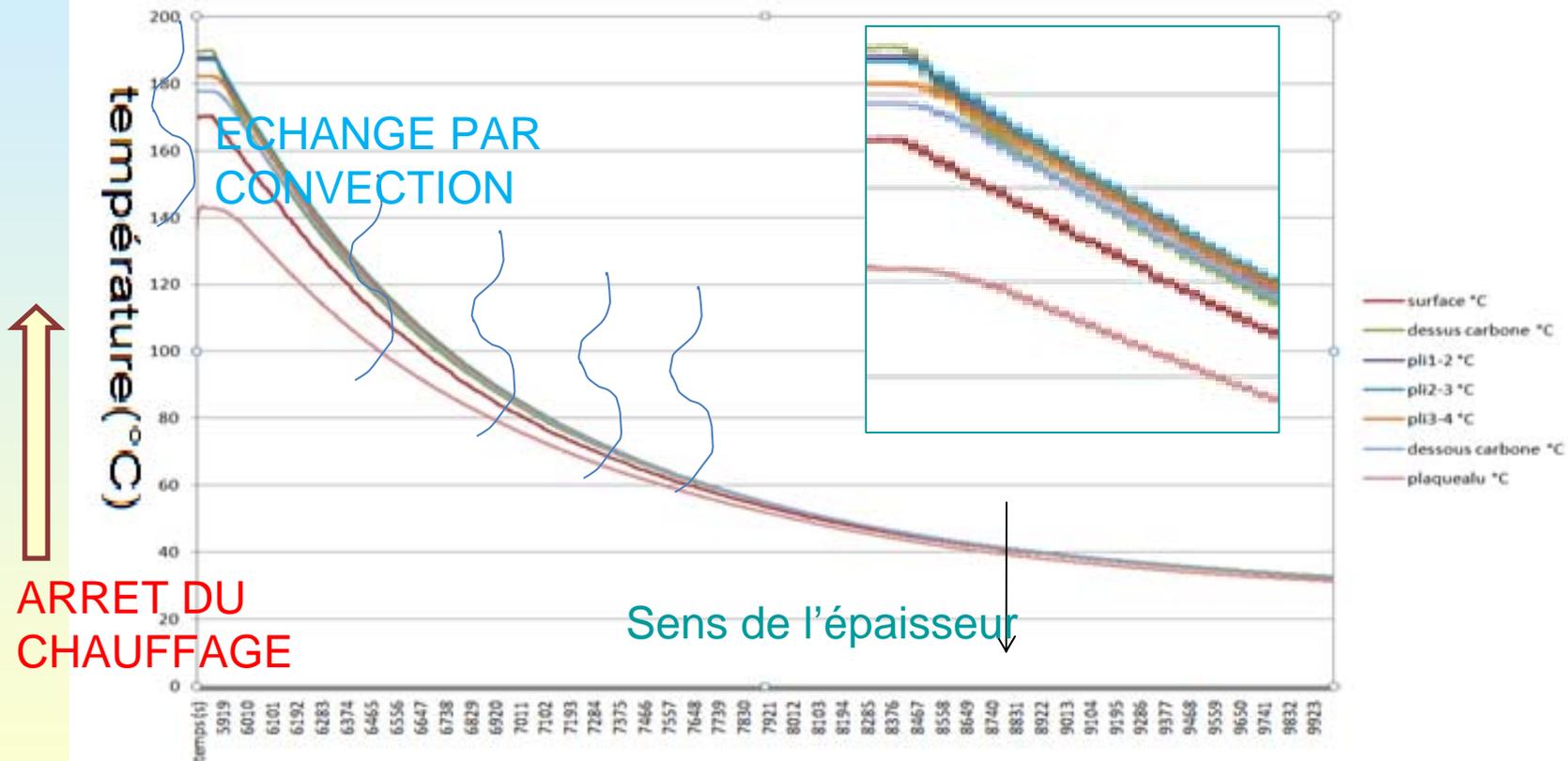
Les maxima se décalent

Les maxima ne se décalent pas



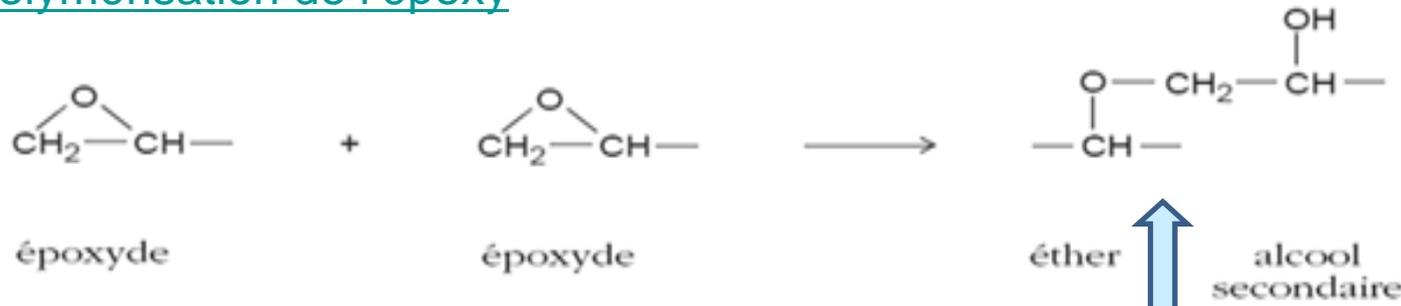
Évolution du flux de chaleur VS. Température

TRANSMISSION DU RAYONNEMENT A TRAVERS LE COMPOSITE

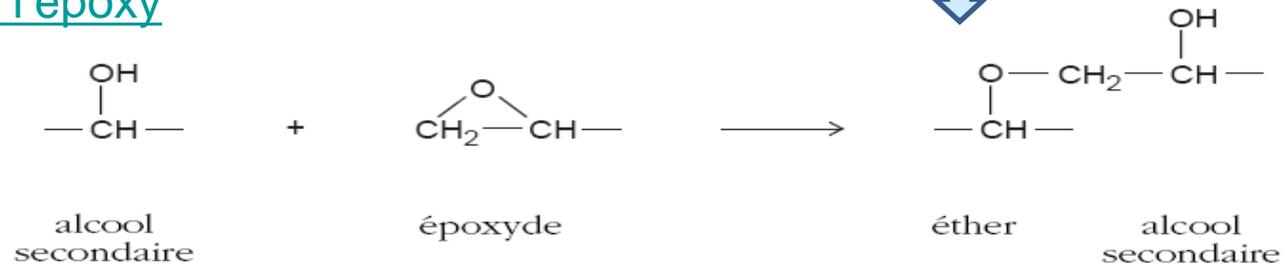


EVOLUTION DE LA TEMPERATURE VS. TEMPS (S)

Homopolymérisation de l'époxy



Ethérification de l'époxy



Réaction secondaire ayant lieu lors de la réticulation.

Ces réactions diminuent les caractéristiques mécaniques du composite par la création de liaison éther