

TPA (MED3 1122) : Mise en œuvre des composites : Moulage au contact & Pré-Imprégnés

Le but de ce TP est de se familiariser avec deux méthodes de fabrication des matériaux composites : de comprendre les différentes étapes de production, les sources d'erreur et les différences entre la théorie et la mise en œuvre.

Jean-Baptiste Desbrest - jean-baptiste.desbrest@epfl.ch
Pierre-Etienne Bourban - pierre-etienne.bourban@epfl.ch

Introduction

En fonction des performances désirées, des coûts de fabrication et du volume de production, il existe de nombreuses méthodes de mise en œuvre des matériaux composite (voir figure 1).

Pour des petites séries, le moulage au contact ou voie humide (wet lay-up) et les pré-imprégnés (prepregs) sont souvent préférés. Ce sont ces 2 méthodes que nous allons voir dans ce TP. Le moulage au contact permettra d'obtenir des pièces de performance moyenne rapidement et cela sans l'achat d'équipements importants. Les pré-imprégnés, quant à eux demanderont l'utilisation de plus de matériel mais permettront d'obtenir des pièces haute performance et avec un très bon contrôle du process de fabrication, en accord avec les designs réalisés au préalable.

Lors de ces 2 méthodes, les pièces à fabriquer sont constitués de couches de fibres (carbone, verre, lin, aramide etc.) collées ensemble par une résine (époxy, polyester, vinylester etc.) et appliquées sur un moule positif ou négatif selon la géométrie de la pièce. Ce moule peut être fabriqué en plusieurs matériaux : en bois, en métal ou en composite.

Pour le moulage au contact, les résines polymérisent généralement à température ambiante, un moule en bois pourra donc être utilisé. Pour les pré-imprégnés, une cuisson est nécessaire pour polymériser la résine (généralement entre 80 et 180°C), les moules peuvent parfois être réalisés en fibre de carbone pour éviter leur déformation lors de la cuisson, ce qui nuirait à la qualité de la pièce. Pour des pièces à géométries simples, des moules réalisés à partir de plaques d'aluminium sont généralement utilisés, car peu coûteux et résistants aux températures de cuisson élevées.

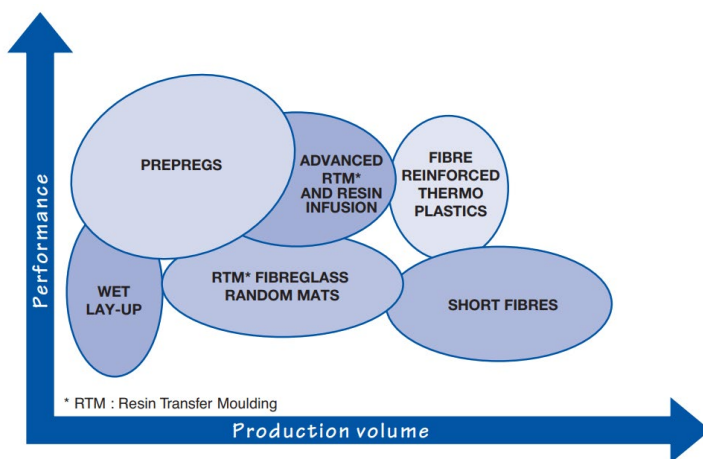


Figure 1 : (gauche) Principales méthodes de fabrication des matériaux composites Source :

https://www.hexcel.com/user_area/content_media/raw/Prepreg_Technology.pdf

(droite) Pour des projets comme Solar Impulse où l'optimisation des designs et du poids est cruciale, l'utilisation de pré-imprégnés s'impose d'elle-même car elle permet de meilleures propriétés mécaniques ainsi qu'un meilleur contrôle de la production. Source : decision.ch

La T_g

Que ce soit pour les pré-imprégnés ou pour la voie humide, de nombreuses résines thermodurcissables peuvent être utilisées : époxy, polyester, phénolique etc. L'époxy est facilement mise en œuvre et est généralement utilisée pour des pièces à hautes propriétés mécaniques. C'est cette résine qui sera utilisée dans ce TP.

Une des propriétés les plus importantes d'un système époxy est sa température de transition vitreuse T_g . Comme les époxydes sont des matériaux thermodurcissables et réticulent chimiquement pendant le processus de durcissement (étapes A,B,C et D dans la figure 2 ci-contre), le matériau époxy durci ne fond pas et ne refond pas lorsqu'il est chauffé (à la différence des matériaux thermoplastiques), mais il subit un léger ramollissement (changement de phase) à hautes températures. La température de transition vitreuse (T_g), à ne pas confondre avec le point de fusion (T_m), est la plage de température dans laquelle un polymère thermodurcissable passe d'un état dur, rigide ou "vitreux" à un état plus souple, ou plus "caoutchouteux".

En pratique, le contrôle de la T_g est très important car il permet de changer les propriétés mécaniques d'une pièce composite. Ainsi, comme présenté dans la figure 3 : une pièce composite avec une T_g élevée aura une meilleure résistance qu'une même pièce à T_g plus faible. De même, une pièce à T_g élevée sera plus tolérante pour travailler à des températures élevées.

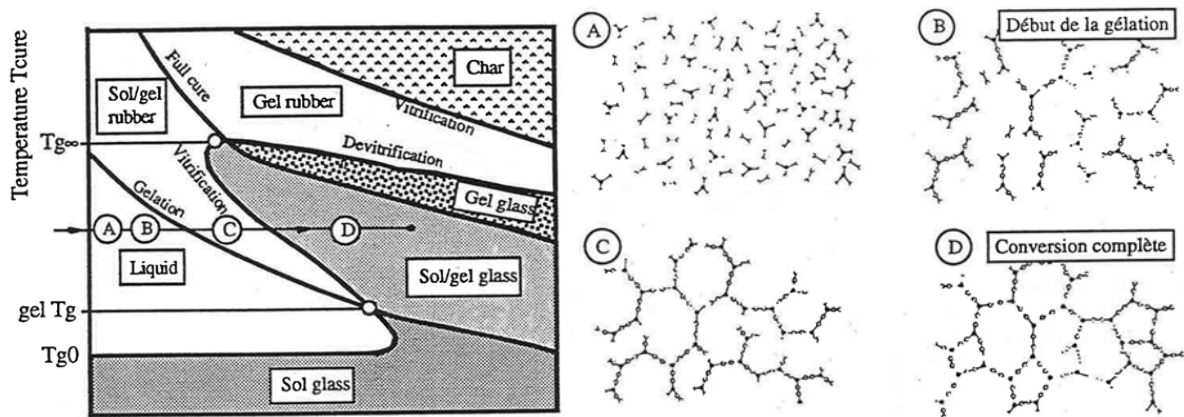


Figure 2 - Diagramme TTT d'une résine époxy et représentation de la réticulation : (A) composants n'ayant pas réagi ; (B) croissance linéaire et branchement des chaînes ; (C) gel formé ; (D) produit complètement réticulé.

Le contrôle de la T_g

La T_g d'un composite dépend de la structure chimique de sa résine, du type de durcisseur utilisé mais aussi fortement du cycle de cuisson de la pièce. Ainsi, en fonction de ce dernier, la T_g d'une pièce composite pourra aller de T_{g-0} à $T_{g\infty}$ (figure 2 ci-dessus).

Pour le moulage au contact, et les durcissements à température ambiante, des valeurs de T_g très élevées ne sont pas réalisables, la T_g sera généralement autour de 50°C ou 80°C en fonction du système époxy. Cependant, si la même pièce est cuite à une température élevée, il en résultera une T_g bien plus élevée et proche de $T_{g\infty}$. Par exemple, une pièce en composite pourrait avoir une T_g entre 60°C et 110°C, selon son cycle de cuisson.

Généralement les fabricants de résine fournissent les cycles de cuisson optimaux afin d'atteindre les meilleures performances en fonction de l'utilisation de la pièce fabriquée. Néanmoins, lors de la mise en œuvre, il est aussi important de maintenir un contrôle strict de la température dans l'environnement de production pour ne pas altérer les propriétés du composite. En plus de cela, la température de transition vitreuse des époxydes peut aussi être considérablement réduite par l'absorption d'humidité, ce facteur doit donc aussi être contrôlé lors de la mise en œuvre des pièces.

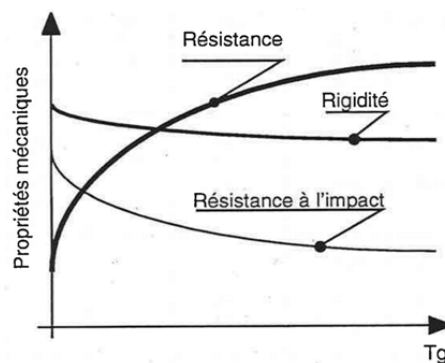


Figure 3 : Influence de la T_g sur les propriétés mécaniques d'un composite

Les procédés utilisés dans ce tp

LE MOULAGE AU CONTACT

Lors du moulage au contact, des tissus secs (dry reinforcement fabric) sont imprégnés de résine (resin) et ensuite laminés à la main. La polymérisation peut ensuite se faire à température ambiante ou dans un four. La plupart du temps les pièces sont aussi mises sous vide à l'aide d'une bâche et d'une pompe avant la polymérisation de la résine pour permettre la compaction des tissus et pour évacuer les bulles d'air. Une fois la résine polymérisée, les pièces peuvent être post-cuites pour augmenter la Tg de la résine et ainsi les propriétés mécaniques.

Bien que simple à mettre en œuvre, ce procédé est tout de même contraignant car il faut préparer le mélange résine-durcisseur et enduire ensuite tous les tissus un à un, en prenant soins de mettre une quantité de résine aussi régulière que possible. La qualité du composite final dépend donc énormément de l'opérateur et les propriétés mécaniques ne sont pas forcément constantes pour une grande pièce. En plus de cela, les résines dégagent généralement des gaz toxiques et provoquent des irritations de la peau, elles doivent par conséquent être manipulées avec précautions.

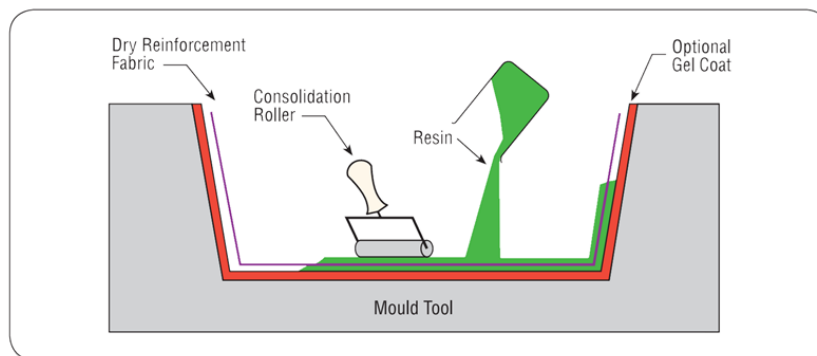


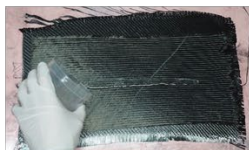
Figure 4 - Les éléments de la mise en œuvre par moulage au contact

Source : <https://www.gurit.com/-/media/Gurit/Datasheets/guide-to-composites.pdf>

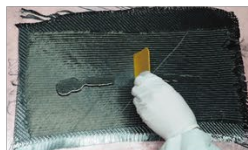
Pour les pièces épaisses ou de grandes dimensions (coque de bateau, piscine etc.) il est aussi souvent préférable de laminier les pièces en plusieurs étapes. En effet, le fait que la résine polymérise à température ambiante au bout d'un temps donné ne permet pas à l'opérateur de poser toutes les couches de tissus avant le durcissement.



1. Préparation du mélange résine durcisseur



2. Imprégnation des tissus à la main avec une spatule ou un pinceau directement dans le moule ou sur un plan de travail protégé.



4. Polymérisation de la résine à température ambiante, post-cuisson optionnelle et démoulage.

3. Une fois les tissus imprégnés dans le moule ou sur la pièce, le tout peut être mis sous vide pour compacter le composite et évacuer les bulles d'air

Source : Projet MAKE SP80 / Stratification du flotteur principal du prototype.

LES PRÉ-IMPRÉGNÉS

Pour les pré-imprégnés, les tissus sont livrés d'usine déjà imprégnés de résine, avec un taux constant et contrôlé. Le rôle de l'opérateur dans la qualité de la pièce finale est donc bien moindre que pour le moulage au contact. Cependant, la résine et le durcisseur étant déjà mélangés mais avec une autre formulation, les tissus pré-imprégnés doivent être stockés dans un congélateur pour éviter leur lente polymérisation.

Lors de la lamination, les tissus sont posés dans le moule selon l'échantillonnage prévu. Pour assurer les propriétés mécaniques de la pièce, une compaction par mise sous vide est effectuée régulièrement lors de la dépose des tissus. La polymérisation se fait ensuite par chauffage sous vide avec la possibilité d'ajouter une pression additionnelle dans un autoclave.

Du fait de la formulation de la résine, ce procédé est beaucoup plus propre pour l'opérateur que la voie humide. Moins de précautions particulières sont donc nécessaires quant à la toxicité des produits.

La cuisson des pré-imprégnés peut parfois occasionner des coûts énergétiques élevés. En plus de cela, il est facile de cuire de petites pièces mais des pièces comme des ailes d'avions ou des coques de bateau de plusieurs dizaines de mètres demande l'achat d'un four ou d'un autoclave de grande taille très coûteux.

La mise en œuvre avec des pré-imprégnés est donc plus chère que le moulage au contact mais donne des pièces avec des meilleures performances. Cette technique est généralement utilisée dans les applications telles que l'aéronautique, la F1, la coupe de l'America etc.

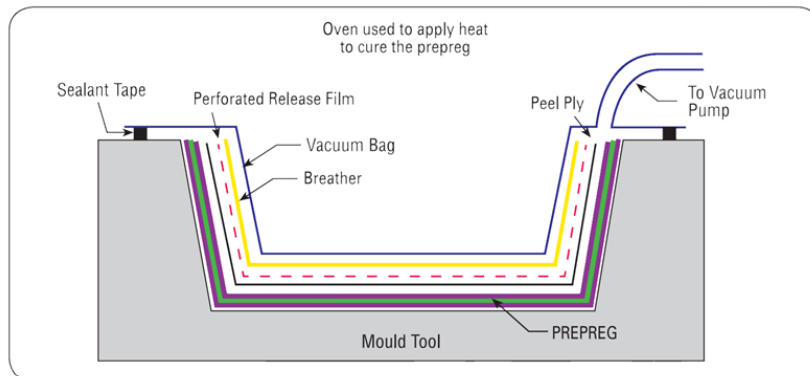


Figure 5 - Les éléments de la mise en œuvre pour les pré-imprégnés
Source : <https://www.gurit.com/-/media/Gurit/Datasheets/guide-to-composites.pdf>



Figure 6 - Eléments d'aile de l'Airbus A350XWB fabriqués en carbone pré-imprégné Source : airbus.com
Catamaran Classe C de Hydros.ch réalisé en pré-imprégnés NTPT pour la petite coupe de l'America 2015 Source : decision.ch

Plusieurs autres méthodes de production sont possibles pour mettre en œuvre les tissus pré-imprégnés : l'utilisation d'un ATL (automatic tape layering) ou d'un AFP (automatic fiber placement) pour la dépose des plis ou encore l'utilisation de presse pour le compactage et la cuisson. A titre informatif, un résumé de ces différentes méthodes est proposé dans le document suivant : https://www.hexcel.com/user_area/content_media/raw/Prepreg_Technology.pdf

LE COMPACTAGE ET LES CONSOMMABLES

Lors du laminage, il est impératif que le compactage des couches soit fait de manière adéquate. Dans le cas contraire, des porosités apparaîtront dans l'épaisseur du composite engendrant une baisse des propriétés mécaniques (module, résistance), et une augmentation des risques de fissuration prématurée sous charge (baisse de la résistance en fatigue). Pour des raisons économiques, le compactage se fait la plupart du temps par mise sous vide de la pièce, donc avec une pression de compactage d'environ 1 bar. Cependant, pour certaines applications haute performance (aéronautique ou spatial par exemple) les pièces sont compactées dans un autoclave pendant la cuisson. L'autoclave permet un contrôle de la température de cuisson couplé à l'application de pression forte, pouvant généralement aller jusqu'à 10 bars. Cela permet de fortement réduire le taux de porosité et ainsi d'augmenter les propriétés mécaniques de la pièce.

Pour les pré-imprégnés ou pour le moulage au contact, un nombre important de consommables est utilisé pour le compactage sous vide et la cuisson. Ces consommables sont à usage unique et participent à l'empreinte écologique trop importante des matériaux composites. Néanmoins, ils sont pour le moment la seule solution pour contrôler certains phénomènes et assurer la qualité des pièces finales. Ces consommables sont détaillés dans la figure 6 et ci-contre.

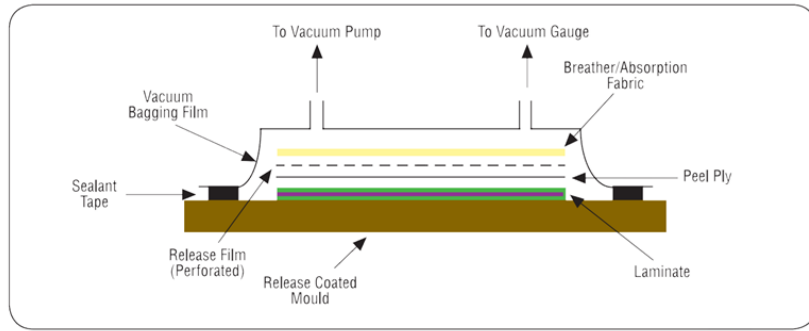
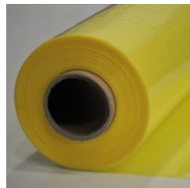


Figure 7 - Les consommables nécessaires à la mise sous-vide
 Source : <https://www.gurit.com/-/media/Gurit/Datasheets/guide-to-composites.pdf>

MILIEU Extérieur



La bâche (*vacuum bag*)

Elle assure l'étanchéité de la mise sous vide et par conséquent le bon compactage des couches. Pour les grandes pièces, le contrôle de l'étanchéité peut prendre plusieurs heures. La pression de compactage est en général de 1bar, mais peut être diminuée avec un régulateur de pression ou augmentée par l'utilisation d'un autoclave.



Le feutre (*breather*)

Le feutre ou tissu de pompage a deux fonctions : d'une part il pompe la résine en surplus dans le composite et d'autre part il favorise la circulation d'air dans la bâche et permet de créer une pression homogène sur la pièce.



Le perforé (*perforated film*)

Le film perforé a pour but de limiter le passage de la résine du composite vers le feutre. En variant le nombre de films ou de trous, on varie la résistance du passage de la résine. Ce tissu a donc une très grande influence sur le taux final de résine dans la pièce.



Le tissu d'arrachage (*peel ply*)

En fibre de verre téflonisée, il permet de détacher les consommables de la pièce après le démoulage. Il permet aussi d'obtenir une surface rugueuse pour favoriser l'adhésion de couches ultérieures (gel-coat ou laminage d'autres composite). Il sert aussi de protection mécanique avant la finition de la pièce.

↑ Pièce COMPOSITE

Le TP - Protocole

Le TP consiste en la mise en œuvre de pièces composites par voie humide et avec des tissus pré-imprégnés. Vous serez donc amené à fabriquer 3 plaques différentes : 2 par moulage au contact avec des fibres de verre (tissé et mat) et 1 avec des tissus pré-imprégné en fibres de lin. Le but du TP sera de se familiariser avec ces différents procédés, et de préparer les échantillons qui seront ensuite testés dans le TP endommagement après impact.

1) Moulage au contact

- Dimensions des plaques : $300 \times 200 \times 3$ [mm] ($L \times l \times t$)
- Densité du verre : $\rho_{verre} = 2.55 \text{ g/cm}^3$

Les fibres utilisées seront les suivantes :

Twill 2x2 fibres de verre : Fraction volumique de fibres (v_f) voulue : 45 %
Grammage du tissu : $380 \frac{g}{m^2}$ - Orientation des plis : $[0/90_x]$

Matte de fibres de verre : Fraction volumique de fibres (v_f) voulue : 25 %
Grammage du non-tissé : $450 g/m^2$

Résine époxy : L-235 (SuterKunststoffe AG). Rapport résine-durcisseur en poids : 100 :35
Densité du mélange résine-durcisseur : $\rho_{résine} = 1.2 g/cm^3$

A FAIRE AVANT LE TP

A l'aide des dimensions des plaques et de la formule du CPT (*cured ply thickness*) permettant de calculer l'épaisseur d'un pli cuit : $cpt = \frac{GSM}{V_f \times \rho_f}$, où GSM est le grammage du tissu utilisé, V_f est la fraction volumique de fibre et ρ_f la densité du matériaux utilisés pour les fibres.

- Déterminer le nombre de couches de fibres nécessaires pour atteindre une épaisseur de 3mm.
- Déterminer les quantités de résine et de durcisseur nécessaires pour atteindre le V_f voulu avec 1.4 comme facteur de sécurité.

A FAIRE APRES LE TP

A la suite du TP, le poids et l'épaisseur réelles de la plaque produite vous seront envoyés. Pour comparer vos prédictions théoriques avec les valeurs expérimentales de votre plaque, vous devrez donc :

- Comparer l'épaisseur calculée avec le CPT et l'épaisseur réelle.
- Recalculer le taux de fibre de la plaque à l'aide du volume réel de la plaque.
- Recalculer le taux de fibre de la plaque à l'aide de la masse de la plaque.
- Déduire de ces résultats le taux de porosité dans le laminé.

2) Pré-imprégnés

Dimensions $330 \times 240 [mm]$ ($L \times l$). Les matériaux utilisés seront les suivants :

Fibres de lin twill (ampliTex 5040 – VTC401 – Bcomp – Resin rich)

- Fraction volumique de fibres : 31.8 %
- Grammage du tissu : $300 g/m^2$
- Densité du lin : $\rho_{lin} = 1.54 g/cm^3$
- Densité de la résine : $\rho_{résine} = 1.2 g/cm^3$
- Stratifié cross-ply à 6 plis : séquence d'empilement : $[0/90_6]$

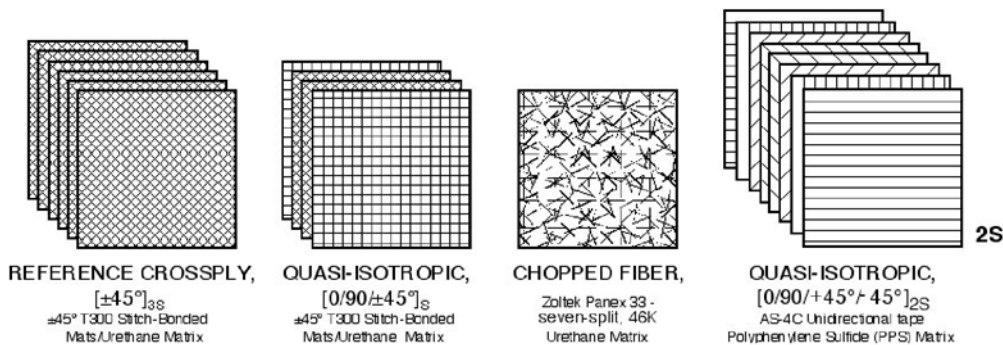


Figure 8 - Types de construction de laminés

Source : *Durability-Based Design Criteria for a Quasi-Isotropic Carbon-Fiber-Reinforced Thermoplastic Automotive Composite*, 2006

A FAIRE AVANT LE TP

A l'aide des dimensions de la plaque, le nombre de pli et de la formule du CPT (*cured ply thickness*) donnée à la page précédente, calculer l'épaisseur finale théorique de la plaque.

A FAIRE APRES LE TP

- Comparer les épaisseurs théoriques et finales du laminé
- Comparer les masses avant et après cuisson
- Expliquer l'origine des potentielles différences
- Discuter de quelle séquence d'empilement on aurait pu utiliser pour améliorer l'aspect isotrope de la plaque (en utilisant 8 plis au lieu de 6) ?
- Quelle serait alors la notation de cette séquence ?

Questions

Les réponses aux questions peuvent être trouvées dans le protocole, dans l'article en annexe et certaines seront aussi discutées lors du TP.

- De manière générale, comment varient les propriétés mécaniques d'un stratifié avec l'augmentation de sa T_g et pourquoi ? Quelles sont les avantages et inconvénients d'une T_g élevée ?
- Quelles sont les risques lors de la cuisson d'une pièce épaisse de grand volume ?
- Mis à part l'effet de compactage, quels sont les effets du vide sur le laminé lors de sa cuisson ?
- Quels sont les avantages du compactage en autoclave par rapport au vide seul ? À combiner avec 3
- Pourquoi on met des plis avec des orientations différentes ?
- Classer par ordre de coût de production et de performance mécanique une pièce produite par voie humide, par pré-impregné ou par infusion, et expliquer pourquoi.
- Pourquoi doit-on sortir les tissus pré-impregnés du congélateur 24h avant de les laminier ?
- Que se passe-t-il lorsque l'on stocke un tissu pré-impregnés hors d'un congélateur pendant plusieurs semaines ?
- Le diagramme ci-dessous (figure 8) donne l'allure générale de la viscosité d'une résine thermodurcissable pendant sa réticulation (pré-impregné). Que se passe-t-il aux points 1, 2 et 3 ?

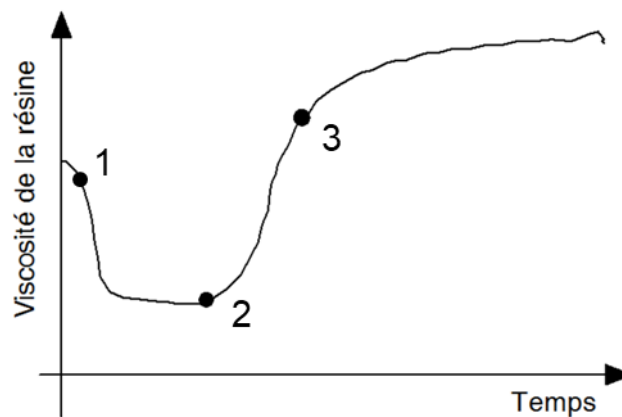


Figure 9 - Evolution de la viscosité d'une résine thermodurcissable en fonction du temps.

Références

- HexPly preg technology: https://www.hexcel.com/user_area/content_media/raw/Prepreg_Technology.pdf
- Gurit: guide to composites: <https://www.gurit.com/-/media/Gurit/Datasheets/guide-to-composites.pdf>
- C. Barrere and F. Dal Maso, "Résines époxy réticulées par des polyamines : structure et propriétés," *Rev. L'institut français du pétrole*, vol. 52, no. 3, pp. 317-335, 1997

Plan du rapport

- **Page de garde** : Logo, dates, noms, titre du TP, nom du cours
- **Introduction** : présentation rapide du moulage au contact et des pré-imprégnés, du TP, du but du TP.
- **Théorie** : résumé de ce que vous avez compris du moulage au contact, des pré-imprégnés et de la Tg en lisant le protocole du TP ou d'autres sources, rapide description et comparaison des autres méthodes qui existent ...etc.
- **Partie expérimentale** : équipement et matériel nécessaires. Présentation de la préparation du TP (calculs des CPT et des masses de résine). Puis description des différentes étapes du TP (fabrication des plaques) en précisant au besoin les choses à ne pas oublier, à ne pas faire, les spécificités de certains tissus, méthodes etc.
- **Résultats et discussion** : Discussion des résultats : leurs exactitudes, les sources d'erreur potentiels pendant le TP, l'impact des porosités sur le composite etc.
- **Réponses aux questions** (peuvent être intégrées dans la discussion).
- **Conclusion du TP** : Résultats de votre discussion, influence des méthodes de production sur le composite final, fiabilité de ces procédés pour des pièces techniques ou structurelles etc.
- **Références**