

Évaluation de l'influence de l'humidité des fibres de lin sur les propriétés et la mise en œuvre de composites par infusion à nombre capillaire contrôlé

Assessing the influence of flax fibers humidity on the properties and processing of composites with infusion at controlled capillary number

Jean-Baptiste Jouenne¹, Antoine Levée² et Joël Bréard¹

1 : ABTE

UR 4651 Université de Caen Normandie,
Bd Maréchal Juin, 14032 Caen, France,
e-mail : jean-baptiste.jouenne@unicaen.fr, joel.breard@unicaen.fr

2 : CRISMAT

UMR 6508 CNRS, ENSICAEN,
6 Boulevard Maréchal Juin, 14050 Caen Cedex 4, France,
e-mail : antoine.leeve@ensicaen.fr

Résumé

Cette étude met en avant le développement d'un outil de recherche à travers l'examen de l'impact de l'humidité des fibres de lin sur la mise en forme des composites fabriqués en infusion par voie liquide à nombre capillaire contrôlé. En raison de la nature hydrophile des fibres végétales, l'absorption d'humidité dans le lin influence la dynamique d'écoulement de la résine, de la réticulation et de l'intégrité structurelle du composite. Une méthode récemment développée en interne nous permet de contrôler la vitesse d'écoulement. En contrôlant le front de matière, nous cherchons à optimiser le nombre capillaire afin de réduire la teneur en vides et à améliorer l'adhésion fibre-matrice. Les configurations expérimentales incluent des variations des niveaux d'humidité des fibres, permettant une analyse détaillée de la tension de surface et de la viscosité dans des conditions d'infusion contrôlées. L'étude intègre également des mesures thermiques le long du front d'écoulement pour comprendre l'influence des fibres humides sur la répartition de la chaleur et l'uniformité du durcissement pendant l'infusion. Les résultats contribuent à mieux comprendre le rôle de l'humidité des fibres dans l'optimisation de la qualité des composites, notamment en termes de propriétés structurelles et mécaniques, permettant ainsi d'améliorer la durabilité environnementale dans le traitement des composites.

Abstract

This study focuses on the development of a new research tool through the impact of flax fiber humidity on the processing of composites manufactured using a controlled capillary number in liquid infusion. Due to the hydrophilic nature of plant fibers, moisture absorption in flax influences resin flow dynamics, crosslinking, and ultimately, composite integrity. By monitoring the flow front velocity, we aim to optimize the capillary number to reduce void content and improve fiber-matrix adhesion. Experimental setups include variations in fiber moisture levels, allowing detailed analysis of surface tension and viscosity under controlled infusion conditions. The study also incorporates thermal measurements along the flow front to understand the influence of wet fibers on heat distribution and curing uniformity during infusion. Findings contribute insights into the role of fiber moisture in optimizing composite quality, particularly in terms of structural and mechanical properties, enabling improved environmental sustainability in composite processing.

Mots Clés : Infusion par voie liquide, Fibres Végétales, Humidité, Résines biosourcées

Keywords : Liquid Composite Molding, Plant Fibers, Humidity, Biobased resins

1. Introduction

Les inquiétudes liées au réchauffement climatique ont amené les scientifiques et les industriels à rechercher et développer de nouvelles solutions durables pour la production de matériaux composites à matrice polymère et renfort fibreux. Parmi elles, l'utilisation de fibres naturelles végétales et de matrices polymères biosourcées a particulièrement été mise en lumière notamment à travers l'essor des fibres de lin et des résines époxydes biosourcées [1], [2], [3].

La fabrication de composites renforcés de fibres végétales est un défi depuis le début du 21^e siècle. L'une des différences majeures avec les fibres synthétiques réside dans la nature hydrophile des fibres végétales amenant une difficulté supplémentaire dans la fabrication notamment pour les procédés de

moulage par voie liquide (LCM) tels que l'infusion de résine. Lors du procédé d'infusion, l'avance de la matière dans la préforme fibreuse s'effectue grâce au gradient de pression entre le point d'entrée de la matière et son point de sortie. A mesure que la matière remplit la préforme, ce gradient de pression diminue et la vitesse d'avance de front de matière chute provoquant des variations dans l'imprégnation amenant à une dégradation de l'état microstructural (micro-vides / macro-vides) [4].

Récemment, un dispositif *low-tech* dédié a été développé au laboratoire permettant de contrôler la vitesse du front d'écoulement v en contrôlant la pression d'entrée à l'aide d'une pompe péristaltique et d'un vide périphérique. Dans ce travail, il est d'abord proposé de mesurer l'influence de l'humidité sur la viscosité et la tension superficielle de la résine. A travers ces études, l'influence de l'humidité relative sur la réticulation de la résine sera également étudiée. Dans un deuxième temps, des préformes de lin avec un contrôle de la teneur en eau sont imprégnées afin d'évaluer comment le paramètre v est influencé par les fibres humides. Enfin, les composites obtenus seront testés pour évaluer l'influence de l'humidité sur leurs propriétés. Une deuxième perspective pour ce travail est de montrer que notre nouveau dispositif permet la fabrication de pièces composites renforcées de fibres végétales optimisées en pilotant l'écoulement de résine au nombre capillaire approprié.

Ce travail est le point de départ d'un projet qui vise à apporter de nouvelles connaissances sur les procédés de fabrication de composites liquides et sur la formation de défauts microstructuraux.

2. Matériaux et méthodes

2.1. Développement d'un outil de recherche

Lors de l'infusion d'une préforme fibreuse par une résine polymère avec un système de tirage de vide la vitesse d'avance du front de matière n'est pas constante. Au début de l'infusion il existe un gradient de pression important entre la source de vide et la cavité du moule et c'est cela qui permet à la résine d'avancer dans la préforme. Au fur et à mesure que la résine avance dans la préforme fibreuse ce gradient de pression diminue et donc de la même façon la vitesse d'avance du front matière diminue aussi. Pour répondre à la problématique de variation de pression et de diminution de la vitesse de front matière un outil de recherche a été développé.

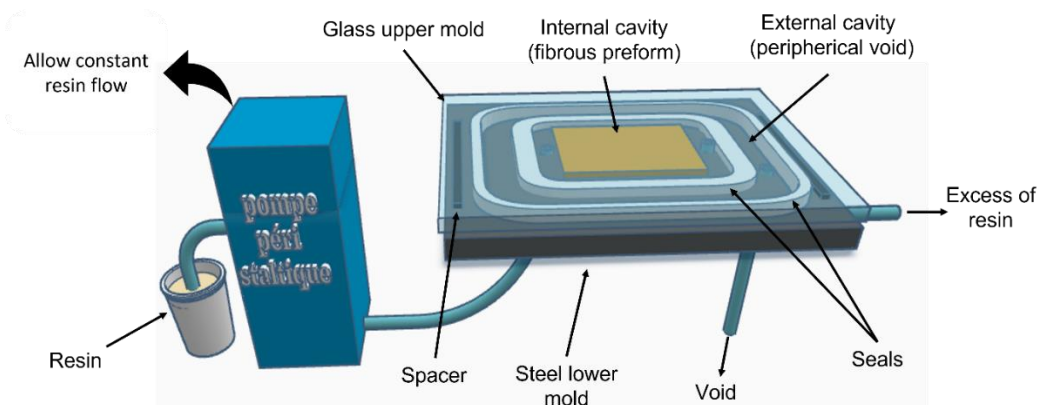


Fig. 1. Schéma de l'outil de recherche : THMC light

Il est constitué d'un moule en deux parties : une partie inférieure en acier et une partie supérieure en verre permettant ainsi de visualiser l'avancée du front de matière. Le montage part du postulat qu'il est possible d'infuser à débit de résine constant la préforme du moment que le tirage de vide n'est pas directement à travers la préforme fibreuse. Pour imposer à la résine un débit constant une pompe péristaltique est utilisée. Le montage est constitué de deux joints, l'un formant la cavité interne dans laquelle se trouve la préforme à infuser et l'autre formant la cavité externe dans laquelle est appliqué

un vide appelé « vide périphérique ». En appliquant un vide périphérique de -980 mbar la préforme fibreuse est soumise à une pression de 1 bar (P_{atm}) permettant une compaction des plis. Des cales à l'épaisseur souhaitée sont disposées aux extrémités afin d'atteindre des taux de fibres précis.

2.2. Tension de surface

La tension de surface du polymère a été évaluée avec un le *drop shape analyser* DSA30 de Krüss et la méthode *constrained sessile drop*. Dans cette méthode une goutte de polymère est posée sur un plot en acier aux bords saillants. Le périmètre de la goutte est mesuré permettant ainsi à l'instrument de fournir la tension de surface. Cet instrument est contrôlé en humidité grâce à une cellule fournie par le fabricant et en température grâce à un thermorégulateur.

3. Résultats et discussion

3.1. Vitesse contrôlée

La validation de cet outil passe par la vérification que le front de matière avance à une vitesse constante et avec un front linéaire. La vitesse moyenne du front de matière v mesurée sur 4 tronçons de 50 mm est de $0,73 \pm 0,071$ mm/s. En étant à pression atmosphérique dans la cavité intérieure, la préforme ne subit pas les modifications de gradient de pression entre le point d'entrée et le point de sortie de la matière. Toutefois il convient de noter que la préforme est soumise à une pression liée au remplissage de la cavité, en témoigne une légère déformation au début de la préforme.

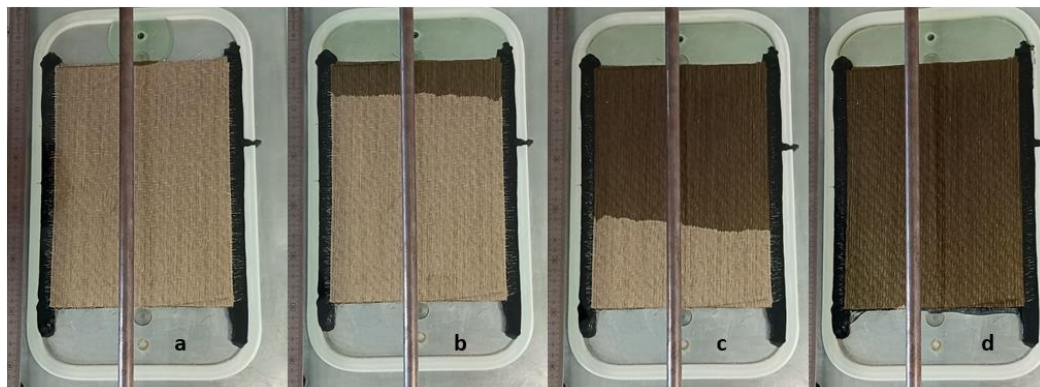


Fig. 2. Infusion de résine à débit contrôlé

3.2. Influence de l'humidité relative et de la teneur en eau sur la tension de surface

Dans cette étude la tension de surface d'un mélange époxy-amine a été mesurée à 30%, 50% et 80% d'humidité relative. La valeur de γ a été mesurée pendant 120 minutes pour chaque taux d'humidité relative afin de laisser le temps à l'humidité de pénétrer dans la résine. La tension de surface mesurée pour le mélange étudié est de $41 \text{ mN/m} \pm 1 \text{ mN/m}$ à 23°C et à humidité relative ambiante (soit environ 60%). Les résultats présentés en figure 3 montre une étendue entre de les 3 courbes de l'ordre de $1,4 \text{ mN/m}$ indiquant que les variations du taux d'humidité relative ont peu d'influence sur la tension de surface d'un système époxy-amine. On peut noter une évolution singulière de la tension de surface au cours du temps pour les mesures réalisées à 80%HR. En effet là où la valeur de tension de surface évolue de façon plutôt stagnante au cours du temps il y a une augmentation de la tension de surface durant les 20 premières minutes de l'essai. Ce temps pourrait correspondre à un temps de pénétration de l'humidité relative dans la résine. En entrant en contact avec le polymère, les molécules d'eau contenue dans l'air pourraient interagir avec les groupements amine du durcisseur et provoquer cette variation [5].

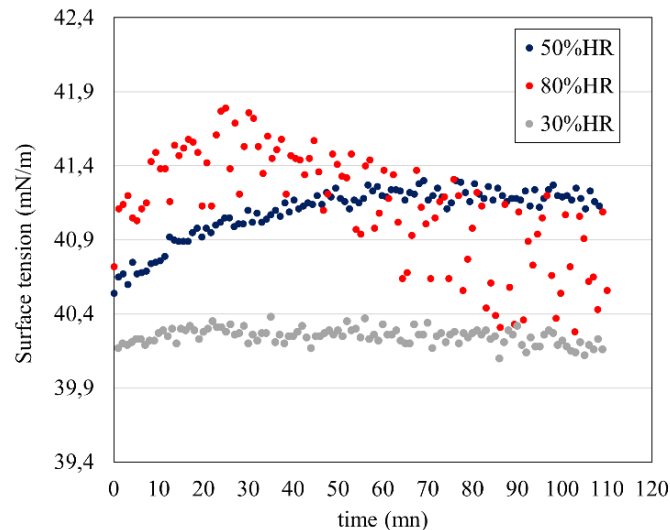


Fig. 3. Evolution de la tension de surface en fonction du temps à différentes humidités relatives

L'indifférence de la tension de surface face aux variations d'humidité permet de considérer le paramètre γ constant dans le calcul du Ca . Ce résultat permet d'orienter les travaux sur l'évolution de la viscosité dynamique en fonction du taux d'humidité relative de l'environnement mais aussi de l'influence de la teneur en eau des fibres naturelles.

4. Conclusion

Dans cette étude le développement d'un outil de recherche sur les procédés d'infusion par voie liquide a été mis en avant. L'outil développé permet la réalisation d'infusion de préformes fibreuses avec une vitesse d'avance de front de matière constante. Grâce à cet outil et à des analyses complémentaires il sera possible de montrer l'influence de l'humidité des fibres naturelles sur la vitesse d'avance du front de matière. Les premiers résultats ont montré que les variations d'humidité relatives et de teneurs en eau n'avaient pas d'influence sur la tension de surface. La suite des travaux s'oriente sur les mesures de viscosité en fonction de différentes humidités relatives et teneur en eau. Enfin pour aller plus loin dans cette démarche il serait intéressant de d'étudier l'influence de l'humidité sur l'angle de contact dynamique entre la résine et la fibre naturelles.

Références

- [1] L. Yan, N. Chouw, and K. Jayaraman, "Flax fibre and its composites - A review," *Composites Part B: Engineering*, vol. 56, pp. 296–317, 2014, doi: 10.1016/j.compositesb.2013.08.014.
- [2] S. K. Bobade, N. R. Paluvai, S. Mohanty, and S. K. Nayak, "Bio-Based Thermosetting Resins for Future Generation: A Review," *Polymer - Plastics Technology and Engineering*, vol. 55, no. 17, pp. 1863–1896, 2016, doi: 10.1080/03602559.2016.1185624.
- [3] A. P. More, "Flax fiber-based polymer composites: a review," *Advanced Composites and Hybrid Materials*, vol. 5, no. 1, pp. 1–20, Mar. 2022, doi: 10.1007/s42114-021-00246-9.
- [4] N. Patel, V. Rohatgi, and L. J. Lee, "Micro scale flow behavior and void formation mechanism during impregnation through a unidirectional stitched fiberglass mat," *Polymer Engineering & Sci*, vol. 35, no. 10, pp. 837–851, May 1995, doi: 10.1002/pen.760351006.
- [5] A. Synytska *et al.*, "Monitoring the surface tension of reactive epoxy-amine systems under different environmental conditions," *The Journal of Adhesion*, vol. 80, no. 8, pp. 667–683, Aug. 2004, doi: 10.1080/00218460490477639.