

Modélisation et validation expérimentale du comportement thermomécanique de multicouches polymère-composite bobine. Application au Stockage d'hydrogène hyperbare

Benoît Gentilleau

► To cite this version:

Benoît Gentilleau. Modélisation et validation expérimentale du comportement thermomécanique de multicouches polymère-composite bobine. Application au Stockage d'hydrogène hyperbare. Matériaux. ISAE-ENSMA Ecole Nationale Supérieure de Mécanique et d'Aérotechique - Poitiers, 2012. Français. NNT: 2012ESMA0010. tel-00743632

HAL Id: tel-00743632 https://theses.hal.science/tel-00743632v1

Submitted on 23 Oct 2012 $\,$

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers. L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

THESE

pour l'obtention du Grade de

Docteur de l'Ecole Nationale Supérieure de Mécanique et d'Aérotechnique

(Diplôme National - Arrêté du 7 août 2006)

Ecole Doctorale : Sciences et Ingénierie en Matériaux, Mécanique, Energétique et Aéronautique.

Secteur de Recherche : Mécanique des Solides, des Matériaux, des Structures et des Surfaces.

Présentée par :

Benoit GENTILLEAU

MODELISATION ET VALIDATION EXPERIMENTALE DU COMPORTEMENT THERMOMECANIQUE DE MULTICOUCHES POLYMERE – COMPOSITE BOBINE APPLICATION AU STOCKAGE D'HYDROGENE HYPERBARE

Directeurs de thèse : Fabienne Touchard et Jean-Claude Grandidier

Soutenue le 2 Juillet 2012

- <u>JURY</u> -

Mr Y. Rémond	Professeur, Université de Strasbourg	Président
Mr P. Viot	Professeur, Université de Bordeaux	Rapporteur
Mr A. Thionnet	Professeur, Ecole des Mines ParisTech, Paris	Rapporteur
Mme M. Weber	Ingénieur, Air Liquide, Jouy en Josas	Examinatrice
Mr J-C. Grandidier	Professeur, ENSMA, Poitiers	Examinateur
Mme. F. Touchard	Chargée de recherche (HDR), ENSMA, Poitiers	Examinatrice
Mr C. Langlois	Chef de Projet, Composites Aquitaine, Salaunes	Invité
Mr F. Nony	Docteur, CEA Le Ripault, Monts	Invité

REMERCIEMENTS

Avant de présenter mon travail de thèse dans ce manuscrit, je tiens à remercier tous ceux qui d'une manière ou d'une autre ont pu m'apporter leur soutien ou leur aide.

Dans un premier temps, je souhaite remercier Mme Marie-Christine LAFARIE-FRENOT, exdirectrice du LMPM, et Mr Jean-Claude GRANDIDIER, actuel directeur adjoint du département, de m'avoir accueilli au sein du LMPM devenu par la suite Institut P', durant mes 4 années de thèse. Je remercie également Eliane BONNEAU et Brigitte VIGNIER pour leur sympathie et leur accueil chaleureux au sein du secrétariat.

Ces travaux de thèse ont été réalisés sous la direction de Jean-Claude GRANDIDIER et Fabienne TOUCHARD. Grâce à eux, j'ai pu améliorer mon sens critique mais également construire mon projet professionnel à travers l'autonomie qu'ils m'ont laissé. C'est pourquoi, tout naturellement, je les remercie chaleureusement. Je remercie tout d'abord Fabienne TOUCHARD avec laquelle j'ai travaillé quotidiennement pour avoir fait preuve de réactivité et de patience en me cherchant régulièrement entre mon bureau et le hall d'essais. Je remercie également Jean-Claude GRANDIDIER pour m'avoir permis d'obtenir un esprit scientifique rigoureux mais également pour m'avoir montré qu'on pouvait être directeur de laboratoire et de thèse tout en sachant faire la fête.

La partie expérimentale de cette étude étant particulièrement dense, je remercie l'équipe technique qui m'a aidé à mener cette étude à bien. Je remercie notamment Anne-Laure GORGE pour m'avoir familiarisé avec l'émission acoustique, Jacques LEFORT pour tous les travaux sur l'enceinte et pour la découpe des échantillons, David MELLIER pour son aide lors de la réalisation d'essais et notamment pour la corrélation d'images numériques et Guillaume BENOIT pour m'avoir aidé à réaliser les radiographies X mais aussi dans les moments difficiles comme lors de la remise en état de mon essai lorsqu'il a pris feu. Il ne faut cependant pas oublier Mickael GUEGUEN qui m'a aidé pour le développement de subroutine et la réalisation de calculs numériques.

Je tiens également à remercie Séverine BOYER pour nos discussions qui m'ont permis d'avancer dans des moments pas toujours évident. Je ne peux également pas écrire ces remerciements sans remercier chacun des membres de mon jury. Je les remercie tout d'abord pour avoir accepté d'examiner ou de rapporter ce travail de thèse, mais également je les remercie fortement pour notre discussion durant laquelle j'ai eu un réel plaisir à échanger et partager avec eux.

Je remercie également Mathilde Weber (Air Liquide) et Christophe Langlois (Composites Aquitaine) pour avoir suivi ce travail depuis le début et pour toutes les questions que nous avons pu soulever lors des différentes réunions.

Avant de terminer, il ne faut surtout pas oublier les doctorants. Merci pour votre bonne humeur, votre esprit moqueur et vos parties de coinche. Merci à l'ATEM et ses différents bureaux qui a permis de nous distraire avec un panel d'activités importants, mais également qui s'est évertuée à réaliser tous les ans la fameuse soirée ATEM à thème qui nous a permis d'être des personnes différentes le temps d'une soirée. Je remercie tout particulièrement les membres de mon bureau comme Timothée DUVAL pour ses multiples tee-shirts originaux (pour ne pas dire autre chose), sa crise cardiaque ou son incendie de PC, José PINTO pour son français par moment approximatif mais qui nous a valu quelques fous rires et Thomas GHIDOSSI pour ses connaissances en TLMVPSP. Je ne peux terminer sans remercier les anciens comme Laurent DE BAGLION DE LA DUFFERIE (de Lacanau), Sébastien RICHARD, Julien BEAUDET, Thomas BILLOT, Romain LEGER et Jean-Charles STINVILLE qui ont marqué le laboratoire de leur passage à travers leur bonne humeur et leurs âneries (surtout).

Enfin, je tiens à remercier ma famille et tout particulièrement ma mère, qui a réussi à lire intégralement mon manuscrit, ainsi que mes amis pour m'avoir soutenu et changé les idées durant ces quatre années. Je souhaite enfin remercier Marion qui m'a supporté et soutenu en permanence lors de cette épreuve et notamment lors de la rédaction de ce manuscrit.

LEXIQUE

- H2E : Horizon Hydrogène Energie
- DSC : Differential Scanning Calorimetry
- UD : Unidirectionnel
- CRP : Chargements répétés progressifs
- IR : Infrarouge
- EF : Eléments finis
- DIC : Digital image correlation
- RX : Rayons X
- HyBou : Hydrogène en Bouteilles

SOMMAIRE

INTRO	DUCTION	۷	1		
1.	L. Contexte sociétal				
2.	Problér	Problématiques industrielles			
2	2.1.	Programme H2E : développement de la filière hydrogène	2		
2	2.2.	Stockage de l'hydrogène	3		
3.	Problér	natiques scientifiques	3		
4.	Démaro	che	6		
СНАРІ	TRE 1 MA	ATERIAUX CONSTITUTIFS DU RESERVOIR	9		
1.1.	Obje	ctifs	9		
1.2	Cara	ctérisation physique			
1	.2.1.	Composite : Fibres, matrice et porosités			
1	.2.2.	Densité			
1.3	Cara	ctérisation thermique	12		
1	.3.1.	Principe de fonctionnement de la DSC	13		
1	.3.2.	Résultats			
1.4	1.4. Caractérisation mécanique		17		
1	.4.1.	Présentation des essais réalisés	17		
1	.4.2.	Comportement mécanique des éprouvettes orientées à 0°	22		
1	.4.3.	Comportement mécanique des éprouvettes orientées à 90°			
1	.4.4.	Comportement mécanique des éprouvettes orientées à ±45°			
1.5	Bilan	l	43		
СНАРІ	TRE 2 LO	I DE COMPORTEMENT ET MODELISATION	45		
2.1	Mod	élisation du comportement du composite	45		
2	2.1.1.	Modélisation du comportement mécanique	45		
2	2.1.2.	Modélisation du comportement thermique	76		
2.2.	Mod	élisation du comportement de l'acier 316L	76		
2	2.2.1.	Modélisation du comportement mécanique	76		
2	2.2.2.	Modélisation du comportement thermique	77		
2.3	Mod	élisation du comportement du liner polyuréthane	77		
2	2.3.1.	Modélisation du comportement mécanique	77		
2	2.3.2.	Modélisation du comportement thermique			
2.4	Bilan	1	80		

CHAPITF COMPAI	E 3 ESSAIS SUR DRAPAGE REPRESENTATIF ET RAISON AVEC LES ESSAIS	VALIDATION DU MODELE PAR		
3.1.	Techniques expérimentales utilisées			
3.1	1. Caméra infrarouge			
3.1	2. Emission acoustique			
3.1	.3. Corrélation d'images numériques			
3.1	.4. Radiographie par rayons X			
3.2.	Définition du drapage représentatif			
3.2	1. Choix de l'orientation des plis de l'ép	prouvette représentative		
3.2 cor	2. Choix de la séquence d'empilement rélation d'images numériques	à l'aide de calculs Abaqus et de mesures par 		
3.2	3. Eprouvette représentative			
3.3.	Développement d'équipements d'essai			
3.3	1. Description du cahier des charges du	u banc d'essais106		
3.3	2. Enceinte thermique			
3.3	3. Mors pour la machine de fatigue			
3.4.	Modélisation de l'éprouvette représentative	retenue 110		
3.4	1. Modèle mécanique			
3.4	2. Modèle thermomécanique			
3.5.	Résultats d'essais et confrontation numérique	Je117		
3.5	1. Traction			
3.5	2. Chargements Répétés Progressifs (C	RP)120		
3.5	.3. Chargements Répétés Progressifs (C	RP) avec paliers127		
3.5	4. Fatigue mécanique			
3.5	.5. Essai de fatigue thermomécanique			
3.6.	Bilan			
СНАРІТЯ	E 4 MODELISATION D'UN RESERVOIR			
4.1.	Géométrie et modélisation du réservoir			
4.1	1. Description géométrique d'un réserv	voir 156		
4.1	2. Moyens numériques mis en œuvre			
4.2.	Influence de la température			
4.3.	Influence de l'endommagement matriciel			
4.4.	Chargement thermomécanique représentation	f d'un remplissage174		
4.5.	Bilan1			
CONCLU	SION			
REFEREN	ICES			
ANNEXE	S			

INTRODUCTION

Ce travail de thèse s'inscrit dans le cadre du développement des nouvelles énergies. Il s'agit de l'étude des réservoirs de stockage d'hydrogène à haute pression (700 bars). Cette étude s'ancre donc dans un contexte sociétal particulier, et soulève des problématiques industrielles et scientifiques.

1. Contexte sociétal

Actuellement, les énergies fossiles représentent la majorité de l'énergie consommée sur terre. Seulement 15% de l'énergie utilisée provient d'une autre forme d'énergie comme le nucléaire ou les énergies renouvelables (Figure 1-1).



Figure 1-1 : Evolution de la consommation d'énergie en fonction du type d'énergie [1]

Cette consommation d'énergie fossile en perpétuelle croissance doit être maîtrisée et est un des enjeux sociétaux majeurs du 21^{ème} siècle.

En effet, les problèmes environnementaux sont devenus une des préoccupations majeures de l'homme. La nécessité de réduire la consommation des matières premières, ainsi que les problèmes de réchauffement climatique ont conduit les industriels à axer leur développement sur des produits plus responsables d'un point de vue environnemental. Les secteurs des transports et de l'énergie sont des secteurs particulièrement concernés. La dépendance aux produits pétroliers, ainsi que l'amenuisement de ces ressources sont aussi une question cruciale dans la stratégie des industriels. En effet, cette dépendance combinée à une augmentation importante des prix voire une pénurie du pétrole est un risque majeur pour l'économie mondiale. Pour toutes ces raisons, le remplacement des carburants fossiles par de nouvelles solutions fait partie des recherches majeures. Que ce soit dans le domaine de l'automobile et des transports, des engins de manutention, ou de l'approvisionnement d'appoint en électricité, l'hydrogène est une des solutions envisagées.

L'hydrogène est une alternative aux carburants classiques qui présente un avantage important : il n'émet pas de gaz à effet de serre lors de son utilisation et apparaît donc comme un axe de développement à privilégier. Cependant, avant la commercialisation des solutions basées sur l'utilisation d'hydrogène, des verrous technologiques sont à lever pour que les industriels puissent proposer des solutions fiables et sûres aux consommateurs.

2. Problématiques industrielles

2.1. Programme H2E : développement de la filière hydrogène

Le programme H2E (Horizon Hydrogène Energie), qui représente un investissement global en recherche et technologie de près de 200 millions d'euros sur une durée de 7 ans, vise à construire une filière hydrogène-énergie durable et compétitive. L'effort de recherche et développement porte sur chacun des maillons de la filière. Il se focalise notamment sur le développement de technologies innovantes pour la production d'hydrogène à partir d'énergies renouvelables, le stockage d'hydrogène, ainsi que l'industrialisation des piles à combustible. H2E contribue également à la mise en place d'un cadre réglementaire adapté, et comprend un programme de démonstrations et d'actions pédagogiques permettant à un large public de se familiariser avec ce nouveau vecteur d'énergie propre. Une partie plus spécifique traite des systèmes de stockage fixes ou mobiles. Une solution envisagée consiste en des réservoirs composites bobinés hautes pressions.

Les recherches sur ces réservoirs sont pilotées en partenariat avec Air Liquide et Composites Aquitaine. Différents points sont abordés dans cette étude (sous-lots). Un premier sous-lot est piloté par Air Liquide et s'intéresse à l'étude des champs thermiques au sein des réservoirs de stockage lors de leur remplissage tandis qu'un second piloté par Composites Aquitaine a pour but la définition et la réalisation de ces réservoirs. En parallèle à mes travaux sur cette thématique, une thèse, menée par Emmanuel Ruffio [2], s'est déroulée à l'institut P' au département Fluides, Thermique et Combustion. Elle a pour but de caractériser les transferts de chaleurs au sein du composite, et notamment les phénomènes de conduction orthotrope, à l'aide de la méthode flash laser. Ceci constitue le contexte de ce travail de recherche.

- 2 -

2.2. Stockage de l'hydrogène

Le cahier des charges des réservoirs pour hydrogène est en fait très contraignant [3]: ils doivent contenir suffisamment d'hydrogène tout en restant compacts, être relativement peu coûteux et présenter un temps de remplissage court.

Il existe différentes manières de stocker l'hydrogène [4] : sous haute pression [5-7], sous forme liquide cryogénique [8, 9], de manière chimique [10], dans des mousses [11] ou piégé dans des métaux tels que les hydrures [12, 13]. Le réservoir hyperbare est aujourd'hui le moyen le plus mature afin de stocker l'hydrogène. Il en existe quatre catégories :

- Type 1 : Réservoirs entièrement métalliques
- Type 2 : Réservoirs métalliques renforcés par un enroulement composite sur la partie cylindrique
- Type 3 : Réservoirs constitués d'une coque composite et d'un liner métallique
- Type 4 : Réservoirs constitués d'une coque composite et d'un liner non travaillant

L'utilisation des réservoirs hyperbares se focalise principalement sur les réservoirs de type 3 et 4 grâce aux très fortes propriétés spécifiques du composite offrant ainsi une bonne tenue des réservoirs tout en gardant une masse raisonnable. Pour une utilisation industrielle, ces réservoirs doivent répondre à différents critères (perméabilité, tenue à l'éclatement, tenue à la fatigue, ...), le plus important étant la sécurité. La tenue des réservoirs est assurée grâce aux propriétés mécaniques élevées de la coque composite. Cependant, l'étanchéité ne peut être seule assurée par cette coque sans contrainte importante du point de vue conception. Cela entraine donc le développement d'un design complexe [14] pour limiter les fuites : la solution multi-matériau semble être la solution la plus efficace et conduit à une structure composite combinée à un liner qui assurera le rôle de barrière à l'hydrogène.

3. Problématiques scientifiques

Depuis plusieurs années, on peut voir l'augmentation des recherches sur les tubes et les réservoirs en composite. Plusieurs études se sont focalisées sur les réservoirs haute pression de type 3 ou 4 qui ont une structure composite. Une partie d'entre elles a été réalisée en faisant appel aux outils numériques de type éléments finis. Par exemple, Hu [15] utilise un modèle axisymétrique thermomécanique prenant en compte la décomposition de la résine et la perte des propriétés mécaniques dans le but de prédire le comportement des réservoirs soumis à des sources de chaleurs extérieures. Dans une autre étude, une simulation d'un réservoir bobiné est réalisée en prenant en compte la variation de l'angle de bobinage en fonction de la position dans le réservoir [16]. Ces

- 3 -

résultats numériques sont comparés à des tests de pressurisation avec de l'eau. La pression d'éclatement d'un réservoir d'hydrogène est étudiée par Xu [17] à l'aide de différents critères de rupture tels que la contrainte max, Hoffman, Tsai-Wu et Tsai-Hill.

Dans le cas du stockage gazeux, le remplissage rapide d'un réservoir, élément clé du cahier des charges, conduit à un chargement complexe. La montée en pression interne du réservoir entraîne une augmentation rapide des contraintes mécaniques, mais en plus, la température de l'hydrogène croît rapidement en raison de :

- L'effet Joule-Thomson négatif de l'hydrogène. D'un point de vue général cet effet est un phénomène qui conduit généralement à la diminution de la température lors de la détente d'un gaz. Cependant, pour une pression donnée, une température d'inversion de Joule-Thomson existe, au-dessus de laquelle l'expansion occasionnera une augmentation de la température, et au-dessous de laquelle elle occasionnera une diminution de la température du gaz. Pour la plupart des gaz au voisinage de la pression atmosphérique, cette température d'inversion de Joule-Thomson est relativement élevée (nettement supérieure à la température ambiante), et le gaz peut donc être refroidi sous l'effet de l'expansion. Cependant, dans les conditions atmosphériques standards, deux gaz, l'hélium et l'hydrogène, ont un effet Joule-Thomson négatif [18, 19]. Par conséquence, lors de la détente du gaz dans les dispositifs en amont de l'entrée d'un réservoir, la température de l'hydrogène va donc augmenter. Cet effet a cependant une contribution faible à l'augmentation de température qui est principalement due aux deux phénomènes suivants.
- La transformation de l'énergie cinétique en énergie interne. En effet, dans les stations de remplissage, l'hydrogène est stocké à une pression plus élevée que dans le réservoir. Lors du remplissage, l'énergie cinétique du gaz est convertie en énergie interne.
- La compression du gaz dans le fond du réservoir. L'hydrogène présent dans le réservoir est comprimé en fond du réservoir du fait de l'introduction d'hydrogène à plus haute pression provenant de la station de remplissage.

On peut trouver, dans la littérature, différentes études sur l'augmentation de la température de l'hydrogène au sein d'un réservoir pendant son remplissage [20-23]. Les différents paramètres influençant cette augmentation sont analysés à l'aide de réseaux de thermocouples qui permettent de mesurer l'augmentation de la température de l'hydrogène au sein du réservoir. La température au sein du réservoir dépend principalement de la vitesse de remplissage de celui-ci. Le temps de remplissage étant un des critères principaux du cahier des charges, on retrouve naturellement de nombreuses recherches sur ce paramètre, et en règle générale, plus la vitesse de remplissage

augmente, plus la température augmente au sein du réservoir. Pour satisfaire les consommateurs sur le temps de remplissage, il semble donc nécessaire de bien contrôler cette phase particulière et de mettre au point des procédures permettant le meilleur compromis entre échauffement et temps de remplissage. De plus, les différentes études montrent que la température au sein du réservoir dépend de la pression. Plus la pression initiale est élevée, plus l'augmentation de la température sera faible (Figure 1-2).

D'autres paramètres tels que le volume du réservoir, la conductivité du liner, la température ambiante ou la position du réservoir sont aussi étudiés : lorsque le volume du réservoir ou la conductivité thermique diminue ou lorsque la température ambiante augmente, alors la température au sein du réservoir augmente. Barral et al [24] ont également montré que la position du réservoir conduit à des évolutions de température différentes. Par exemple, un réservoir en position verticale rempli de bas en haut conduit à des niveaux de température plus élevés qu'un réservoir en position horizontale ou qu'un réservoir en position verticale rempli de haut en bas.

Les mesures expérimentales citées précédemment permettent aussi de valider des modèles qui prédisent ces évolutions de température au sein du gaz.



Figure 1-2 : Augmentation de température de l'hydrogène gazeux mesurée expérimentalement en fonction de la pression initiale dans le réservoir [20].

Ce phénomène d'augmentation de température du gaz au sein du réservoir est évidemment très important pour le dimensionnement des réservoirs hydrogène haute pression. En effet, l'augmentation de la température de l'hydrogène se transfère au liner et au composite qui voient leur température croitre et dans le même temps, ils subissent une augmentation des sollicitations mécaniques due à la montée en pression, ceci conduisant à un chargement thermomécanique sévère. De plus, un réservoir de ce type va subir, dans toute sa vie, une succession de ces

remplissages (12.000 remplissages sont prévus par la norme française [25] et 12.500 remplissages par le règlement européen pour les réservoirs embarqués H₂ [26]. Le réservoir va donc subir un chargement de fatigue thermomécanique complexe. L'un des enjeux est d'évaluer l'influence de ce chargement spécifique sur la tenue du réservoir. Cependant, l'appréhension fine du champ de contraintes dû au chargement thermomécanique au sein du réservoir demande une connaissance approfondie du comportement de cette structure très complexe. En plus, les normes automobiles imposent la maitrise de la tenue du réservoir à des températures environnementales comprises entre -40°C et 85°C (-40°C à 65°C pour la norme française [25] et -40°C à 85°C pour le règlement européen [26]).

Le chargement thermomécanique du réservoir est complexe à cause des successions de remplissage rapide et de vidange lente. En résumé, le chargement est composé d'une étape transitoire où la pression et la température augmentent rapidement et d'une longue période où la pression et la température diminuent plus lentement mais à des échelles de temps différentes. Très peu d'études ont été réalisées sur les réservoirs d'hydrogène soumis à de la fatigue dans un tel cas de chargement couplé et complexe. On peut citer par exemple Comond et al. [27] qui proposent une méthode pour augmenter la durée de vie d'un réservoir de type III avec un liner métallique.

D'un point de vue scientifique la difficulté vient de la superposition synchronisée de la température et du chargement mécanique. Ce n'est pas de la fatigue classique. La température joue un rôle très particulier car elle modifie influence le comportement de la résine et du liner et par conséquence influence les mécanismes d'endommagement. Lorsque l'on passe à la structure réelle, les difficultés sont d'autant plus aigües que le champ de température est très complexe avec des gradients spatiaux et transitoires dépendant de la géométrie, des paramètres de remplissage et des propriétés thermiques (conduction, convection).

Les questionnements abordés dans cette thèse sont :

- Quel est le rôle de la température sur la tenue des matériaux constitutifs du réservoir ?
- Comment modéliser les mécanismes de dégradation dans un tel contexte ?
- Est-il possible d'élaborer des outils de prédiction de la tenue de structure de type réservoir d'hydrogène ?

4. Démarche

Pour répondre aux problématiques scientifiques posées, le préalable est de connaître le plus précisément possible le comportement des matériaux constitutifs des réservoirs envisagés. Il s'agit

dans cette étude d'un liner polyuréthane et d'un composite carbone/époxy réalisé par enroulement filamentaire. Une caractérisation de ces matériaux est donc nécessaire et celle-ci vise deux objectifs :

- appréhender au mieux les différents phénomènes mécaniques et thermiques susceptibles d'apparaître dans la coque du réservoir lors de son utilisation et notamment durant le remplissage;
- obtenir les différents paramètres des lois de comportement thermomécanique nécessaires à la mise en place d'un modèle numérique du réservoir.

Dans le cadre de cette thèse, les essais de caractérisation ont été réalisés sur des plis élémentaires du composite (0°, 90° et ±45°) à différentes températures (-40°C, 25°C et 85°C). Ces températures permettent de couvrir les températures prévues par les différents textes législatifs, et les différentes orientations permettent d'analyser le comportement suivant les différentes directions d'orthotropie et d'obtenir les différents paramètres matériaux tels que la matrice élastique de rigidité du composite, la thermo-dépendance des paramètres matériaux, l'endommagement, les déformations résiduelles et la viscosité. L'intérêt est d'appréhender au mieux les différents phénomènes.

A partir de ces résultats, une loi de comportement couplée prenant en compte au mieux les phénomènes est développée dans le but d'être implantée dans le logiciel éléments finis Abaqus.

Si les essais sur les plis élémentaires permettent d'alimenter le modèle de comportement, ils ont une portée limitée et il est essentiel de valider le modèle qui en découle, car un réservoir est soumis à un chargement complexe (biaxial) qui peut générer des mécanismes spécifiques non appréhendés lors des tests sur les plis élémentaires. Pour cette raison, une éprouvette technologique représentative d'un réservoir est développée dans le but de pouvoir valider le modèle et étudier le chargement thermomécanique du réservoir sans mettre en œuvre des essais sur réservoirs. Le design de cette éprouvette a été conçu de manière à obtenir les mêmes niveaux de contraintes maximales et des états similaires à ceux supportés par le réservoir, mais aussi de manière à pouvoir appliquer un chargement thermomécanique semblable à celui du réservoir. Cette éprouvette est composée de deux parties : une partie composite représentant la coque du réservoir et une partie polyuréthane représentant le liner et permettant le transfert du flux de chaleur dans le composite. On pourra ainsi appliquer un chargement thermomécanique représentatif de ce que subit le réservoir avec des niveaux de contraintes similaires et surtout un gradient thermique réaliste au sein de l'éprouvette. La partie composite va pouvoir être testée en réalisant différents essais de traction et de fatigue à des températures de -40°C, 25°C et 85°C. Ces essais permettront de connaitre le comportement du drapage représentatif à différentes températures. Enfin, le remplissage rapide étant le cas le plus pénalisant et celui que le réservoir subira le plus souvent, l'éprouvette

- 7 -

représentative sera testée en fatigue thermomécanique (entre 25°C et 85°C) à l'aide d'un banc d'essai permettant d'imposer un flux d'air chaud sur la paroi du liner polyuréthane. Ce test permettra d'évaluer la tenue de l'éprouvette représentative sous un chargement de fatigue thermomécanique proche de celui du réservoir et ainsi s'approcher de la durée de vie du réservoir. La comparaison des résultats d'essais avec les simulations Abaqus sur ces éprouvettes validera la loi de comportement développée dans une configuration proche de celle du réservoir.

Pour démontrer le potentiel de cette loi, une simulation du réservoir est réalisée dans le but d'établir l'état de contrainte complet d'un réservoir lors d'un chargement thermomécanique représentatif d'une phase de remplissage.

Cette thèse sera donc articulée en quatre chapitres. Dans la première partie, les essais de caractérisation réalisés sur les plis élémentaires seront présentés. On retrouvera l'étude préalable sur la géométrie des éprouvettes, les moyens expérimentaux utilisés dans cette partie, ainsi que les résultats des différents essais. Dans le deuxième chapitre, la loi de comportement développée à l'aide des essais réalisés dans la première partie sera détaillée. On trouvera dans cette partie une présentation préalable des différentes lois de comportement de la littérature afin de positionner notre approche. Le troisième chapitre présentera les différents tests réalisés sur l'éprouvette représentative ainsi que les simulations numériques de ces éprouvettes et les comparaisons réalisées entre ces simulations et les essais. Le quatrième et dernier chapitre présentera le modèle Abaqus du réservoir ainsi que les résultats du modèle. Une étude sur l'influence des différents paramètres caractérisant le réservoir ou son remplissage y sera présentée afin de démontrer les potentialités de l'outil développé.

CHAPITRE 1

MATERIAUX CONSTITUTIFS DU RESERVOIR

Ce chapitre présente les résultats d'essais obtenus sur les différents matériaux constituant le réservoir. Ainsi, le liner polyuréthane et le composite carbone/époxy ont été caractérisés afin d'obtenir les données nécessaires à la réalisation d'un modèle numérique thermomécanique.

Des essais mécaniques et des essais calorimétriques ont été réalisés sur toute la plage de température d'utilisation du réservoir. Ces essais permettent d'obtenir la capacité calorifique du réservoir, la masse volumique et les différentes composantes du tenseur de rigidité. De plus ces essais permettent de caractériser différents phénomènes non-linéaires tels que la plasticité, l'endommagement et la viscosité.

1.1. Objectifs

Dans ce chapitre, les matériaux constitutifs du réservoir sont testés de différentes manières dans le but :

- d'appréhender au mieux les différents phénomènes mécaniques et thermiques susceptibles d'apparaître lors de l'utilisation et essentiellement lors du remplissage d'un réservoir
- d'obtenir les différents paramètres et les différentes lois de comportement nécessaires à la mise en place d'un modèle thermomécanique du réservoir

Dans cette optique, différents essais sont réalisés sur le liner et sur des plis élémentaires de composite carbone/époxy. Au préalable, des mesures de densité et des essais calorimétriques sont réalisés sur le polyuréthane et sur le composite. Des essais mécaniques de tractions croissantes à différentes températures (-40°C, 25°C et 85°C) sont réalisés sur des plis élémentaires d'orientation 0°, 90° et ±45°. Dans le but d'éviter la problématique du procédé, les éprouvettes sont prélevées dans de la matière issue d'un procédé de bobinage identique à celui du réservoir. Pour chaque partie, les échantillons, les moyens expérimentaux et les protocoles utilisés sont présentés avant les résultats et leurs analyses.

1.2. Caractérisation physique

Dans cette partie seront présentées une étude sur la proportion de fibres par rapport à la matrice et sur le taux de porosités au sein du composite ainsi que les mesures de densité de chaque matériau.

1.2.1. Composite : Fibres, matrice et porosités

Les mesures de taux de fibres, de matrice et de porosités du composite sont réalisées à l'aide de micrographies effectuées sur un microscope optique Reichert-Jung MEF3. La tranche des éprouvettes testées a donc été polie avant les observations. Pour cela, une polisseuse Struers Rotopol 31 a été utilisée avec des papiers abrasifs de granulométrie de plus en plus fine allant d'une granulométrie de 320 jusqu'au spray diamanté de 1µm. Les micrographies ainsi obtenues sont traitées à l'aide du logiciel Photoshop qui permet d'isoler respectivement les fibres, la matrice et les porosités (Figure 1-1).



Figure 1-1 : Exemples de traitement Photoshop pour la mesure des taux de fibres, matrice et porosités dans un composite carbone/époxy bobiné (pli à 90°)

La fonction histogramme de Photoshop est utilisée pour évaluer le pourcentage de pixels de chaque « couleur » et ainsi de connaitre le taux volumique de chaque constituant. Toutefois, il faut noter que le seuillage entraine une sous-évaluation de la quantité de fibres.

On estime ainsi dans un pli à 90° du composite carbone/époxy :

- Un taux volumique de fibre de 50 %
- Un taux volumique de matrice de 36 %
- 14% de porosités

Ces valeurs montrent un taux de renfort dans le composite proche de celui obtenu par enroulement filamentaire (60%-75%).

1.2.2. Densité

1.2.2.1. Principe de la mesure

La méthode de mesure de densité s'appuie sur le principe de la poussée d'Archimède. Il s'agit de la force que subit un corps plongé dans un fluide : « Tout corps plongé dans un fluide, entièrement mouillé par celui-ci ou traversant sa surface libre, subit une force verticale, dirigée de bas en haut et opposée au poids du volume de fluide déplacé ». Ainsi, en mesurant la masse du solide dans l'air, M_a, et sa masse immergée dans un fluide, M_e, la densité peut être calculée par la relation suivante :

$$\rho = \frac{M_a \times D_{fluide}}{A(M_a - M_e)} + D_{air}$$

Eq. 1-1

A est un facteur correctif prenant en compte la poussée d'Archimède exercée sur le montage (A=0.99983), D_{air} est la densité de l'air, D_{fluide} est la densité du fluide.

 D_{air} et D_{fluide} sont dépendants de la température et de la pression atmosphériques et sont déterminés à partir d'abaques.

1.2.2.2. Dispositif et Mesures

Les mesures s'effectuent à l'aide d'un dispositif expérimental qui s'adapte sur une balance SARTORIUS dont la précision est de ±0.001 mg (Figure 1-2).



Figure 1-2 : Dispositif de mesure de densité

Le dispositif permet la mesure de la masse de l'échantillon dans l'air puis dans le fluide choisi. Pour ces mesures, le fluide utilisé est de l'eau.

Les mesures réalisées permettent d'obtenir :

- La masse volumique du polyuréthane ρ_{PU}=1180 kg/m³
- La masse volumique de composite carbone/époxy bobiné UD 90° ρ_{composite}=1537 kg/m³

Ces valeurs seront utilisées dans le calcul par éléments finis.

La masse volumique du composite peut aussi être calculée théoriquement par la relation :

$$\rho_c = v_f \rho_f + v_m \rho_m$$

Eq. 1-2

En utilisant les valeurs des taux de fibres et de matrice obtenues précédemment et les valeurs de masses volumiques de la matrice époxy et des fibres de carbone, respectivement 1150 kg/m³ et 1800 kg/m³, on retrouve une masse volumique de composite proche de celle mesurée par densité, bien que légèrement plus faible, ce qui peut s'expliquer par la sous-estimation du taux de fibres par seuillage.

1.3. Caractérisation thermique

L'objectif des essais présentés dans cette partie est de déterminer les propriétés thermiques des matériaux nécessaires à la mise en place d'un calcul thermomécanique. Plus précisément, des essais de DSC vont permettre d'obtenir la capacité calorifique des différents matériaux. Les coefficients de

conduction des matériaux ont été déterminés par Emmanuel Ruffio [2] lors de sa thèse au Département Fluides, Thermique et Combustion de l'Institut P' et seront repris ici.

1.3.1. Principe de fonctionnement de la DSC

La DSC (Differential Scanning Calorimetry) est une technique d'analyse thermique. Cette technique permet de mesurer la différence d'échange de chaleur entre un échantillon à analyser et une référence. Grâce à cette technique, il est possible de déterminer les transitions de phase des matériaux étudiés. Dans notre cas, il s'agit principalement de la transition vitreuse.

Lors d'un essai de DSC, deux capsules, l'une contenant l'échantillon à analyser, l'autre vide servant de référence sont placées dans un four. La température au sein de celui-ci est augmentée à vitesse constante. Cet essai consiste à mesurer, à l'aide d'un thermocouple placé sous chaque capsule, les flux de chaleur au-dessous des deux échantillons (Figure 1-3). L'inertie thermique de l'échantillon à analyser entraine une différence entre ces deux flux de chaleurs.



Figure 1-3 : Schéma du dispositif de la DSC.

Pour 1g de matière analysée, le flux de chaleur est proportionnel à la vitesse de chauffage et le facteur de proportionnalité correspond à la capacité calorifique Cp du matériau analysé (Eq. 1-3) :

$$\frac{dH}{dt} = C_p \frac{dT}{dt} + f$$

Eq. 1-3

Un essai de DSC va ainsi nous permettre de mesurer la capacité calorifique d'un matériau.

Lors d'une transition thermique comme la transition vitreuse, la capacité calorifique de l'échantillon varie, entrainant une variation de flux de chaleur mesuré. Cette variation indique alors la température de transition vitreuse.

Des essais DSC ont été réalisés avec une vitesse de chauffage de 10°C/min. Ces essais ont été réalisés sur des échantillons de composite et sur des échantillons de polyuréthane avec une DSC Texas Instruments Q2000 avec la technologie Tzero Avancée.

A la différence d'une DSC à flux de chaleur standard, la technologie Tzero possède un nouveau capteur qui permet une double mesure de température ainsi qu'une indépendance thermique de l'échantillon et de la référence.

Grâce à ce nouveau capteur (Figure 1-4), la mesure des différences de résistance thermique et de capacité thermique entre les plateformes échantillon et référence améliore la ligne de base et donc la sensibilité.



Figure 1-4 : Schéma de la cellule de DSC.

Dans ce travail, la technologie utilisée est la technologie Tzero Avancée. Cette technologie comporte tous les avantages de la technologie Tzero auxquels se rajoute la prise en compte des échanges thermiques à travers les creusets échantillon et référence. L'asymétrie due à la différence de masse des creusets est donc éliminée, ce qui augmente encore la résolution et la sensibilité (hauteur des pics).

1.3.2. Résultats

1.3.2.1. Composite

Des échantillons de composite d'environ 10mg ont été prélevés dans différentes plaques de composite (plaques planes UD, plaques courbes UD et plaques courbes avec drapage représentatif). La Figure 1-5 représente l'évolution de la capacité calorifique du composite en fonction de la température.



Figure 1-5 : Evolution de la capacité calorifique du composite en fonction de la température.

La dispersion observée est relativement faible (à l'ambiante la capacité calorifique est de 875±100 J/(kg.°C)) et peut être expliquée par la dispersion du taux de fibres au sein des échantillons prélevés. Aucune différence significative n'est constatée entre les échantillons prélevés sur le bord d'une plaque et au cœur de la plaque, ni entre plaques. La température de transition vitreuse est déterminée sur cette courbe. Celle-ci est de 125°C. Une loi d'évolution pour la capacité calorifique est déduite de ces courbes et sera ensuite utilisée dans le modèle éléments finis. Une loi linéaire entre -50 et 120°C peut suffire pour bien représenter l'évolution de la capacité calorifique en fonction de la température (T en °C) :

$$C_p(T) = 3.91 T + 732$$

Eq. 1-4

Le saut de capacité calorifique dû au passage de la transition vitreuse apparaît à des températures que le composite ne doit pas voir au cours d'un remplissage rapide. De plus, ce saut de capacité calorifique est masqué par la dispersion des mesures.

1.3.2.2. Polyuréthane

De la même manière des échantillons de liner ont été testés par DSC afin de connaitre l'évolution de la capacité calorifique en fonction de la température ainsi que la température de transition vitreuse.



Figure 1-6 : Evolution de la capacité calorifique du polyuréthane en fonction de la température.

Comme pour le composite, on observe sur cette courbe une très faible dispersion entre les échantillons prélevés. On observe, lors de la première chauffe, un pic endotherme à environ 50°C qui traduit un vieillissement physique du matériau. La température de transition vitreuse est de 55°C, le liner polymère lors d'un remplissage passera donc dans un état caoutchoutique, du fait que la température à l'intérieur du réservoir peut atteindre 85°C.

On remarque un effet très important de la transition vitreuse sur la capacité calorifique du polymère avec une augmentation de la capacité calorifique (environ 20%) lors du passage de la transition vitreuse.

Pour le modèle éléments finis, on utilisera, pour la capacité calorifique du polyuréthane, une loi tabulée capacité calorifique-température issue de la courbe de 2^{ème} chauffe (Annexe 1).

1.4. Caractérisation mécanique

Le but des essais présentés dans cette partie est de déterminer les propriétés mécaniques du composite qui interviennent dans la modélisation du remplissage d'un réservoir, mais aussi d'appréhender un maximum de phénomènes susceptibles de s'activer lors d'un remplissage de réservoir.

1.4.1. Présentation des essais réalisés

Les essais réalisés avec D. Vasconcellos pour caractériser le composite constitutif du réservoir sont des essais de traction avec ou sans décharge et avec ou sans palier. Ces différents types d'essais permettent de caractériser le comportement linéaire, plastique, endommageable et visqueux. De plus, ces essais sont réalisés sur des éprouvettes présentant des orientations de fibres à 0°, 90° et ±45°, permettant de cerner l'anisotropie du composite, et à trois températures (-40°C, 25°C et 85°C), couvrant toute la plage d'utilisation du réservoir. Ces essais sont réalisés dans la mesure du possible sur des éprouvettes prélevées directement dans des cylindres issus du même procédé d'enroulement filamentaire que le réservoir.

1.4.1.1. Géométrie des éprouvettes

Des portions de cylindres du matériau composite carbone/époxy, avec un rayon interne de 155 mm et une épaisseur de 3mm, ont été fournies par Composite Aquitaine. Ces tronçons sont fabriqués selon le même processus de bobinage que pour les réservoirs bobinés (tension de fil et cycle de cuisson similaires). Ces portions de cylindres ont été découpées selon l'axe longitudinal par découpe au jet d'eau. La géométrie des éprouvettes ainsi réalisées est présentée dans la Figure 1-7.





Ces éprouvettes ont été réalisées avec une orientation des fibres à 90° et à $\pm 45^{\circ}$ par rapport à l'axe de traction (axe X des éprouvettes).

Des calculs par éléments finis ont été réalisés à l'aide du logiciel Abaqus afin de déterminer l'influence du rayon de courbure des éprouvettes. Des éprouvettes courbes de différents rayons (∞, 200 et 50 mm) ont donc été modélisées. La géométrie testée a une épaisseur de 3 mm, une longueur de 250 mm et une largeur de 20 mm. Les trois orientations étudiées (0°, 90° et ±45°) ont été modélisées. Une loi de comportement linéaire avec des paramètres issus de la littérature pour un matériau proche de celui étudié a été utilisée [28]. Les résultats sont comparés à un calcul analytique de stratifié et montrent que le rayon de courbure n'a pas ou très peu d'influence sur le champ de contrainte des éprouvettes. On peut voir par exemple pour une éprouvette à ±45° que la contrainte de cisaillement est similaire quel que soit le rayon (Figure 1-8).



Figure 1-8 : Influence du rayon des éprouvettes sur la contrainte de cisaillement d'une éprouvette à ±45°.

On retrouve par ailleurs un niveau de contrainte proche de celui obtenu à l'aide du calcul analytique. Au final, les calculs EF montrent que le rayon de courbure des éprouvettes a très peu d'influence sur le champ de contrainte dans l'éprouvette et que l'utilisation d'éprouvettes courbes ne posent pas de problèmes vis-à-vis de l'identification de paramètres matériaux. On observe toutefois une sur-contrainte près de l'endroit où sont appliquées les conditions aux limites. Pour atténuer ce phénomène lors des essais, on utilisera des talons collés aux éprouvettes.

Le montage des éprouvettes dans les mors de la machine se fait par l'intermédiaire de mors de forme. L'objectif de ces pièces est d'épouser la courbure des éprouvettes afin d'assurer un serrage homogène de l'éprouvette. La forme des mors est donnée sur la Figure 1-9. Des talons en composite verre/epoxy sont collés sur les éprouvettes à l'aide d'une colle résistant aux températures d'essais. Des essais similaires ont déjà été réalisés [29] sur des éprouvettes carbone / epoxy issues de plaques courbes préendommagées par impact. La fixation de ces éprouvettes était assurée par une pièce en aluminium venant épouser la courbure. Ces pièces étaient cependant collées aux talons réalisés dans la même matière que les éprouvettes.



Figure 1-9 : Mors de forme utilisés pour le serrage des éprouvettes courbes.

Le processus de fabrication par bobinage ne permet pas de produire des cylindres avec une orientation de 0°. Pour cette raison, des plaques de composite ont été réalisées en bobinant à 90° sur un mandrin à faces planes. De cette manière, il est possible d'obtenir des plaques planes permettant d'extraire des éprouvettes prélevées dans la direction des fibres. Chaque plaque a été découpée en douze éprouvettes d'une largeur de 20 mm, d'une épaisseur de 3 mm et d'une longueur de 250 mm.



Figure 1-10 : Géométrie des éprouvettes orientées dans la direction des fibres.

1.4.1.2. Chargement

Trois types de chargements ont été appliqués sur ces éprouvettes (Figure 1-11):

• Traction pure monotone quasi-statique

Ces essais de traction monotone jusqu'à rupture permettent de mesurer la contrainte et la déformation maximales et à rupture, et, dans le domaine linéaire, de déterminer le module de rigidité et le coefficient de Poisson. Les essais ont été pilotés en déplacement, à vitesse constante de 0,5 mm/min.

• Traction pure quasi-statique avec chargements répétés progressifs (CRP)

Ce type d'essai permet de caractériser la non-linéarité du matériau, en identifiant l'endommagement ou la plasticité. Il s'agit d'un essai constitué d'une succession d'essais de traction

dont la charge maximale croît progressivement. Ces essais ont été pilotés en déplacement, à des vitesses de charge et décharge constantes de 0,5 mm/min.

• Traction pure quasi-statique avec chargements répétés progressifs avec palier

Il s'agit d'un essai de CRP auquel ont été ajoutés des paliers de maintien en force de 5 minutes à chaque charge et chaque décharge. Ces essais permettent de caractériser le comportement visqueux du composite et ont été réalisés sur les éprouvettes orientées à ±45°.

Ces essais sont réalisés sur une machine de traction INSTRON 4505. Tous ces essais sont réalisés à des températures de -40°C, 25°C et 85°C à l'aide d'une enceinte SERVATHIN.



Figure 1-11 : Illustration des trois types d'essais de caractérisation mécanique réalisés.

1.4.1.3. Mesure de déformations

Une acquisition numérique du temps, de la force appliquée, du déplacement de la traverse de la machine, des déformations longitudinale et transverse a été réalisée au cours des essais. La mesure de la déformation longitudinale est réalisée soit à l'aide de jauges d'extensométrie, soit à l'aide d'un extensomètre vidéo. La mesure de la déformation transverse est réalisée à l'aide de jauges d'extensométrie.

1.4.1.3.1. Jauges d'extensométrie

Au cours des essais, les déformations ont été mesurées avec des jauges d'extensométrie collées sur les éprouvettes avec des colles adaptées pouvant supporter les déformations maximales appliquées aux éprouvettes.

Les déformations locales, longitudinales et transversales, ont été mesurées par des jauges de déformation dans le centre d'une face des éprouvettes (Figure 1-12). On a utilisé des jauges Vishay[®] EA-06-125AD-120, avec 5% de limite de déformation, pour les éprouvettes orientées à 0° et 90°, et les jauges Vishay[®] EP-08-250BG-120, avec 20% de limite de déformation, pour les éprouvettes orientées à ±45°. Les deux types de jauges supportent des températures entre –45° et +95⁰ C.



Figure 1-12 : Répresentation de la disposition des jauges sur l'éprouvette.

1.4.1.3.2. Extensomètre vidéo

Un extensomètre vidéo a aussi été utilisé pour mesurer la déformation globale, principalement pour les éprouvettes orientées à ±45°, car ces éprouvettes présentent une déformation non uniforme et parfois un endommagement apparaît à l'endroit où les jauges sont collées, ce qui provoque la perte de la mesure des jauges.

Le principe de fonctionnement de cette technique repose sur la mesure de la distance entre deux marqueurs positionnés sur l'éprouvette. Un logiciel calcule, en temps réel, la variation de la distance entre les centres de deux marqueurs circulaires enregistrée par une caméra numérique pendant l'essai (Figure 1-13). Connaissant la distance initiale entre les deux capteurs, il est alors possible de calculer la déformation en temps réel.



Figure 1-13 : Photos capturées par la caméra numérique de l'extensomètre vidéo.

1.4.2. Comportement mécanique des éprouvettes orientées à 0°

Ces essais vont permettre de mesurer les propriétés mécaniques E_{11} et u_{12} , respectivement le module et le coefficient de Poisson, ainsi que la déformation et la contrainte à rupture dans la direction des fibres, notées respectivement E_{11}^{r} et σ_{11}^{r} .

1.4.2.1. Comportement

Les éprouvettes à 0° ont subi des essais de traction jusqu'à rupture et des essais CRP. Il s'agit des éprouvettes plates réalisées par enroulement filamentaire autour d'un mandrin à faces planes. Sur la Figure 1-14 sont représentées les courbes contrainte-déformation jusqu'à rupture des éprouvettes testées. La Figure 1-15 présente la relation entre la déformation longitudinale \mathcal{E}_{11} et la déformation transverse \mathcal{E}_{22} . Les courbes en pointillés représentent le dernier cycle d'un essai CRP, les courbes en trait plein représentent un essai de traction.



Figure 1-14 : Courbes contrainte/déformation pour les éprouvettes de composite carbone/époxy orientées à 0° pour différentes températures.



Figure 1-15 : Relation entre les déformations longitudinales et transversales pour les éprouvettes orientées à 0° pour différentes températures.

Les éprouvettes présentent un comportement linéaire jusqu'à rupture. On peut donc déduire de ces essais le module E_{11} ainsi que le coefficient de Poisson v_{12} par les relations :

$$E_{11} = \frac{\sigma_{11}}{\varepsilon_{11}}$$

Eq. 1-5

$$\upsilon_{12} = -\frac{\varepsilon_{11}}{\varepsilon_{22}}$$

Eq. 1-6

Les éprouvettes ayant été testées jusqu'à rupture, la déformation à rupture et la contrainte à rupture sont présentées avec les modules E_{11} et les coefficients de Poisson u_{12} mesurés dans le Tableau 1-1.

Nom	Température	E ₁₁ (± 0,1) GPa	v ₁₂ (± 0,01)	ε ₁₁ ['] (± 0,01)%	σ ₁₁ ′ (± 1) MPa
P-UD0-1	25°C	111,2	0,28	0,90%*	1006*
P-UD0-3	25°C	-	-	-	1200 ± 50
P-UD0-4	25°C	110,8	0,29	0,65%*	728*
P-UD0-12	25°C	106,7	0,34	1,37%	1132
P-UD0-2	25°C	113,3	0,29	1,08%	1198
P-UD0-6	25°C	114,6	0,29	0,85%*	985*
Moyenne	25°C	111,3	0,30	1,22%	1177 ±47
P-UD0-7	85°C	104,1	0,35	1,05%	1091
P-UD0-10	-40°C	111,4	0,26	1,24%	1412

* : essais ayant subi une rupture dans les talons (non pris en compte dans la contrainte et la déformation à rupture moyennes)

Tableau 1-1 : Résultats des essais de traction sur les éprouvettes de composite carbone/époxy orientées à 0°.

Les essais montrent dans un premier temps que la température a très peu d'influence sur les propriétés mécaniques. En effet, le module d'Young varie très peu quelle que soit la température. On peut observer un léger effet de la température sur le coefficient de Poisson. Plus la température augmente, plus ce coefficient est élevé. Cette évolution peut être reliée à l'influence de la température sur le comportement dans le sens transverse qui sera analysée dans la partie suivante.

Sur la Figure 1-14, on peut voir qu'il y a très peu d'effet d'un chargement CRP sur le comportement des éprouvettes, il n'y a quasiment pas d'effet de plasticité et/ou d'effet de viscosité dans la direction des fibres aux températures testées.

1.1.1.1. Endommagement

Les résultats des essais de CRP montrent une tendance à l'augmentation (environ 8,3% à la rupture) de la rigidité du composite dans la direction 11, qui n'est pas influencée par la température (Figure 1-16). Cette augmentation peut être expliquée par un alignement des fibres selon la direction de charge. La déformation résiduelle n'est pas mesurable, car elle présente des valeurs très faibles par rapport à la déformation à rupture d'environ 1%.



Figure 1-16 : Variation du module E_{11} en fonction de la déformation.

Ainsi, l'augmentation du module et le comportement linéaire fragile suggèrent qu'il n'y a pas d'endommagement progressif de l'éprouvette orientée à 0°.

1.4.2.2. Rupture

Les ruptures des éprouvettes dont les fibres sont orientées à 90° présentaient généralement un phénomène de splitting et une rupture près des mors (Figure 1-17). La contrainte à rupture obtenue dans le sens des fibres est ainsi relativement faible comparée à celle couramment obtenue sur ce type de matériau (1500 à 2000 MPa).



Figure 1-17 : Exemples de ruptures des éprouvettes de composite carbone/époxy orientés à 0° pour un essai de traction à 25°C.

1.4.2.3. Conclusions

La loi de comportement est élastique linaire avec un module d'Young de 113,4 GPa et un coefficient de Poisson de 0,30 à 25°C, 0,26 à 85°C et 0,35 à -40°C.

La contrainte à rupture obtenue est d'environ 1176,6 MPa, relativement plus faible que les valeurs couramment trouvées sur ce type de matériau (1500 – 2000 MPa).

Les essais de traction avec cycles de charge et décharge ont montré qu'il n'y a pas d'endommagement mesurable pour l'orientation à 0 degré des fibres.

1.4.3. Comportement mécanique des éprouvettes orientées à 90°

Ces essais vont permettre de mesurer les propriétés mécaniques E_{22} et u_{21} , respectivement le module et le coefficient de Poisson, ainsi que la déformation et la contrainte à rupture, notées respectivement E_{22}^{r} et σ_{22}^{r} .

1.4.3.1. Comportement

Dans cette partie, deux types d'éprouvettes seront testés : les éprouvettes plates, issues du bobinage sur un mandrin à faces planes et les éprouvettes courbes directement prélevées dans un cylindre bobiné.

Les éprouvettes à 90° ont subi des essais de traction jusqu'à rupture et des essais CRP. Sur la Figure 1-18 sont représentées les courbes contrainte-déformation jusqu'à rupture des éprouvettes plates. La Figure 1-19 présente les courbes contrainte-déformation jusqu'à rupture des éprouvettes courbes.



Figure 1-18 : Courbes contrainte/déformation à 25°C pour les éprouvettes plates de composite carbone/époxy bobiné orientées à 90°.

On peut voir que le comportement des éprouvettes plates présente une dispersion très importante des résultats. Ce phénomène est principalement associé aux porosités présentes dans le matériau. Ces porosités sont inhérentes au processus de fabrication sur mandrin à faces planes et traversent les éprouvettes en suivant la direction des fibres (Figure 1-21).



Figure 1-19 : Courbes contrainte/déformation pour les éprouvettes courbes de composite carbone /époxy bobiné orientées à 90° pour différentes températures.

Les éprouvettes courbes présentent un comportement élastique linéaire similaire aux éprouvettes plates, mais légèrement plus rigide et moins variable, dû au nombre plus faible et à la taille moindre des porosités. On constate que la température influence la rigidité selon la direction 2 (Figure 1-19).



Figure 1-20 : Relation entre les déformations longitudinales et transversales pour les éprouvettes plates orientées à 90°. - 27 -
Moyenne

La mesure des coefficients de Poisson, que ce soit pour les éprouvettes plates ou pour les éprouvettes courbes n'a pas été possible. La haute résistance des fibres de carbone à la compression entraîne de très faibles déformations dans la direction 11 par effet Poisson. De plus les porosités engendrent des contraintes à rupture relativement faibles. Ainsi dans cette direction, les déformations dans la direction Y sont très faibles (Figure 1-20) et n'ont pas pu être relevées. L'effet Poisson est donc très peu marqué et n'a pas pu être mesuré.

On peut donc déduire de ces essais le module E₂₂ par la relation :

5,5

$$E_{22} = \frac{\sigma_{22}}{\varepsilon_{22}}$$

14,1 ±1,2

Eq. 1-7

Les éprouvettes ayant été testées jusqu'à rupture, la déformation à rupture et la contrainte à rupture sont présentées avec les modules E₂₂ mesurés dans les Tableau 1-2 et Tableau 1-3.

Nom	E ₂ (± 0,1) GPa	ε ₂₂ ^r (± 0,01) %	σ ₂₂ ^r (± 0,1) MPa
P-UD90-1	6,3	0,24%	15,0
P-UD90-11	5,8	0,23%	13,3
P-UD90-5	5,4	0,09%*	4,8*
P-UD90-8	4,6	0,12%*	5,5*

* : rupture prématurée due à la présence d'un défaut au niveau de la zone rompue (non pris en compte dans la contrainte et la déformation à rupture moyennes)

Tableau 1-2 : Résultats des mesures des éprouvettes de composite carbone/époxy bobiné plates orientées à 90°.

0,24%

Nom	Température	E ₂ (± 0,1) GPa	ε ₂₂ ^r (± 0,01) %	σ ₂₂ ^r (± 0,1) MPa
C-UD90-3	25°C	7,7	0,20%	15,5
C-UD90-4	25°C	6,7	0,26%	17,3
Moyenne	25°C	7,2	0,23%	16,4 ±1,3
C-UD90-5	85°C	6,0	0,20%	12,2
C-UD90-6	85°C	5,9	-	13,3
Moyenne	85°C	5,9	0,20%	12,7 ±0,8
C-UD90-7	-40°C	7,9	0,23%	18,5
C-UD90-8	-40°C	7,7	0,25%	19,6
Moyenne	-40°C	7,8	0,24%	19,0 ±0.6

Tableau 1-3 : Resultats des mesures des éprouvettes de composite carbone/époxy bobiné courbes orientées à 90°

On peut voir dans le Tableau 1-2 que la présence d'un défaut de très grande taille entraîne une diminution du module de l'ordre de 15 %. En effet, si l'on observe la Figure 1-21, on peut voir que le défaut représente environ 15 % de la section, ce qui peut expliquer la chute de module de 15% et une contrainte à rupture plus faible due aux fortes concentrations de contraintes dans cette zone. Le Tableau 1-3 montre un module plus élevé à 25°C pour les éprouvettes courbes que pour les éprouvettes plates, qui peut s'expliquer par leur plus faible taux de porosités. De plus, on peut voir

l'influence de la température sur le comportement en traction transverse : le module et la contrainte à rupture augmentent quand la température diminue. On peut voir des augmentations de 8% du module transverse et de 16 % de la contrainte à rupture quand la température passe de 25°C à -40°C ainsi que des diminutions de 18% du module transverse et de 23 % de la contrainte à rupture quand la température passe de 25°C à 85°C.

1.4.3.2. Endommagement

Lors des cycles de charge-décharge des essais de CRP sur les éprouvettes à 90°, la déformation résiduelle reste nulle et le module ne change pas au cours du chargement. Le matériau ne présente donc pas d'endommagement progressif capable d'affecter le module macroscopique.

1.4.3.3. Rupture

La rupture est transversale, selon un plan parallèle au plan YZ (Figure 1-22). Au niveau de la rupture, il semble que les fibres soient « sèches », c'est-à-dire qu'il y a peu de résine pour lier les fibres. Ceci est dû à la haute concentration de fibres engendrée par ce processus de fabrication (Figure 1-23).

De plus, on observe généralement la rupture dans une zone dense en porosités ou dans une zone contenant une porosité de taille importante (Figure 1-21).



Figure 1-21 : Photo de la tranche d'une éprouvette plate de composite carbone/époxy bobiné rompue.



Figure 1-22 : Photo d'une éprouvette courbe de composite carbone/époxy bobiné rompue.



Figure 1-23 : Photo des fibres au niveau de la rupture d'une éprouvette de composite carbone/époxy bobiné courbe.

1.4.3.4. Comparaison avec la résine époxy seule

On trouve dans la littérature que la résine époxy seule a un comportement élasto-plastique (Figure 1-24). Le module d'Young du domaine élastique est de 3,4 GPa, donc moins rigide que la direction 22 du composite. Par contre, la contrainte et déformation à rupture sont d'environ 75 MPa et 6,6%, donc assez supérieures aux valeurs mesurées pour la direction transverse du composite.



Figure 1-24 : Courbes contrainte/déformation de la résine époxy à 20°C [30].

On voit donc que la présence des fibres permet d'augmenter la rigidité du composite dans la direction 22 par rapport à la résine seule, mais augmente aussi beaucoup sa fragilité.

1.4.3.5. Conclusions

La loi de comportement dans la direction transverse aux fibres est élastique linéaire. Le module E_{22} dépend de la température et les valeurs sont :

Bien que non mesurables directement, les coefficients de Poisson v_{21} peuvent être calculés par la relation :

$$\frac{E_1}{V_{12}} = \frac{E_2}{V_{21}}$$

Eq. 1-8

On obtient les coefficients de Poisson suivants :

-40°C :
$$\nu_{21} \approx 0.018$$

25°C : $\nu_{21} \approx 0.019$
85°C : $\nu_{21} \approx 0.020$

Les contraintes à rupture sont aussi dépendantes de la température avec les valeurs suivantes :

-40°C :
$$\sigma_{22}^{r}$$
 = 19 MPa
25°C : σ_{22}^{r} = 16.4 MPa
85°C : σ_{22}^{r} = 12.7 MPa

1.4.4. Comportement mécanique des éprouvettes orientées à ±45°

Ces essais vont permettre de mesurer le module de cisaillement G_{12} , ainsi que la déformation et la contrainte à rupture, notées respectivement \mathcal{E}_{12}^{r} et σ_{12}^{r} . Ils vont aussi permettre d'appréhender les phénomènes apparaissant en cisaillement tels que l'endommagement, la plasticité et la viscosité.

1.4.4.1. Comportement

Les éprouvettes à ±45° sont des éprouvettes courbes prélevées dans un cylindre réalisé par enroulement filamentaire. Ces éprouvettes ont subi des essais de traction à rupture et des essais CRP avec et sans paliers. Lors de ces essais, les déformations sont suivies à l'aide de jauges d'extensométrie et par extensomètre vidéo. A partir des mesures des déformations longitudinales et transverses des jauges, il est possible de remonter à la déformation de cisaillement :

$$2\varepsilon_{12} = \varepsilon_{xx} - \varepsilon_{yy}$$

Eq. 1-9

De la même manière, la contrainte appliquée à l'éprouvette permet de calculer la contrainte de cisaillement :

$$\sigma_{12} = \frac{\sigma_{XX}}{2}$$
Eq. 1-10

Pour les essais de traction jusqu'à rupture des éprouvettes orientées à ±45°, les courbes contrainte-déformation pour les trois températures testées sont tracées sur la Figure 1-25. On remarque que les déformations mesurées par jauges d'extensométrie et par extensomètre vidéo sont similaires. La technique de mesure de la déformation n'a donc pas d'influence sur les résultats.



Figure 1-25 : Courbes contrainte/déformation de cisaillement pour les éprouvettes de carbone/époxy bobiné orientées à ±45° pour trois températures (extensomètre vidéo en pointillé et jauges en trait plein).

La loi de comportement en cisaillement est non-linaire et présente une dépendance importante à la température (Figure 1-25). On peut aussi remarquer que l'enveloppe des essais CRP est similaire à celle des essais en traction (Figure 1-26), les phénomènes physiques se développant dans les essais CRP sont de même nature qu'en traction monotone.



Figure 1-26 : Courbes contrainte/déformation de cisaillement pour toutes les éprouvettes C-UD45 (traction simple et CRP sans les boucles).

Le module de cisaillement peut être obtenu à partir du domaine linéaire de ces courbes par la relation :

$$G_{12} = \frac{\sigma_{12}}{2\varepsilon_{12}}$$

Eq. 1-11

Les mesures des modules de cisaillement obtenues à partir de ces courbes sont données dans le Tableau 1-4.

Nom	Température	G ₁₂ (MPa)
C-UD45-5	25°C	4150
C-UD45-9	25°C	4111
C-UD45-10	25°C	3990
Moyenne	25°C	4084 ±83
C-UD45-3	85°C	3150
C-UD45-6	85°C	3318
C-UD45-7	85°C	3284
Moyenne	85°C	3251 ±89
C-UD45-2	-40°C	4481
C-UD45-4	-40°C	4610
C-UD45-8	-40°C	4647
Moyenne	-40°C	4579 ±87

Tableau 1-4 : Resultats des mesures des éprouvettes orientées à ±45°.

La Figure 1-27 montre l'évolution du module de cisaillement en fonction de la température. On observe une chute de module de cisaillement supérieure à 20% entre un essai à température

ambiante et un essai à 85°C. De la même manière, on observe une augmentation de 12% du module de cisaillement entre 25°C et -40°C.



Figure 1-27 : Evolution du module de cisaillement initial avec la température pour le composite carbone/époxy bobiné.

En première approximation, une thermo-dépendance linéaire du module de cisaillement G₁₂ sera prise en compte dans la modélisation par éléments finis.

1.4.4.2. Endommagement

L'endommagement est caractérisé à partir d'essais CRP réalisés en isotherme à chaque température (-40°, 25°C et 85°C). On peut voir sur la Figure 1-28, les courbes contrainte-déformation des éprouvettes orientées à ±45° pour les essais de CRP.

On observe, en plus du comportement non linéaire et très fortement thermo-dépendant, la présence de boucles d'hystérésis caractéristiques de la viscosité. Ces boucles sont d'autant plus ouvertes que la température ou que la contrainte appliquée est élevée. En premier lieu, pour caractériser l'évolution de l'endommagement, des mesures de déformation résiduelle ε_{res} en fin de décharge et des mesures du module sécant G_i sont réalisées à chaque cycle comme décrit sur la Figure 1-29.



Figure 1-28 : Courbes contrainte-déformation des éprouvettes orientées à ±45° pour les essais de CRP.

On peut constater que les déformations résiduelles présentent une relation à peu près linéaire avec la déformation totale. Les déformations résiduelles sont d'autant plus importantes que la température d'essai est élevée (Figure 1-30).



Figure 1-29: Mesure des modules sécants de cisaillement et des déformations résiduelles au cours d'un essai CRP sur un composite carbone/époxy bobiné à ±45° à 25°C.



Figure 1-30 : Relation entre la déformation résiduelle et la déformation totale pour les composites carbone/époxy bobinés à ±45° pour les trois températures testées.

La Figure 1-31 présente l'évolution du module sécant de cisaillement en fonction de la déformation résiduelle à -40°C, 25°C et 85°C. On observe une chute rapide du module sécant lorsque la déformation résiduelle augmente. Celui-ci décroît jusqu'à une valeur seuil d'environ 1000 MPa, quelle que soit la température. Cette valeur décroît juste plus rapidement quand la température est plus faible. Ce phénomène peut s'expliquer par une matrice plus rigide et plus fragile à faible température du fait d'une température plus éloignée de sa température de transition vitreuse.



Figure 1-31 : Evolution du module sécant en fonction de la déformation résiduelle à -40°C, 25°C et 85°C pour le composite carbone/époxy bobiné à ±45°.

Les essais CRP ont permis de mettre en évidence un endommagement progressif du composite en cisaillement et de fortes déformations résiduelles, qui seront pris en compte dans la modélisation par éléments finis, mais aussi la présence de viscosité. Des essais complémentaires sont réalisés pour analyser le comportement visqueux du composite en cisaillement en tentant de le différencier de l'endommagement, ce qui n'est pas simple et constitue une voie de recherche en tant que tel.

1.4.4.3. Viscosité

En complément des essais CRP classiques, des essais CRP avec des paliers de 5 minutes à chaque charge et à chaque décharge (Figure 1-32) ont été réalisés.

Les déformations relevées à l'aide des jauges d'extensométrie permettent d'obtenir les courbes contrainte-déformation pour chaque température d'essai isotherme (-40°C, 25°C et 85°C). Par exemple, la Figure 1-34 présente la courbe contrainte-déformation pour un essai CRP avec palier à 85°C.



Figure 1-32 : Evolution de la force et du déplacement pour un essai CRP avec palier sur le composite carbone / époxy bobiné à ±45°.



Figure 1-33: Exemple de courbe contrainte déformation (CRP avec palier) à 85°C sur composite carbone/époxy bobiné à ±45°.

On peut voir sur la Figure 1-33 l'augmentation de la déformation lors d'un palier où la contrainte est non nulle (fluage) et la diminution de la déformation lors d'un palier où la contrainte est nulle (recouvrance). On notera ε_a , la déformation au début du palier de charge, ε_b la déformation à la fin du palier de charge, ε_c la déformation au début du palier de décharge et ε_d la déformation à la fin du palier de décharge.

La Figure 1-34 présente le taux d'augmentation de la déformation lors d'un cycle : $\delta \varepsilon / \delta \sigma$, où $\delta \varepsilon = \varepsilon_{d_i} - \varepsilon_{d_{i-1}}$ est l'augmentation de déformation entre la fin du cycle étudié et la fin du cycle précédent et $\delta \sigma = \sigma_i - \sigma_{i-1}$ est l'augmentation de contrainte entre le cycle étudié et le cycle précédent. On peut voir sur ce graphique que la température joue un rôle majeur : plus la température augmente, plus la déformation augmente lors d'un cycle. On remarque aussi une augmentation brutale de la déformation à partir d'un certain niveau de contrainte. Cette augmentation correspond principalement au point d'inflexion de la courbe contrainte-déformation qui apparait plus tôt pour une température élevée.



Figure 1-34 : Augmentation de la déformation pour chaque cycle en fonction de la contrainte pour le composite carbone/époxy bobiné à ±45° pour trois températures.

En s'intéressant plus particulièrement à la déformation créée pendant le palier, on peut voir sur la Figure 1-35 qu'elle croît avec la contrainte appliquée et avec la température. On retrouve la signature visqueuse classique sous fluage.



Figure 1-35 : Augmentation de la déformation $\varepsilon_b - \varepsilon_a$ lors d'un palier en charge en fonction de la contrainte appliquée lors du palier pour le composite carbone/époxy bobiné à ±45° pour trois températures.



De la même manière que la déformation augmente lors d'un palier en charge, la déformation diminue lors d'un palier à charge nulle (Figure 1-36) avec une ressemblance cohérente.

Figure 1-36 : Diminution de la déformation $\varepsilon_c - \varepsilon_d$ lors d'un palier à charge nulle en fonction de la contrainte maximale du cycle pour le composite carbone/époxy bobiné à ±45° pour trois températures.

Cependant, la recouvrance lors d'un palier à charge nulle est beaucoup plus faible que l'augmentation de la déformation dans le palier en charge du même cycle (par exemple, à 85°C, la déformation recouvrée lors du dernier cycle est de 0,5% contre une augmentation de déformation de 1,1%). Pour essayer de différencier « grossièrement » l'effet de l'endommagement de celui de la viscosité, nous allons comparer la perte d'inclinaison de la boucle $1 - \frac{G}{G_0}$ dans les cas de CRP avec et sans paliers.



Figure 1-37 : Evolution de l'endommagement lors d'un chargement avec palier pour un composite bobiné à ±45°.

La Figure 1-37 présente l'évolution de l'endommagement lors d'un chargement avec palier. On retrouve sur cette figure que l'endommagement lors d'un chargement avec palier est plus rapide lorsque la température augmente. L'endommagement apparaît à partir d'un niveau de charge d'environ 30% à 40 % de la contrainte à rupture selon la température. La comparaison de cet endommagement dans le cas de chargements CRP avec et sans paliers est réalisée sur la figure 1-38. On note toujours l'influence de la température sur l'évolution de l'endommagement, cependant, quelle que soit celle-ci, le paramètre $1 - \frac{G}{G_0}$ ne dépend pas du type de chargement. Le module sécant mesuré à la fin d'un palier à une contrainte donnée est très proche de celui mesuré pour un chargement CRP sans palier à la même contrainte. En approximation grossière, nous considérons, pour ce drapage simple ±45°, que l'endommagement n'évolue pas lors du palier puisque le module sécant ne varie pas lors d'un maintien en charge.



Figure 1-38 : Comparaison de l'évolution de l'endommagement pour des CRP avec et sans paliers sur un composite carbone/époxy bobiné à ±45° aux trois températures testées

1.4.4.4. Rupture

La rupture des éprouvettes orientées à ±45° est une rupture par cisaillement inter et intralaminaire (Figure 1-39).



Figure 1-39 : Photo de la rupture d'une éprouvette de composite carbone/époxy bobiné orientée à ±45° en traction à 25°C.

1.4.4.5. Conclusion

Le comportement en cisaillement du composite carbone/époxy bobiné est élasto-visco-plastique et endommageable. Le module G_{12} dépend de la température et les valeurs utilisées dans la modélisation par éléments finis sont :

-40°C : G₁₂ = 4.58 GPa 25°C : G₁₂ = 4.08 GPa 85°C : G₁₂ = 3.25 GPa

Les essais CRP ont montré le caractère endommageable du matériau en cisaillement. L'évolution du module de cisaillement en fonction de la déformation résiduelle sont des données qui doivent permettre de modéliser par éléments finis cet endommagement par la perte de rigidité du composite en cisaillement et la déformation résiduelle qui en résulte.

Des essais avec paliers ont mis en évidence un effet visqueux non négligeable en cisaillement qu'il était plus difficile à intégrer dans le modèle dans la durée de ce travail. Des travaux sont cependant en cours pour intégrer la viscosité dans ce modèle.

1.5. Bilan

Dans cette partie, les différents essais de caractérisation ont été décrits. Ils permettent d'avoir une connaissance des matériaux constitutifs des réservoirs d'un point de vue physique, thermique et mécanique.

Des mesures de densitométrie ont permis de mesurer la masse volumique de chaque constituant. Une étude micrographique a permis de déterminer une première approximation du taux de fibres, de matrice et de porosités au sein du composite carbone/époxy orienté à 90°.

Les températures de transition vitreuse de la partie polymère en polyuréthane (55°C) et de la partie composite carbone/époxy (125°C) ont été mesurées par DSC en même temps que l'évolution de la capacité calorifique en fonction du temps nécessaire à la mise en place d'un modèle thermomécanique.

Une caractérisation mécanique du pli unidirectionnel du composite de carbone/époxy bobiné a ensuite été présentée. Il a été montré le caractère élastique et fragile du composite en traction dans la direction des fibres et dans la direction perpendiculaire aux fibres et un caractère élasto-visco-plastique endommageable en cisaillement. L'influence de la température a aussi été mise en évidence lors de ces essais. Les modules d'élasticité, les coefficients de Poisson et les caractéristiques à rupture (ε_r et σ_r) ont été mesurés à l'aide de jauges d'extensométrie ou d'un extensomètre vidéo lors d'essais de traction jusqu'à rupture. Des essais de CRP avec et sans paliers ont permis de caractériser l'endommagement et la viscosité du composite.

CHAPITRE 2

LOI DE COMPORTEMENT ET MODELISATION

Ce chapitre présente tout d'abord dans un contexte assez général le comportement et les principaux phénomènes observables dans les composites ainsi que les différentes lois de comportement et les différents modèles d'endommagement principalement utilisés pour les matériaux composites dans la littérature. Ces lois de comportement ont été développées pour les composites stratifiés. Le composite de cette étude est un composite bobiné qui présente certaines spécificités. Des études de modélisation réalisées sur ce type de composite sont donc présentées.

Dans un second temps, le développement d'une loi de comportement pouvant être facilement transférable à une structure complexe tel que le réservoir et prenant en compte la non-linéarité, l'endommagement matriciel, la perte de rigidité progressive en cisaillement, ainsi que la dépendance thermique des paramètres matériaux est détaillé.

Enfin, les lois de comportement utilisées pour le liner polymère et l'acier des embases sont présentées.

Remarque générale : L'objet de ce travail est d'élaborer des outils de modélisation transférables dans l'industrie. Les développements des lois seront nécessairement limités afin d'être pragmatiques. Cependant, nous tenterons de représenter le plus finement possible les phénomènes.

2.1. Modélisation du comportement du composite

2.1.1. Modélisation du comportement mécanique

Les essais de caractérisation présentés au chapitre 1 ont montré que le composite carbone / époxy bobiné présente un comportement élasto-visco-plasto-endommageable anisotrope avec une forte dépendance à la température en traction transverse et en cisaillement. Dans un premier temps, une étude bibliographique est menée pour mieux expliciter le comportement des composites étudiés dans la littérature et leurs modélisations par éléments finis seront présentées. Dans un second temps, sera présenté le développement de la loi de comportement qui sera introduite dans le modèle du réservoir.

2.1.1.1. Généralités sur le comportement mécanique des composites

2.1.1.1.1. Elasticité

Dans cette partie, le repère utilisé sera le repère du pli composite avec la direction 1 qui est la direction parallèle aux fibres (Figure 2-1). La direction 2 correspond à la direction transverse dans le pli et la direction 3 correspond à la direction transverse perpendiculaire au pli.



Figure 2-1 : Repères du pli composite.

Les matériaux composites ont un comportement mécanique qui suit des lois de comportements anisotropes 3D. La relation de comportement de base (élasticité linéaire) entre les déformations et les contraintes s'écrit :

$$\begin{bmatrix} \varepsilon_{11} \\ \varepsilon_{22} \\ \varepsilon_{33} \\ \varepsilon_{23} \\ \varepsilon_{13} \\ \varepsilon_{12} \\ \varepsilon_{32} \\ \varepsilon_{32} \\ \varepsilon_{31} \\ \varepsilon_{21} \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} S_{ijkl} \end{bmatrix} \begin{bmatrix} \sigma_{11} \\ \sigma_{22} \\ \sigma_{33} \\ \sigma_{23} \\ \sigma_{13} \\ \sigma_{12} \\ \sigma_{32} \\ \sigma_{31} \\ \sigma_{21} \end{bmatrix}$$

Eq. 2-1

avec $[S_{ijkl}]$ la matrice de souplesse.

Cette relation peut être simplifiée du fait de la symétrie des contraintes et des déformations :

$$\begin{split} \sigma_{lk} &= \sigma_{kl} \Longrightarrow S_{ijkl} = S_{ijlk} \end{split} \label{eq:solution}$$
 Eq. 2-2
$$\varepsilon_{ij} &= \varepsilon_{ji} \Longrightarrow S_{ijkl} = S_{jikl} \end{split} \label{eq:solution}$$
 Eq. 2-3

2.1.1.1.2. Viscosité

Lors des essais de caractérisation, le comportement visqueux du composite a été mis en évidence. Il semble que la déformation visqueuse ne soit pas entièrement récupérée. Ce phénomène pose donc un problème : par quelle approche décrire le comportement des composites ? La viscoélasticité est un comportement matériau qui peut être non linéaire. Ses caractéristiques principales sont sa dépendance au temps et l'absence de déformation résiduelle permanente. Au contraire, la viscoplasticité entraine une déformation résiduelle permanente après décharge.

Ce phénomène de couplage entre la viscoélasticité et la viscoplasticité a déjà été montré pour des matériaux organiques par Vinet [31].

Dans leur version classique, ni l'une, ni l'autre de ces approches n'est entièrement satisfaisante et la plupart des auteurs privilégient la mieux adaptée à leur problème en évitant une généralisation souvent risquée.

Plusieurs modèles de viscoélasticité ont été proposés dans la littérature. Cette partie présente quelques-uns d'entre eux. Il est possible de modéliser le comportement viscoélastique à l'aide d'une formulation intégrale. Par exemple, Schapery propose un modèle basé sur le principe de superposition de Boltzmann.

La réponse du matériau à une contrainte de fluage peut être mise sous la forme :

$$\varepsilon(t) = \int_{-\infty}^{t} \frac{\delta\sigma(t)}{\delta t} J(t-\tau) dt$$

Eq. 2-4

où $J(t - \tau)$ est la complaisance en fluage, t le temps et τ le temps d'application de la contrainte.

La prise en compte de l'historique de chargement est introduite dans le modèle viscoélastique non linéaire de Schapery [32, 33] qui est formulé de la façon suivante :

$$\varepsilon(t) = g_0(\sigma) S^0 \sigma(t) + g_1(\sigma) \int_0^t \Delta S(\varphi(t) - \varphi(\tau)) \frac{dg_2(\sigma)}{d\tau} d\tau$$
$$\varphi(t) = \int_0^t \frac{dt}{a_\sigma a_T a_H a_{te}}$$

Eq. 2-5

où g_0 , g_1 et g_2 sont des fonctions introduisant la non-linéarité, S^0 est la souplesse initiale et S est la souplesse retardée.

Ce modèle, basé sur des principes thermodynamiques, a été très largement utilisé et de nombreux auteurs ont adapté cette formulation pour étudier le comportement des CMO [31, 34, 35].

En écrivant la fonction fluage S sous la forme d'un développement en série de Prony (séries d'exponentielles), l'équation intégrale peut être transformée en n équations différentielles du premier ordre. Cette écriture se rapproche alors de l'écriture différentielle spectrale [31].

La viscoélasticité non linéaire peut aussi être introduite par un modèle spectral [36-38]. Ce modèle s'inspire des travaux de Nowick & Berry [39]. Il permet de décomposer la déformation visqueuse en une somme de mécanismes visqueux élémentaires associés à un spectre de temps de relaxation. Ce modèle permet une identification aisée et permet une bonne modélisation de la non-linéarité et des maintiens en charge.

2.1.1.1.3. Plasticité

Les composites présentent généralement un comportement plastique dépendant fortement de la direction. Il existe des critères de plasticité dépendant de la direction tel que le critère anisotrope de Hill, utilisé pour définir le seuil de plasticité. Il s'agit d'une extension du critère isotrope de Von Mises qui s'écrit :

$$f(\sigma) = \sqrt{F(\sigma_{22} - \sigma_{33})^2 + G(\sigma_{33} - \sigma_{11})^2 + H(\sigma_{11} - \sigma_{22})^2 + 2L\sigma_{23}^2 + 2M\sigma_{31}^2 + 2N\sigma_{12}^2}$$
Eq. 2-6

Ce critère permet de déterminer la fonction seuil qui traduit l'évolution de la limite d'élasticité de manière à dissocier chaque direction principale du matériau. Cette dissociation est réalisée par l'intermédiaire des coefficients F, G, H, L, M et N utilisés dans la fonction seuil. Ces coefficients sont déterminés à partir des ratios des limites d'élasticité R₁₁, R₂₂, R₃₃, R₁₂, R₁₃ et R₂₃, définis respectivement comme suit : $\frac{\overline{\sigma}_{11}}{\sigma_0}$, $\frac{\overline{\sigma}_{22}}{\sigma_0}$, $\frac{\overline{\sigma}_{33}}{\sigma_0}$, $\frac{\overline{\sigma}_{12}}{\tau_0}$, $\frac{\overline{\sigma}_{13}}{\tau_0}$, $\frac{\overline{\sigma}_{23}}{\tau_0}$ où σ_0 est une référence définie par l'utilisateur ($\tau_0 = \frac{\sigma_0}{\sqrt{3}}$) et $\overline{\sigma}_{ij}$ est la valeur de limite d'élasticité mesurée lorsque σ_{ij} est la seule composante non nulle appliquée. En plus du seuil de plasticité, il faut déterminer les lois d'écoulement gouvernant l'évolution des déformations plastiques

Une difficulté, concernant l'usage de modèle plastique est l'introduction correcte de l'anisotropie de ces matériaux.

2.1.1.1.4. Endommagements

Les composites sont des matériaux présentant une forte anisotropie, ils présentent une forte hétérogénéité du fait de la présence des deux constituants (fibres et matrice). Ces deux points conduisent à des mécanismes d'endommagement spécifiques complexes et variés : décohésions

fibres/matrice, fissuration matricielle, délaminages et ruptures de fibres, une schématisation de ces endommagements possibles est représentée sur la Figure 2-2.



Figure 2-2 : Schéma des différents types d'endommagement d'un stratifié composite.

2.1.1.1.4.1. Fissuration matricielle

La fissuration matricielle est un phénomène d'endommagement de la matrice. Comme il est assez instable dans un certain nombre de cas, elle se fissure dans toute l'épaisseur du pli en suivant la direction des fibres. De ce fait, la fissuration matricielle apparaît principalement dans les plis désorientés par rapport à l'axe de traction. L'influence de la géométrie du composite est donc le facteur prédominant quant à l'apparition de fissurations matricielles. De plus, outre l'orientation des plis, il a été montré que l'épaisseur de ceux-ci a une forte influence sur la fissuration matricielle : la présence de couches désorientées épaisses favorise le développement des fissures matricielles [40, 41], les raisons sont d'origine énergétique.

La fissuration matricielle apparait pour différents types de chargement (mécanique ou thermique). Il a été montré, par exemple, que la fissuration transverse peut se développer à partir de décohésions dans un composite carbone/époxy sous sollicitation de cyclage thermique [42]. Bertin et al. ont aussi étudié l'influence de la séquence d'empilement dans le cadre d'un chargement de fatigue thermomécanique sur un multicouche polymère/composite [43].

2.1.1.1.4.2. Décohésions fibres/matrice

La décohésion fibres/matrice est un endommagement qui apparaît rapidement dans les composites, souvent en lien avec la fissuration matricielle. Ce phénomène est particulièrement important dans les cas de chargements thermiques qui induisent des dilatations différentielles fortes ; il est de plus accentué par une contrainte mécanique. Lorsque la déformation augmente, le nombre de décohésions augmente pouvant conduire à l'apparition de microfissures matricielles (Figure 2-3).



Figure 2-3 : Décohésions fibres matrice dans un composite et coalescence en une microfissure [44]

2.1.1.1.4.3. Délaminage

Le délaminage est un mécanisme d'endommagement intra-laminaire dû à la forte concentration de contraintes intra-laminaires ou à la saturation de fissures matricielles. Celui-ci se présente sous la forme d'une décohésion de deux couches d'orientation différentes. Dans le cas de contraintes intra-laminaires, celui-ci s'amorce au niveau des bords libres. Le délaminage peut aussi s'amorcer sur une pointe de fissure matricielle [45] : cette singularité entraine une sur-contrainte responsable du délaminage. L'hétérogénéité des couches est aussi source de contraintes spécifiques qui induisent une fissuration par exemple sous l'effet d'un choc.

2.1.1.1.4.4. Rupture de fibres

L'endommagement par rupture de fibres est l'endommagement le plus critique pour les structures car il est généralement responsable de la ruine de celles-ci. Cet endommagement n'apparait donc qu'en fin de vie de ces structures.

Cet endommagement apparaît lors d'une très forte sollicitation dans l'axe des fibres du fait de la très grande résistance de ces fibres en traction.

L'endommagement par rupture de fibres peut être étudié dans les réservoirs bobinés : Blassiau et al. ont étudié ces ruptures afin de pouvoir déterminer la durée de vie minimum restant après des périodes de service [46-48].

2.1.1.2. Exemples de modèles d'endommagement des composites

Depuis les premiers travaux de Kachanov [49] en 1958 sur la modélisation continue de l'endommagement, ce type de modélisation a été énormément développé.

A partir des années 1980, la modélisation de l'endommagement des matériaux par la mécanique continue de l'endommagement se développe. Celle-ci a pour but de décrire l'endommagement non plus comme une discontinuité du matériau mais comme un abaissement des propriétés mécaniques de celui-ci.

Quelques modèles mettant en œuvre ce principe vont être décrits dans la partie suivante.

2.1.1.2.1. Le modèle de Hashin

Le modèle de Hashin est un modèle d'endommagement implanté dans Abaqus [50]. Il s'agit d'une formulation en contrainte plane avec une loi de comportement élastique orthotrope.

2.1.1.2.1.1. Loi de comportement

L'endommagement est représenté par une diminution de la contrainte effective $\hat{\sigma}$ à travers un opérateur d'endommagement M :

$$\hat{\sigma} = M\sigma; \ M = \begin{bmatrix} \frac{1}{1-d_f} & 0 & 0\\ 0 & \frac{1}{1-d_m} & 0\\ 0 & 0 & \frac{1}{1-d_s} \end{bmatrix}$$

Eq. 2-7

où d_f , d_m et d_s sont respectivement les variables d'endommagement par rupture de fibres, matricielle et en cisaillement.

Dans le domaine élastique en contrainte plane, on obtient la matrice souplesse :

$$S = \begin{bmatrix} \frac{1}{(1-d_f)E_1} & -\frac{\upsilon_{21}}{E_2} & 0 \\ -\frac{\upsilon_{12}}{E_1} & \frac{1}{(1-d_m)E_2} & 0 \\ 0 & 0 & \frac{1}{(1-d_s)G_{12}} \end{bmatrix}$$

Eq. 2-8

La matrice de raideur correspondante est :

$$C = \frac{1}{D} \begin{bmatrix} (1-d_f)E_1 & (1-d_f)(1-d_m)v_{21}E_1 & 0\\ (1-d_f)(1-d_m)v_{12}E_2 & (1-d_m)E_2 & 0\\ 0 & 0 & D(1-d_s)G_{12} \end{bmatrix}$$
Eq. 2-9

où $D = (1 - d_f)(1 - d_m)v_{12}v_{21}$ et $d_s = (1 - d_f)(1 - d_m)$

On distinguera l'endommagement des fibres et de la matrice en compression et en traction par l'intermédiaire des variables d_{ft} , d_{fc} , d_{mt} , d_{mc} .

2.1.1.2.1.2. Critère d'initiation

Un critère d'initiation est utilisé pour chaque mode d'endommagement :

• Fibre en traction ($\hat{\sigma}_{11} \ge 0$) :

$$F_{ft} = \left(\frac{\hat{\sigma}_{11}}{X^T}\right)^2 + \alpha \left(\frac{\hat{\sigma}_{12}}{S^L}\right)^2 = 1$$
Eq. 2-10

• Fibre en compression ($\hat{\sigma}_{11} < 0$) :

$$F_{ft} = \left(\frac{\hat{\sigma}_{11}}{X^C}\right)^2 = 1$$

• Matrice en traction ($\hat{\sigma}_{22} \ge 0$) :

$$F_{mt} = \left(\frac{\hat{\sigma}_{22}}{Y^T}\right)^2 + \left(\frac{\hat{\sigma}_{12}}{S^L}\right)^2 = 1$$
Eq. 2-12

• Matrice en compression ($\widehat{\sigma}_{22} < 0$) :

$$F_{mc} = \left(\frac{\hat{\sigma}_{22}}{2S^T}\right)^2 + \left[\left(\frac{Y^C}{2S^T}\right)^2 - 1\right]\frac{\hat{\sigma}_{22}}{Y^C} + \left(\frac{\hat{\sigma}_{12}}{S^L}\right)^2 = 1$$

Eq. 2-13

Eq. 2-11

Dans ces expressions, $\hat{\sigma}_{ij}$ sont les composantes du tenseur des contraintes effectives. X^T , X^C , Y^T et Y^C sont les contraintes maximales dans la direction des fibres (X) et de la matrice (Y), soit en traction (T), soit en compression (C). S^L et S^T sont les contraintes de cisaillement maximales longitudinale et transversale, respectivement.

Le coefficient α détermine la contribution de la contrainte de cisaillement pour le critère d'initiation de la fibre en traction. Le critère peut suivre le modèle proposé par Hashin et Rotem [51] avec $\alpha = 0$ et $S^T = 0.5Y^C$ ou le modèle proposé par Hashin [52] avec $\alpha = 1$.

2.1.1.2.1.3. Evolution d'endommagement

La dégradation de la matrice de raideur est contrôlée par les variables d'endommagement (d), qui peuvent augmenter de 0 jusqu'à 1, où la valeur 1 représente la dégradation complète dans un mode.

Les lois d'évolution de ces variables sont basées sur l'énergie de fracture dissipée et utilisent les contraintes ($\sigma_{I,eq}$) et déplacements ($\delta_{I,eq}$) équivalents, pour éviter la dépendance au maillage. Pour chaque mode, l'évolution de l'endommagement est pilotée par la relation :

$$d_{I} = \frac{\delta_{I,eq}^{f}(\delta_{I,eq} - \delta_{I,eq}^{0})}{\delta_{I,eq}(\delta_{I,eq}^{f} - \delta_{I,eq}^{0})}; \ \delta_{I,eq}^{0} \le \delta_{I,eq} \le \delta_{I,eq}^{f}$$
$$I \in \{ft, fc, mt, mc\}$$
Eq. 2-14

L'endommagement étant irréversible, ces variables sont strictement croissantes. Les indices 0 et f représentent respectivement le point où le critère d'initiation est atteint et le point où le matériau est complètement endommagé ($d_I = 1$) et sont définis par :

$$\delta_{I,eq}^{f} = \frac{2G_{I,c}}{\sigma_{I,eq}^{0}}; \ \delta_{I,eq}^{0} = \delta_{I,eq} f_{I}^{sc}; \ \sigma_{I,eq}^{0} = \sigma_{I,eq} f_{I}^{sc}$$
Eq. 2-15

où les énergies de fracture dissipées $G_{I,c}$ sont définies expérimentalement et les fonctions d'échelle f_I^{sc} sont définies par :

Mode d'endommagement	f_1^{sc}
Fibre en traction ($\hat{\sigma}_{11} \ge 0$)	$\frac{1}{\sqrt{F^{ft}}}$
Fibre en compression ($\hat{\sigma}_{11} < 0$)	$\frac{1}{\sqrt{F^{fc}}}$
Matrice en traction ($\hat{\sigma}_{22} \ge 0$)	$\frac{1}{\sqrt{F^{mt}}}$
	$\frac{-\gamma + \sqrt{\gamma^2 + 4\beta}}{2\beta}$ où
Matrice en compression ($\hat{\sigma}_{22} < 0$)	$\gamma = \left[\left(\frac{Y^C}{2S^T} \right)^2 - 1 \right] \frac{\sigma_{22}}{Y^C}$
	$\beta = \left(\frac{\sigma_{22}}{2S^T}\right)^2 + \left(\frac{\sigma_{12}}{S^L}\right)^2$

Tableau 2-1 – Fonctions d'échelle

Les déplacements et contraintes équivalents sont définis par les relations :

Mode d'endommagement	$\delta_{I,eq}$	$\sigma_{I,eq}$
Fibre en traction	$I \sqrt{I_2 + 2}$	$L_c(\langle \sigma_{11} \rangle \langle \varepsilon_{11} \rangle + \sigma_{12} \varepsilon_{12})$
$(\hat{\sigma}_{11} \ge 0)$	$L_{cV}(\varepsilon_{11}) + \varepsilon_{12}$	$\delta_{ft,eq}$
Fibre en compression		$L_c \langle -\sigma_{11} \rangle \langle -\varepsilon_{11} \rangle$
$(\hat{\sigma}_{11} < 0)$	$L_{c}(-\varepsilon_{11})$	$\delta_{fc,eq}$
Matrice en traction	$I = \sqrt{1 - \sqrt{2}}$	$L_c(\langle \sigma_{22} \rangle \langle \varepsilon_{22} \rangle + \sigma_{12} \varepsilon_{12})$
$(\hat{\sigma}_{22} \ge 0)$	$L_{c}\sqrt{(\varepsilon_{22})^{2}+\varepsilon_{12}^{2}}$	$\delta_{mt,eq}$
Matrice en compression	$I \sqrt{I - \alpha + 2 + \alpha + 2}$	$L_c(\langle -\sigma_{22}\rangle\langle -\varepsilon_{22}\rangle + \sigma_{12}\varepsilon_{12})$
$(\hat{\sigma}_{22} < 0)$	$L_{CV} (-\epsilon_{22})^{-} + \epsilon_{12}^{-}$	$\delta_{mc,eq}$

Tableau 2-2 – Déformation et contrainte équivalentes

Dans ces relations, L_c est la longueur caractéristique de l'élément et () sont les crochets opérateurs de Macauley, définis par :

$$\langle w \rangle = \frac{w + |w|}{2}, w \in R$$

Eq. 2-16

2.1.1.2.1.4. Bilan

Ce modèle d'endommagement est un modèle en contrainte plane qui prend en compte quatre modes de rupture : fibres en traction, fibres en compression, matrice en traction et matrice en compression. L'endommagement est représenté par quatre variables, une pour chaque mode. L'initiation de l'endommagement est gérée par le critère de rupture de Hashin et son évolution est pilotée par les énergies de rupture.

2.1.1.2.2. Le modèle d'endommagement progressif multi-échelle de l'ONERA

Le modèle d'endommagement progressif multi-échelle est un modèle développé à l'ONERA qui a pour but d'améliorer la prédiction de la rupture finale des stratifiés composites. Il est possible de modéliser la viscosité par le couplage avec un modèle spectral présenté précédemment. Différentes formulations ont été formulées. Une de ces formulations est détaillée par la suite, il s'agit de celle proposée par Laurin [53] où nous nous intéresserons plus particulièrement à la partie endommagement.

2.1.1.2.2.1. Loi de comportement

L'endommagement est simulé par la dégradation de la matrice de souplesse du pli (\tilde{S}):

$$\tilde{S} = S^0 + d_1 H_1 + d_2 H_2$$

où S^0 est la matrice de souplesse non endommagée, qui, dans le cas de contrainte plane, est :

$$S^{0} = \begin{bmatrix} \frac{1}{E_{1}} & -\frac{\upsilon_{21}}{E_{2}} & 0\\ -\frac{\upsilon_{12}}{E_{1}} & \frac{1}{E_{2}} & 0\\ 0 & 0 & \frac{1}{G_{12}} \end{bmatrix}$$

Eq. 2-18

Eq. 2-17

Les variables d_i représentent la cinétique d'endommagement dans chaque direction (1 : fibres et 2 : transverse) et évoluent de 0 à 1, lorsque le critère d'initiation est atteint. Les tenseurs H_i représentent les effets d'une fissure sur le comportement à l'échelle mésoscopique, et ils sont définis par :

$$H_{1} = \begin{bmatrix} (\eta_{1}h_{11}^{+} + (1 - \eta_{1})h_{11}^{-})S_{11}^{0} & 0 & 0\\ 0 & 0 & 0\\ 0 & 0 & h_{66}^{f}S_{66}^{0} \end{bmatrix}, \text{ avec } \eta_{1} = \begin{cases} 1, si \sigma_{11} \ge 0\\ 0, si \sigma_{11} < 0 \end{cases}$$

$$H_{2} = \begin{bmatrix} 0 & 0 & 0\\ 0 & (\eta_{2}h_{22}^{+} + (1 - \eta_{2})h_{22}^{-})S_{22}^{0} & 0\\ 0 & 0 & h_{66}^{m}S_{66}^{0} \end{bmatrix}, \text{ avec } \eta_{2} = \begin{cases} 1, si \sigma_{22} \ge 0\\ 0, si \sigma_{22} < 0 \end{cases}$$

Eq. 2-20

Les coefficients h_{11}^+ , h_{11}^- , h_{22}^+ , h_{66}^- et h_{66}^f sont déterminés par une approche micromécanique par équivalence énergétique [53].

2.1.1.2.2.2. Critère d'initiation

Les critères d'initiation dans chaque mode sont presque similaires aux critères du modèle « Hashin » ($\hat{\sigma}_{ij}$ sont les composantes du tenseur de contraintes effectif) :

• Fibre en traction ($\hat{\sigma}_{11} \ge 0$) :

$$F_{ft} = \left(\frac{\hat{\sigma}_{11}}{\tilde{X}^T}\right)^2 = 1 ; \quad \tilde{X}^T = \Lambda X_{UD}^T + (1 - \Lambda) X_{sec}^T ; \quad \Lambda = e^{-hd_2}$$
Eq. 2-21

La variable \tilde{X}^T simule l'influence de la dégradation de la matrice (d_2) sur la contrainte maximale dans la direction des fibres. \tilde{X}^T varie de la valeur de la contrainte maximale d'un composite avec la matrice non endommagée (X_{UD}^T) jusqu'à la valeur de la contrainte maximale des fibres sèches (X_{sec}^T) . Le paramètre h représente l'importance de cette influence. • Fibre en compression ($\hat{\sigma}_{11} < 0$) :

$$F_{fc} = \left(\frac{\hat{\sigma}_{11}}{X^C}\right)^2 = 1$$
Eq. 2-22

X^C représente la contrainte maximale en compression, dans la direction des fibres.

• Matrice en traction ($\hat{\sigma}_{22} \ge 0$) :

$$F_{mt} = \left(\frac{\hat{\sigma}_{22}}{\tilde{Y}^T}\right)^2 + \left(\frac{\hat{\sigma}_{12}}{\tilde{S}^C(1-p\hat{\sigma}_{22})}\right)^2 = 1$$
Eq. 2-23

• Matrice en compression ($\hat{\sigma}_{22} < 0$) :

$$F_{mt} = \left(\frac{\hat{\sigma}_{22}}{\tilde{Y}^C}\right)^2 + \left(\frac{\hat{\sigma}_{12}}{\tilde{S}^C(1 - p\hat{\sigma}_{22})}\right)^2 = 1$$

Eq. 2-24

Dans les deux derniers cas, $\tilde{Y}^T = (1 - d_f)Y^T$, $\tilde{Y}^C = (1 - d_f)Y^C$ et $\tilde{S}^C = (1 - d_f)S^C$. Le paramètre d_f représente la diminution de chaque contrainte maximale, due à des ruptures prématurées de quelques fibres, qui peuvent générer des micro-ruptures, principalement dans l'interface fibre/matrice. d_f est défini par :

$$d_f = \alpha_f \langle sup[F_{ft}] - F_{ft}^0 \rangle$$
Eq. 2-25

où la variable d_f commence à augmenter lorsque le critère d'initiation F_{ft} dépasse un seuil F_{ft}^0 . Le coefficient α_f permet de décrire la cinétique de dégradation de d_f .

Le paramètre p représente l'influence de la charge transversale sur l'interface fibre/matrice : une compression transverse renforce la cohésion fibres/matrice, augmentant la capacité de l'interface à transférer la charge et inversement en traction. Ce paramètre peut être identifié dans les enveloppes de rupture biaxiale (σ_{22} et σ_{12}). Pour les fibres de carbone et de verre, la contrainte de cisaillement maximale est obtenue pour $\sigma_{22} = 0.5Y^{C}$, par conséquent le paramètre p est défini par la solution de l'équation suivante :

$$\frac{\partial F_{mc}(\sigma_{22},\sigma_{12})}{\partial \sigma_{22}} = 0, \text{ pour } \sigma_{22} = 0.5Y^{C}$$

Eq. 2-26

2.1.1.2.2.3. Evolution d'endommagement

L'évolution des variables d'endommagement est définie par les relations :

$$\begin{split} d_1 &= \alpha \langle \sqrt{F_{fI}} - 1 \rangle, \, \dot{d}_1 \geq 0 \\ d_2 &= \beta \langle \sqrt{F_{mI}} - 1 \rangle, \, \dot{d}_2 \geq 0 \\ & \text{où } I \in \{t, c\} \end{split}$$

Eq. 2-27

Les coefficients α et β représentent la cinétique de la dégradation dans chaque direction. Dans la direction des fibres, l'endommagement est normalement catastrophique pour l'éprouvette, donc le coefficient α n'a pas besoin d'être identifié.

2.1.1.2.2.4. Bilan

L'initiation et l'évolution de l'endommagement sont définies à une échelle mésoscopique. Les paramètres de ce modèle sont des paramètres microscopiques. La définition de la rupture est macroscopique. Ce modèle a aussi été écrit pour des cas tridimensionnels [54].

2.1.1.2.3. Le méso-modèle d'endommagement du LMT développé à l'ENS

Ce modèle développé à l'ENS est basé sur les travaux de Ladevèze (ref) dont on peut retenir deux hypothèses fondamentales :

- le comportement d'une structure peut être modélisé par deux entités : le pli et l'interface
- l'endommagement est constant dans l'épaisseur du pli

Ce modèle d'abord introduit dans le cas de contraintes planes a été étendu à des cas tridimensionnels [55]. Dans la partie qui suit sera présenté le modèle du pli.

2.1.1.2.3.1. Energie élastique

L'énergie élastique d'un pli est définie par la relation :

$$2e_{D} = \begin{bmatrix} \sigma_{11} \\ \sigma_{22} \\ \sigma_{33} \end{bmatrix}^{l} [S] \begin{bmatrix} \sigma_{11} \\ \sigma_{22} \\ \sigma_{33} \end{bmatrix} + \frac{\sigma_{12}^{2}}{G_{12}^{0}(1 - \bar{d}_{12})(1 - \tilde{d})} + \frac{\sigma_{13}^{2}}{G_{13}^{0}(1 - \tilde{d})} + \frac{\sigma_{23}^{2}}{G_{23}^{0}(1 - \bar{d}_{23})(1 - \tilde{d}_{23})}$$
Eq. 2-28

Où [S] est défini par :

$$[S] = \begin{bmatrix} \frac{1}{E_1^0(1-d_F)} & -\frac{\upsilon_{12}^0}{E_1^0(1-d_F)} & -\frac{\upsilon_{12}^0}{E_1^0(1-d_F)} \\ -\frac{\upsilon_{12}^0}{E_1^0(1-d_F)} & \frac{1}{E_2^0(1-H(\sigma_{22})\bar{d}_{22})(1-H(\sigma_{22})\bar{d}')} & -\frac{\upsilon_{23}^0}{E_2^0(1-H(\sigma_{22})\bar{d}_{22})} \\ -\frac{\upsilon_{12}^0}{E_1^0(1-d_F)} & -\frac{\upsilon_{23}^0}{E_2^0(1-H(\sigma_{22})\bar{d}_{22})} & \frac{1}{E_2^0(1-H(\sigma_{33})\bar{d}')} \end{bmatrix}$$

Eq. 2-29

 $E_1^0, E_2^0, G_{12}^0, G_{13}^0, G_{23}^0, \upsilon_{12}^0$ et υ_{23}^0 sont les paramètres élastiques initiaux. La fonction H(x) vaut x si x>0 et 0 sinon.

La variable d'endommagement d_F représente l'endommagement par rupture de fibres. Les variables \tilde{d}' et \tilde{d} correspondent à l'endommagement diffus, respectivement pour le module transverse et pour le module de cisaillement. L'endommagement diffus est supposé isotrope. De part cette isotropie transverse, l'endommagement \tilde{d}_{23} n'est pas une nouvelle variable mais peut être déterminé par l'Eq. 2-30

$$1 - \tilde{d}_{23} = \frac{1 - \tilde{d}'}{1 - \frac{\upsilon_{23}^0}{1 + \upsilon_{23}^0} \tilde{d}'}$$

Eq. 2-30

2.1.1.2.3.2. Equation d'état

Pour les endommagements par rupture de fibres, la force thermodynamique associée est notée Y_{d_F} :

$$Y_{d_F} = -\frac{\partial \ll e_D \gg}{\partial d_F}$$
 Eq. 2-31

L'évolution de l'endommagement correspond à un comportement fragile et donc une rupture brutale (Eq. 2-32). La variable d'endommagement passe de 0 à 1 lorsque la force thermodynamique associée dépasse un seuil. Ce seuil est différent en traction Y_F^t et compression Y_F^c :

$$\begin{split} d_F &= 1 \text{ si } Y_{d_F} > Y_F^t \text{ et } \sigma_{11} > 0 \\ d_F &= 1 \text{ si } Y_{d_F} > Y_F^c \text{ et } \sigma_{11} < 0 \\ d_F &= 0 \text{ sinon} \end{split}$$
Eq. 2-32

L'endommagement diffus est gouverné par les forces thermodynamiques $Y_{\tilde{d}}$ et $Y_{\tilde{d}'}$, relatives respectivement aux variables d'endommagement \tilde{d} et \tilde{d}' :

$$Y_{\tilde{d}} = -\frac{\partial \ll e_D \gg}{\partial \tilde{d}}; \ Y_{\tilde{d}'} = -\frac{\partial \ll e_D \gg}{\partial \tilde{d}'}$$
 Eq. 2-33

Le couplage entre ces deux forces est exprimé par la relation :

$$\tilde{Y} = Y_{\tilde{d}} + b_2 Y_{\tilde{d}'}$$

Eq. 2-34

Les variables d'endommagement s'expriment en fonction de cette force thermodynamique grâce à la relation :

$$\tilde{d} = \sup_{\tau \le t} \left(\frac{\sqrt{Y} - \sqrt{Y_0}}{\sqrt{Y_c} - \sqrt{Y_0}} \right); \quad \tilde{d}' = b_3 \tilde{d}$$

 $Y_0, Y_c, b_2 et b_3$ sont des paramètres identifiés expérimentalement.

L'endommagement par fissuration transverse est piloté par le taux de restitution d'énergie :

$$\bar{Y}_{\rho} = \bar{Y}_{22} \frac{\partial \bar{d}_{22}}{\partial \rho} + \bar{Y}_{12} \frac{\partial \bar{d}_{12}}{\partial \rho} + \bar{Y}_{23} \frac{\partial \bar{d}_{23}}{\partial \rho}$$
Eq. 2-36

 \overline{Y}_{22} , \overline{Y}_{12} et \overline{Y}_{23} représentent la contribution de chaque mode dans la force thermodynamique associée à la fissuration matricielle (en notant H l'épaisseur du pli):

$$\bar{Y}_{22} = H \left[\frac{\langle \sigma_{22} \rangle_+}{2E_2^0 (1 - \bar{d}_{22})^2 (1 - \tilde{d}')} - \frac{\upsilon_{23}^0}{E_2^0 (1 - \bar{d}_{22})} \sigma_{33} \langle \sigma_{22} \rangle_+ \right]$$
Eq. 2-37

$$\bar{Y}_{12} = H\left[\frac{\sigma_{12}^{2}}{2G_{12}^{0}(1-\bar{d}_{12})^{2}(1-\tilde{d})}\right]$$

Eq. 2-38

Eq. 2-35

$$\bar{Y}_{23} = H\left[\frac{\sigma_{23}^{2}}{2G_{12}^{0}(1-\bar{d}_{23})^{2}(1-\tilde{d}_{23})}\right]$$

Eq. 2-39

L'évolution de l'endommagement par fissuration transverse est alors gouvernée par les relations suivantes :

Si $\rho \leq \rho_s$:

$$\rho = \sup_{\tau \le t} \left(\Im \left\{ ((\gamma_{I} \bar{Y}_{22})^{\alpha} + (\gamma_{II} \bar{Y}_{12})^{\alpha} + (\gamma_{III} \bar{Y}_{23})^{\alpha})^{\frac{1}{\alpha}} \right\} \right)$$

$$\bar{d}_{22} = f_{22}(\rho); \ \bar{d}_{12} = f_{12}(\rho); \ \bar{d}_{23} = f_{23}(\rho)$$

$$\gamma_{I} = \frac{1}{G_{I}^{c}}; \ \gamma_{II} = \frac{\frac{\partial f_{12}}{\partial \rho}}{\frac{\partial f_{22}}{\partial \rho} G_{II}^{c}}; \ \gamma_{III} = \frac{\frac{\partial f_{23}}{\partial \rho}}{\frac{\partial f_{22}}{\partial \rho} G_{III}^{c}}$$

$$\mathcal{G}: \mathbf{x} \to \frac{\partial f_{22}^{-1}}{\partial \rho} \left(\frac{1}{x}\right)$$

Eq. 2-40

Sinon :

$$\rho = \rho_s; \ \bar{d}_{22} = f_{22}(\rho_s); \ \bar{d}_{12} = f_{12}(\rho_s); \ \bar{d}_{23} = f_{23}(\rho_s)$$
Eq. 2-41

2.1.1.2.3.3. Bilan

Ce modèle permet de modéliser la dégradation progressive des plis, mais aussi celle des interfaces (délaminages).

2.1.1.2.4. Modélisation des réservoirs et structures bobinées

Les trois modèles présentés ci-dessus sont des modèles avancés et qui dans la plupart des cas donnent des résultats très satisfaisants. On retrouve aussi de nombreux travaux sur la microfissuration transverse de la matrice dans la littérature. Celles-ci introduisent une seule variable scalaire d'endommagement en dehors de la rupture de fibres [56-59]. Cependant, ces modèles ont été développés pour modéliser le comportement des stratifiés et ne sont pas nécessairement transférables aux composites bobinés qui présentent la spécificité de ne pas posséder de plis d'orientation donnée mais des couches dont les fibres d'orientation θ et – θ sont entremêlées. Ce sont par ailleurs des modèles très complets qui nécessitent des temps de calcul importants et qui sont donc difficiles à utiliser sur des structures complexes. De plus, bien que les mécanismes d'endommagement dans les réservoirs soient assez similaires à ceux des composites stratifiés, ils présentent des évolutions différentes. Par exemple, les interfaces entre les plis sont d'une importance moindre que les autres mécanismes tels que la fissuration matricielle ou les ruptures de fibres.

Il existe des modèles mieux adaptés aux réservoirs hyperbares. Ces modèles, en France, sont principalement développés à l'Ecole des Mines de Paris ou à l'Université de Franche-Comté à Besançon. Par exemple, Commond et al. [60] ont étudié les réservoirs de type III avec un liner métallique afin de les dimensionner en statique et principalement en fatigue. La rupture par fatigue des réservoirs de type III étant due à la rupture du liner métallique bien plus sensible à la fatigue que le composite. En effet, en fatigue, la déformation admissible par le liner diminue plus vite que celle du composite, si bien que la rupture en fatigue est pilotée par la déformation du métal alors qu'en statique elle est pilotée par la déformation du composite. L'optimisation consiste à calculer analytiquement la meilleure séquence d'enroulement en composite qui permet de restreindre les déformations du liner dans le critère de déformation construit précédemment. Ce calcul est basé sur la méthode proposée par Chapelle et Perreux [61]. Cette étude se focalisant sur le comportement en fatigue des réservoirs de type III dont la ruine est pilotée par le comportement du liner, les auteurs utilisent une loi de comportement élastique pour le composite et une loi plus complexe pour le liner. Cependant, plus récemment un comportement élastique endommageable pour le composite a été pris en compte pour la prédiction de la tenue d'un réservoir de type III [62]. Dans les travaux de cette équipe, on retrouve aussi des études sur l'endommagement des structures bobinées dans le cadre de tubes verre / époxy [63].

D'autres travaux utilisent des résolutions analytiques pour prédire le comportement des réservoirs bobinés. Aurélie Pilato [64] propose de calculer les contraintes dans la partie centrale des réservoirs à l'aide d'un modèle analytique de composite épais proposé par Xia [65]. Cette étude a pour but de prendre en compte la dispersion du taux de fibres en fonction de l'orientation des plis mais aussi l'intégration des effets des contraintes résiduelles d'origine thermique dues au refroidissement après cuisson. Dans ces travaux, il est aussi fait l'hypothèse d'un comportement élastique du composite.

Des études récentes en cours ont pour objectif de prendre en compte au mieux le comportement du composite dans la modélisation des réservoirs de type IV. On peut par exemple citer le programme OSIRHYS IV [66] qui a pour objectif de développer et valider des méthodes et modèles pour l'optimisation et le design de réservoir haute pression avec une meilleure connaissance des niveaux d'incertitudes. Ce programme est piloté par le CEA et fait intervenir de nombreux partenaires : Samtech France, SYMME Polytech', le Centre des matériaux de l'Ecole Nationale Supérieure Mines ParisTech et l'institut P' à l'ENSMA. Cette étude met en avant les difficultés de modélisation des réservoirs (le design de l'empilement composite en fonction de la stratégie de bobinage dans les dômes du réservoir, le choix du type d'éléments du modèle EF : 3D, coques ou axisymétrique, l'endommagement du composite, les techniques d'optimisations). Des premiers résultats montrent un faible écart entre les simulations 3D et axisymétriques. Le Centre des matériaux de l'Ecole Nationale Supérieure Mines ParisTech a aussi réalisé plusieurs études sur les réservoirs bobinés. Alain Thionnet a par exemple étudié l'influence de la rupture des fibres sur le comportement des réservoirs [63] en se basant sur les travaux de Blassiau [46-48]. Un modèle de rupture de fibres par méthode FE² est proposé, il prend en compte divers phénomènes tels que le caractère aléatoire de la contrainte à rupture d'une fibre, le nombre de fibres rompues au sein d'un VER, le transfert de charge dû aux ruptures de fibres mais aussi dû aux décohésions fibre/matrice près de ces ruptures et au caractère visqueux de la matrice. Cependant, une méthode FE² pure

- 61 -

prenant en compte tous ces phénomènes n'est pas envisageable en raison du temps de calcul engendré. Plusieurs hypothèses ont été proposées pour réduire ce temps de calcul. La ruine de la structure étant pilotée par la rupture des fibres, le caractère non linéaire dans les directions transverse et de cisaillement n'est pas pris en compte. La non-linéarité viscoélastique suivant l'axe des fibres n'est pas prise en compte. La non-linéarité provient uniquement des fibres rompues et dépend donc de la densité de ces fibres rompues

A l'aide d'une approximation de type loi des mélanges, le comportement du matériau composite unidirectionnel s'écrit, au point M :

$$\Sigma(M) = a(M): E(M)$$

Eq. 2-42

avec $a(M)=a^{0}(M)$, où $a^{0}(M)$ est le tenseur de rigidité du matériau vierge au point M, excepté pour le coefficient $a_{1111}(M)$:

$$a_{1111}(M) = a_{1111}^0 \times \left(1 - \frac{N_R(M)}{N_T}\right)$$

Eq. 2-43

Où N_R et N_T sont respectivement le nombre de fibres rompues et le nombre de fibres totales dans le VER. Ce modèle a ensuite été utilisé pour des calculs de réservoirs hydrogène jusqu'à éclatement ou avec maintien en pression avec de bons résultats. Le calcul s'articule autour d'un premier incrément sur la structure afin d'obtenir l'état de contrainte macroscopique. A partir de cette contrainte et de l'état d'endommagement du matériau, la contrainte microscopique dans les fibres intactes est calculée et permet de faire évoluer l'endommagement au sein du VER (la rupture longitudinale des fibres est aléatoire selon une distribution de Weibull) afin de passer progressivement de 32 fibres intactes à 16. A partir du nouvel état d'endommagement dans le VER, le comportement macroscopique est obtenu et permet de reboucler sur la première étape.

Enfin récemment, Cédric Thomas [68] a étudié l'influence de la fissuration matricielle dans les plis à 90° et dans certains plis hélicoïdaux. Cet effet est étudié par le biais de deux calculs : un avec matériau sain et l'autre avec matériau endommagé et l'auteur a établi le rôle de la fissuration matricielle dans ces plis sur le comportement global du réservoir. De plus, en prenant en compte le caractère aléatoire de la contrainte à rupture des fibres, il a montré l'influence de celle-ci sur le nombre de ruptures de fibres dans le réservoir.

2.1.1.2.5. Discussion

Les modèles d'endommagement ont été fortement développés dans le cas des composites stratifiés et ont atteint un degré de raffinement élevé. Cependant, ces modèles ne sont pas adaptés

- 62 -

au cas des réservoirs composite du fait de la complexité de la structure. Des études plus spécifiques sur les réservoirs ont été réalisées en prenant en compte les phénomènes centraux dans l'endommagement des composites bobinés telle que la fissuration matricielle ou la rupture des fibres. Cependant, on ne retrouve pas dans ces études de couplage avec la température, qui a pourtant une influence non négligeable sur le comportement des réservoirs. Cette étude a pour but d'étudier spécifiquement ce comportement thermomécanique des réservoirs. Cela présente une complexité accrue du fait des couplages avec la thermique et du caractère transitoire spatiotemporel. C'est pourquoi le modèle développé et présenté ci-dessous, n'intègre pas tous les phénomènes tels que la rupture des fibres et son caractère aléatoire, l'objectif est d'élaborer un modèle couplé qui puisse être utilisé sur structure de manière efficace (temps de calcul) tout en rendant compte du rôle joué par la température.

2.1.1.3. Loi de comportement développée et identification

Le but de cette étude est de mettre en place un modèle permettant une bonne approximation de l'état de contrainte dans les structures étudiées tout en gardant une vision « ingénieur » du problème :

- Temps de calcul raisonnable
- Facilité d'identification des paramètres matériaux
- Implémentation « rapide » dans un code de calcul
- •

Les modèles développés ces dernières années (Hashin, ONERA, Cachan, ...) permettent d'obtenir des résultats très satisfaisants vis-à-vis de l'évolution de l'endommagement dans le composite ainsi que son impact sur les champs de contraintes et de déformations. Cependant, l'identification des paramètres et l'implémentation dans un code de calcul éléments finis restent compliquées. De plus, les modèles utilisés pour les réservoirs donnent de bons résultats mais ne prennent pas en compte la thermique du remplissage d'un réservoir.

Dans cette étude, un modèle est donc proposé pour pouvoir prendre en compte au mieux le comportement du matériau et notamment la thermo-dépendance des paramètres matériaux de façon relativement « simple » et « rapide » à mettre en œuvre. Le modèle est présenté progressivement en prenant en compte chaque phénomène : orthotropie, plasticité, endommagement puis thermo-dépendance. Dans cette étude, les phénomènes visqueux ne sont pas pris en compte faute de temps.
2.1.1.3.1. Elasticité

Le comportement élastique du composite est modélisé à l'aide d'une loi de comportement orthotrope pour chacun de ses plis. A partir des essais de caractérisation et en supposant l'équivalence des directions 2 et 3 du composite, la matrice de rigidité ou de souplesse est obtenue pour les trois températures testées (voir chapitre 1) en GPa⁻¹:

	[8,82.10 ⁻⁶	-2,65.10 ⁻⁶	$-3,85.10^{-5}$	0	0	0]
	-2,65.10 ⁻⁶	1,28.10 ⁻⁴	-3,85.10 ⁻⁵	0	0	0
40°C · S –	-3,85.10 ⁻⁵	-3,85.10 ⁻⁵	1,28.10 ⁻⁴	0	0	0
-40 C . 5 -	0	0	0	1,09. 10 ⁻⁴	0	0
	0	0	0	0	1,09. 10 ⁻⁴	0
	L 0	0	0	0	0	1,09.10 ⁻⁴
	8,82.10 ⁻⁶	-2,65.10 ⁻⁶	-4,17.10 ⁻⁵	0	0	0]
	-2,65.10 ⁻⁶	1,39.10 ⁻⁴	-4,17.10 ⁻⁵	0	0	0
25°C · S —	$-4,17.10^{-5}$	$-4,17.10^{-5}$	$1,39.10^{-4}$	0	0	0
25 C. 5 -	0	0	0	1,22.10 ⁻⁴	0	0
	0	0	0	0	1,22.10 ⁻⁴	0
	0	0	0	0	0	1,22.10 ⁻⁴
	8,82.10 ⁻⁶	-2,65.10 ⁻⁶	-5,08.10 ⁻⁵	0	0	0]
	-2,65.10 ⁻⁶	1,69.10 ⁻⁴	$-5,08.10^{-5}$	0	0	0
85°C: <i>S</i> =	-5,08.10 ⁻⁵	$-5,08.10^{-5}$	1,69.10 ⁻⁴	0	0	0
	0	0	0	$1,54.10^{-4}$	0	0
	0	0	0	0	1,54.10 ⁻⁴	0

Cette loi de comportement a tout d'abord été vérifiée en effectuant la modélisation d'un volume élémentaire (Figure 2-4), soumis à un chargement de traction ou de cisaillement. Ces tests numériques sont réalisés sur un cube représentant un matériau composite unidirectionnel. La direction x sur la Figure 2-4 représente la direction des fibres. Les directions y et z sont les directions transverses. Des tests numériques de traction sont réalisés dans le sens des fibres (Figure 2-4 – a), en traction dans le sens transverse (Figure 2-4 – b) et en cisaillement (Figure 2-4 – c).



Figure 2-4 : Volumes élémentaires utilisés pour la vérification de la loi de comportement : traction dans la direction des fibres (a), traction transverse (b) et cisaillement (c).

Les chargements sont des chargements répétés progressifs identiques à ceux réalisés lors des essais. Une comparaison avec ceux-ci sont présentés sur la Figure 2-5 pour le cas des essais à 25°C (les résultats sont similaires aux autres températures).



Figure 2-5 : Comparaison des courbes contrainte - déformation obtenues lors des essais et obtenues par modélisation avec une loi de comportement élastique à 25°C.

Les résultats montrent une bonne concordance en traction quelle que soit la direction de chargement. En cisaillement, on observe une bonne correspondance du début des courbes montrant une bonne correspondance du comportement élastique. Cependant, on observe ensuite une forte non-linéarité qu'il faut donc prendre en compte pour bien modéliser l'ensemble des courbes contrainte – déformation en cisaillement.

2.1.1.3.2. Plasticité orthotrope

Les essais réalisés au chapitre 1 ont montré des différences de comportement dans les différentes directions du matériau : élastique en traction dans la direction des fibres et dans la direction perpendiculaire aux fibres, élasto-plastique en cisaillement.

Il est donc important de pouvoir différencier ces deux types de comportement dans la loi de comportement implémentée. Dans cette étude, le critère anisotrope de Hill, décrit dans le paragraphe 2.1.1.1.3, a été utilisé pour définir le seuil de plasticité.

Dans ce critère, en choisissant les ratios des limites d'élasticité R_{11} , R_{22} , R_{33} très grands, la limite d'élasticité en traction - compression qui en résulte n'est pas atteinte dans les trois directions principales et le seuil ne varie pas lors d'un chargement de traction – compression. Au contraire, en prenant une valeur finie pour R_{12} , R_{13} et R_{23} (= $\sqrt{3}$), on obtient une limite d'élasticité en cisaillement égale à la référence définie préalablement, σ_0 . Ces 6 coefficients permettent donc d'obtenir une loi de comportement élastique en traction – compression et plastique en cisaillement telle qu'obtenue lors des essais de caractérisation.

La loi de comportement prenant en compte la plasticité devient sous forme tensorielle :

σ

$$= C[\varepsilon - \varepsilon_{pl}]$$

Eq. 2-44

Une loi tabulée contrainte-déformation plastique permet de définir l'évolution de la déformation plastique en fonction de la contrainte. La contrainte et la déformation plastique sont obtenues à partir des essais de caractérisation (paragraphe 1.4.4):

$$\sigma_{12} = \frac{\sigma_X}{2} = \frac{F}{2S}$$
Eq. 2-45
$$\varepsilon_{pl_{12}} = \varepsilon_{12} - \frac{\sigma_{12}}{2G_{12}}$$

Eq. 2-46

On peut voir sur la Figure 2-6, la loi tabulée contrainte – déformation plastique utilisée en cisaillement pour le modèle élasto-plastique à 25°C. La différence de comportement en cisaillement selon la température est marquée, en plus de la différence au niveau du comportement élastique, par une différence de comportement plastique.



Figure 2-6 : Loi contrainte - déformation plastique utilisée pour le modèle élasto-plastique à 25°C.

2.1.1.3.3. Endommagement

Les essais avaient également montré, pour un chargement répété progressif en cisaillement, une diminution des modules de cisaillement avec la déformation plastique (paragraphe 1.4.4). Pour reproduire au mieux le comportement du matériau, une loi de comportement prenant en compte une perte des modules G_{12} , G_{13} et G_{23} est mise en place dans le modèle. L'endommagement par cisaillement est modélisé par une perte de rigidité dépendant de la déformation plastique cumulée. Cette loi de comportement est modélisée dans Abaqus par l'utilisation d'une subroutine USDFLD (userfield) qui permet de définir une (ou plusieurs) variable(s) en fonction des différents paramètres d'entrées et sorties du modèle et de faire dépendre certains paramètres de cette (ou ces) variable(s). Dans notre cas, cette variable va contenir la déformation plastique équivalente qui est utilisée comme variable d'endommagement. Les modules sont donnés en fonction de la déformation plastique cumulée ϵ_p de façon tabulée (Tableau 2-3).

E ₁₁	E ₂₂	E ₃₃	V ₁₂	V ₁₃	V ₂₃	G ₁₂	G ₁₃	G ₂₃	ε _p
113400	7200	7200	0.3	0.3	0.3	4385	4385	4385	0
113400	7200	7200	0.3	0.3	0.3	3195	3195	3195	0.000271
113400	7200	7200	0.3	0.3	0.3	2545	2545	2545	0.0008
113400	7200	7200	0.3	0.3	0.3	2280	2280	2280	0.002864
113400	7200	7200	0.3	0.3	0.3	1525	1525	1525	0.008941
113400	7200	7200	0.3	0.3	0.3	940	940	940	0.02332

Tableau 2-3 : Coefficients de la matrice de rigidité en fonction de la déformation résiduelle à 25°C.

Dans le cas où les modules d'élasticité varient avec la déformation résiduelle, la déformation plastique utilisée dans Abaqus ne dépend plus uniquement de la déformation totale et de la contrainte mais aussi du module et donc de la déformation plastique :

$$\varepsilon_{pl_{12}} = \varepsilon_{12} - \frac{\sigma_{12}}{2G_{12}} = \varepsilon_{12} - \frac{\sigma_{12}}{2G_{12}(\varepsilon_{pl_{12}})}$$
Eq. 2-47

Ainsi, la loi de plasticité, i.e. la relation contrainte – déformation plastique, n'est plus valable dans le cas où les modules d'élasticité varient avec la déformation résiduelle. Il est nécessaire d'utiliser une nouvelle loi de plasticité prenant en compte l'évolution du module d'Young. On peut cependant voir dans l'équation Eq. 2-47 que la déformation plastique dépend des modules et que les modules dépendent de la déformation plastique. Il est donc impossible de déterminer l'un sans l'autre. La procédure pour identifier ces paramètres est donc :

• Dans un premier temps, les modules d'élasticité sont déterminés pour chaque décharge. Ainsi, lorsque la contrainte est nulle, la déformation plastique est égale à la déformation totale, indépendamment du module d'élasticité. On obtient donc un couple module - déformation résiduelle pour les points où la contrainte est nulle. Entre chacun de ces points, une interpolation linéaire est réalisée, permettant d'obtenir une relation entre la déformation plastique et le module :

$$G = G_{i} + \delta \left(\varepsilon_{pl_{i}} - \varepsilon_{pl} \right) \text{ avec } \delta = \frac{G_{i+1} - G_{i}}{\varepsilon_{pl_{i+1}} - \varepsilon_{pl_{i}}}$$
Eq. 2-48

Dans un second temps, pour un couple contrainte – déformation quelconque obtenu lors des essais de caractérisation, la relation déterminée précédemment (Eq. 2-48) couplée à l'équation Eq.
 2-47 permet d'obtenir une équation du second degré ayant comme inconnue le module d'élasticité en cisaillement :

$$G_{12} = G_i + \delta \left(\varepsilon_{pl_i} - \left(\varepsilon_{12} - \frac{\sigma_{12}}{2G_{12}} \right) \right)$$
Eq. 2-49

$${}_{12}{}^2 - \left(G_i + \delta\left(\varepsilon_{pl_i} - \varepsilon_{12}\right)\right)G_{12} - \left(\delta\frac{\sigma_{12}}{2}\right) = 0$$

Eq. 2-50

Pour un couple contrainte – déformation quelconque obtenu lors des essais de caractérisation, les termes G_i , δ , ε_{pl_i} , ε_{12} et σ_{12} sont connus. Il est alors possible de résoudre l'équation Eq. 2-50 et de déterminer le module endommagé.

G

• Enfin, à l'aide de l'équation Eq. 2-47, le module d'élasticité étant maintenant connu, la déformation plastique est déterminée. On obtient ainsi pour chaque point d'essai, la déformation totale, la contrainte, le module endommagé et la déformation plastique.

La procédure d'identification permet donc d'obtenir la relation entre la contrainte et la déformation plastique lorsque le module est endommagé. Cette relation est utilisée pour définir la plasticité dans le modèle.

Le volume élémentaire utilisé précédemment pour vérifier l'élasticité et la plasticité est repris pour vérifier la plasticité couplée à l'endommagement. Des essais sont réalisés en traction et en cisaillement pour des chargements répétés progressifs. La Figure 2-7 présente la comparaison des résultats du modèle et des essais de caractérisation dans le cas du cisaillement à 25°C.



Figure 2-7 : Comportement simulé en cisaillement pour une loi élasto-plastique avec dégradation progressive des modules à 25°C et comparasion avec la courbe experimentale.

La Figure 2-8 présente l'évolution des variables du modèle pour un chargement répété progressif à 25°C. Lorsque la contrainte augmente, on observe à partir d'un certain seuil l'apparition d'une déformation plastique, celle-ci entrainant une chute progressive du module. Cette variation non linéaire de module, ainsi que l'apparition de déformation plastique, entraînent un comportement non linéaire en déformation.



Figure 2-8 : Evolution des variables du modèle pour un chargement répété progressif en cisaillement à 25°C.

La rupture transverse peut aussi être modélisée de cette manière en abaissant le module transverse E_2 lorsque la déformation suivant la direction transverse dépasse la déformation à rupture. Par exemple, on peut voir sur la Figure 2-9, la simulation d'un essai de traction dans le sens transverse : la contrainte croît linéairement en fonction de la déformation, puis une fois ε_{22}^{rupt} dépassée celle-ci devient nulle. L'évolution de la variable d'endommagement correspondante est donnée dans l'équation suivante (Eq. 2-51).

$$d_{m} = \begin{cases} 0 \ si \ \varepsilon_{22} < \varepsilon_{22}^{rupt} \\ a. \ \varepsilon_{22} + b \ si \ \varepsilon_{22}^{rupt} < \varepsilon_{22} < \varepsilon_{rompu} \\ 1 \ si \ \varepsilon_{22} > \varepsilon_{rompu} \end{cases}$$

Eq. 2-51

où ε_{seuil} est la déformation transverse à partir de laquelle l'endommagement commence à apparaitre et ε_r est la déformation transverse pour laquelle le pli est complètement rompu (les coefficients de la matrice de rigidité relatifs à la direction 2 sont divisés par 1000). a et b sont déterminés de manière à assurer la continuité de la variable et dépendent donc de ε_{22}^{rupt} et ε_{rompu} .



Figure 2-9 : Modélisation de la rupture des plis à 90°

2.1.1.3.4. Couplage avec la température

Le modèle décrit précédemment permet de prendre en compte le comportement non linéaire en cisaillement et la dégradation du module de cisaillement lorsque la déformation résiduelle augmente, ainsi que la rupture transverse des plis. Cependant, les essais ont montré une forte dépendance à la température du module de cisaillement et du module transverse, ainsi que du comportement plastique. Il est donc nécessaire de prendre en compte cette influence dans la loi de comportement utilisée. Conservant la même philosophie que précédemment, les modules et le comportement plastique vont dépendre des variables du modèle. Dans le cas indépendant de la température, l'unique variable utilisée était la déformation plastique équivalente qui permettait de définir les modules en fonction du niveau des déformations résiduelles. Pour prendre en compte la température, une nouvelle variable est ajoutée dans la subroutine définissant les variables du modèle : la température. Ainsi, les paramètres matériaux, tels que les modules et la loi de plasticité, vont pouvoir dépendre à la fois du niveau de déformation résiduelle et de la température. Les essais réalisés sur les drapages élémentaires (0°, 90° et ±45°) à trois températures différentes (-40°C, 25°C et 85°C) permettent de définir les coefficients nécessaires à l'utilisation d'une telle loi.

L'évolution du module de cisaillement en fonction de la température est présentée sur la Figure 2-10. On observe, quelle que soit la température, une chute brutale de celui-ci. Les valeurs présentées sur la figure sont celles implantées dans le modèle.



Figure 2-10 : Evolution du module de cisaillement avec la déformation plastique (résultats expérimentaux) utilisée dans la loi de comportement Abaqus aux trois températures.

Dans le but de vérifier la subroutine écrite, des modélisations sur des volumes élémentaires ont été réalisées comme décrit dans le paragraphe 2.1.1.3.1. On retrouve un comportement longitudinal élastique et indépendant de la température alors que le comportement transverse, bien que toujours élastique, montre une dépendance à la température : le module est plus faible lorsque la température augmente.

On peut voir dans le Tableau 2-4 les paramètres matériaux utilisés pour une loi de comportement élasto-plastique avec dégradation progressive des modules couplée à la température.

E ₁₁	E ₂₂	E ₃₃	V ₁₂	V ₁₃	V ₂₃	G ₁₂	G ₁₃	G ₂₃	Т	ε _p
113400	7800	7800	0.3	0.3	0.3	4930	4930	4930	-40	0
113400	7800	7800	0.3	0.3	0.3	4290	4290	4290	-40	8.89E-05
113400	7800	7800	0.3	0.3	0.3	4100	4100	4100	-40	0.000158
113400	7800	7800	0.3	0.3	0.3	3885	3885	3885	-40	0.000356
113400	7800	7800	0.3	0.3	0.3	3440	3440	3440	-40	0.000698
113400	7800	7800	0.3	0.3	0.3	1960	1960	1960	-40	0.004247
113400	7800	7800	0.3	0.3	0.3	1185	1185	1185	-40	0.01143
113400	7200	7200	0.3	0.3	0.3	4385	4385	4385	25	0
113400	7200	7200	0.3	0.3	0.3	3195	3195	3195	25	0.000271
113400	7200	7200	0.3	0.3	0.3	2545	2545	2545	25	0.0008
113400	7200	7200	0.3	0.3	0.3	2280	2280	2280	25	0.002864
113400	7200	7200	0.3	0.3	0.3	1525	1525	1525	25	0.008941
113400	7200	7200	0.3	0.3	0.3	940	940	940	25	0.02332
113400	5900	5900	0.3	0.3	0.3	3470	3470	3470	85	0
113400	5900	5900	0.3	0.3	0.3	1655	1655	1655	85	0.005679
113400	5900	5900	0.3	0.3	0.3	1495	1495	1495	85	0.01396
113400	5900	5900	0.3	0.3	0.3	1340	1340	1340	85	0.02196
113400	5900	5900	0.3	0.3	0.3	1220	1220	1220	85	0.03066
113400	5900	5900	0.3	0.3	0.3	1090	1090	1090	85	0.04105
113400	5900	5900	0.3	0.3	0.3	975	975	975	85	0.05176
113400	5900	5900	0.3	0.3	0.3	865	865	865	85	0.06377

Tableau 2-4 : Paramètres élastiques de la loi matériau couplés à la température et à la déformation plastique.

De la même manière, l'endommagement matriciel est pris en compte par la relation décrite dans le paragraphe précédent (Eq. 2-51) où les coefficients a et b dépendent de la température.

Dans le modèle, la température a donc une influence sur le comportement mécanique du fait de la dépendance des paramètres matériaux à celle-ci. En plus de cette dépendance, la température va avoir un effet sur les champs mécaniques par le biais de la dilatation thermique. En effet, lorsque la température du matériau augmente (ou diminue) celui se contracte (ou se rétracte). Ce phénomène est pris en compte par l'ajout du tenseur des déformations thermiques ε_{th} dans la loi de comportement écrite sous forme tensorielle :

$$\sigma = C(T, \varepsilon_{pl})[\varepsilon - \varepsilon_{pl} - \varepsilon_{th}]$$

Eq. 2-52

Cette dilatation thermique est dépendante de la température et de la direction :

• Plus le matériau est chaud, plus il a tendance à se dilater facilement

• Les fibres se dilatant moins que la matrice sous l'effet de la température, le matériau se dilate plus facilement dans les directions transverses que dans la direction des fibres, les autres composantes du tenseur des dilatations thermiques sont nulles.

On obtient alors :

$$\varepsilon_{th_i} = \alpha_i(T)[T - T_0]$$

Eq. 2-53

où α_1 est la dilatation thermique dans le sens des fibres et α_2 et α_3 sont les dilatations thermiques dans les directions transverses. On peut voir sur la Figure 2-11 l'évolution des coefficients de dilatation thermique en fonction de la température. Ces données sont celles d'un composite carbone/époxy provenant de la littérature [15].



Figure 2-11 : Evolution des coefficients de dilatation thermique en fonction de la température.



Figure 2-12 : Comportement simulé en traction longitudinale et transverse pour une loi élasto-plastique couplée à la température avec dégradation progressive des modules aux trois températures testées.

La loi implantée sous la forme présentée précédemment permet de reproduire le comportement non linéaire (l'enveloppe) ainsi que la perte de rigidité apparente. N'ayant pas d'ingrédient viscoélastique, les boucles d'hystérésis ne sont pas appréhendées. La déformation résiduelle après décharge est bien captée, tout comme l'effet de la température qui est parfaitement reproduit (Figure 2-13).



Figure 2-13 : Comportement mesuré et simulé en cisaillement pour une loi élasto-plastique couplée à la température avec dégradation progressive des modules aux trois températures.

2.1.1.3.5. Bilan

Une loi de comportement, simple à mettre en œuvre, élasto-plastique avec dégradation des modules et couplage avec la température a été développée en s'appuyant sur les possibilités d'Abaqus à intégrer des couplages entre différentes variables. Il a été possible d'obtenir une loi de comportement représentant au mieux le comportement du matériau, dans la direction des fibres, transverse et à ±45°, tout en conservant une identification très aisée et un temps de calcul court. Cette loi repose sur l'équation tensorielle :

$$\sigma = C(T, \varepsilon_{pl})[\varepsilon - \varepsilon_{pl} - \varepsilon_{th}]$$
Eq. 2-54

où ε_{pl} est le tenseur des déformations résiduelles et ε_{th} est le tenseur des déformations dues à la dilatation thermique :

$$\varepsilon_{pl} = f(T, \sigma)$$

Eq. 2-55
 $\varepsilon_{th} = \alpha(T)[T - T_0]$

Eq. 2-56

Cette loi de comportement sera utilisée par la suite pour modéliser le comportement thermomécanique d'éprouvettes représentatives et la partie composite des réservoirs.

2.1.2. Modélisation du comportement thermique

Ces données sont issues des résultats expérimentaux décrits précédemment ou de la littérature.

2.2. Modélisation du comportement de l'acier 316L

Les embases sont des pièces utilisées dans le réservoir pour permettre la liaison du réservoir au circuit d'hydrogène. Ces pièces sont en acier inoxydable 316L. Les lois de comportement de l'acier 316L utilisé dans les modélisations sont décrites dans les paragraphes ci-dessous.

2.2.1. Modélisation du comportement mécanique

Le comportement mécanique de l'acier 316L constitutif des embases utilisé dans le modèle est un comportement élasto-plastique issu des données fournisseur. Les paramètres élastiques sont donnés dans le Tableau 2-5.

E (GPa)	v
194	0.3

Tableau 2-5 : Propriétés élastiques d'un acier 316L

Le comportement plastique est déterminé par une loi tabulée (Figure 2-14). La limite d'élasticité est définie à 279 MPa.



Figure 2-14 : Courbe d'écrouissage de l'acier 316L

Ces valeurs sont des valeurs couramment obtenues dans la littérature, notamment pour le module d'Young [69].

2.2.2. Modélisation du comportement thermique

Le comportement thermique de l'acier 316L constitutif des embases est issu de données fournisseurs. Les différents paramètres utilisés sont données dans le Tableau 2-6.

Densité	Conductivité	Capacité calorifique	
ρ (kg/m³)	λ (W.mm ⁻¹ .K ⁻¹)	Cp (J/(g.°C))	
800000	0.016	500	

Tableau 2-6 : Paramètres thermiques de l'acier 316L

2.3. Modélisation du comportement du liner polyuréthane

Le liner utilisé pour le réservoir est un liner polyuréthane. Les lois de comportement du polyuréthane utilisé dans les modélisations sont décrites dans les paragraphes ci-dessous.

2.3.1. Modélisation du comportement mécanique

Le liner polyuréthane est un liner fourni par RAIGI. Des essais mécaniques sur du polyuréthane de ce fournisseur ont été réalisés au sein du laboratoire par Maxime Bertin [28]. Celui-ci a mis en évidence un comportement élasto-plastique à température ambiante.



Figure 2-15 : Courbe expérimentale contrainte – déformation du liner polyuréthane RAIGI testé par M. Bertin à température ambiante [28]

A cette vitesse d'essai, les caractéristiques mécaniques « élastiques » de ce matériau sont récapitulées dans le Tableau 2-7.

E (GPa)	v
2,15	0,3

Tableau 2-7 : Caractéristiques mécaniques mesurées sur le PU

Le liner sera modélisé par son comportement élasto-plastique à l'aide du module d'Young : 2,15 GPa, son coefficient de Poisson : 0,3 et une loi tabulée contrainte – déformation plastique.



Figure 2-16 : Loi Contrainte - Déformation plastique utilisée dans le modèle pour le polyuréthane

Son comportement mécanique sera pris indépendant de la température.

2.3.2. Modélisation du comportement thermique

Le comportement thermique du liner a été déterminé en réalisant différents essais permettant de mesurer les paramètres régissant l'équation de la chaleur : la masse volumique, la capacité calorifique et le coefficient de conductivité thermique. Les deux premiers ont été déterminés par densitométrie et par DSC (paragraphes 1.2.2 et 1.3.2.2). Le dernier a fait l'objet d'une thèse au département Fluides, Thermique et Combustion de l'Institut P' qui a pour but la détermination des propriétés thermiques de ces matériaux par l'utilisation de méthode Flash. Cependant, pour obtenir une approximation du coefficient de conductivité thermique, une détermination de ce coefficient a été réalisée à l'aide d'un essai avec une caméra infrarouge (Figure 2-17) et de modélisations par éléments finis.



Figure 2-17 : Schéma de l'essai thermique sur le liner pour détermination du λ

La capacité calorifique et la densité ayant déjà été mesurées par DSC et par densitométrie, il reste à déterminer le coefficient de conduction thermique. Celui-ci peut être déterminé à l'aide du maximum de température au dos du PU. En effet, la diffusivité $a = \frac{\lambda}{\rho C_p}$ est le paramètre principal du temps de l'inertie thermique. On peut donc chercher pour quelle valeur de diffusivité les maximums mesurés et calculés sont simultanés. Or ρ et C_p étant connus, la diffusivité ne dépend plus que de la conductivité du liner. On peut donc retrouver la conductivité en faisant une étude paramétrique sur cette valeur. La mesure par caméra infrarouge nous donne l'évolution de cette température au cours du temps. La valeur de conductivité pour laquelle les deux maximums sont confondus est 0,35 W / m K.

On voit aussi sur cette figure que les pertes thermiques sont difficiles à estimer. En effet, on observe un refroidissement plus rapide de l'éprouvette en réalité que dans le modèle. Cela peut venir de l'approximation faite sur les pertes par convection naturelle estimées à partir d'abaques, mais aussi sur l'absence de prise en compte du rayonnement.

- 79 -





2.4. Bilan

Cette partie a permis de mettre en avant les différentes lois de comportement développées pour les composites ces dernières années. Celles-ci sont cependant assez compliquées à mettre en place et nécessitent un temps de calcul long, qui n'est pas vraiment adapté au calcul sur structure complexe. De plus, elles sont développées pour les stratifiés et non pour les bobinés. L'utilisation de ces lois bien que particulièrement raffinées est donc compliquée sur un réservoir.

Les études réalisées sur des réservoirs ont montré que l'utilisation de lois élastiques permettait, dans un premier temps, d'avoir une bonne approximation du comportement du réservoir. Des études plus approfondies se sont focalisées principalement sur l'endommagement matriciel et sur la rupture de fibres, et ont montré l'importance de ceux-ci. On ne trouve pas d'études sur le comportement thermomécanique des réservoirs, c'est pourquoi une loi a été développée pour rendre compte de manière pragmatique des phénomènes d'endommagement principaux comme la fissuration matricielle, en prenant en compte la thermo-dépendance des propriétés matériaux. Cette loi a été validée sur les cas simples et doit maintenant être validée sur des empilements plus complexes.

CHAPITRE 3

ESSAIS SUR DRAPAGE REPRESENTATIF ET VALIDATION DU MODELE PAR COMPARAISON AVEC LES ESSAIS

Ce chapitre présente les essais réalisés sur des éprouvettes technologiques représentatives d'un réservoir hyperbare, ainsi que la confrontation de ces essais avec un modèle numérique de ces éprouvettes utilisant la loi de comportement décrite au chapitre précédent. Le choix de semistructure a été dicté par le fait que les essais sur réservoir sont coûteux. De plus générer des contraintes biaxiales sur des éprouvettes est très complexe et générateur de problèmes spécifiques (conditions aux limites, concentrations de contraintes, ...). Il nous est apparu judicieux de créer des éprouvettes sollicitées en traction aptes à capter les phénomènes agissant dans le réservoir.

Ces éprouvettes sont conçues de manière à générer un champ de contraintes similaire à celui d'un réservoir. Plus précisément, le drapage des éprouvettes est déterminé de manière à obtenir les mêmes niveaux de contraintes maximales tout en limitant les effets de bord absents dans un réservoir.

Ces essais vont permettre de mettre en avant l'effet de la température sur le comportement des éprouvettes représentatives pour des températures variant de -40°C à 85°C. L'influence des gradients de températures est aussi mise en avant par la réalisation d'essais représentatifs du remplissage d'un réservoir avec la présence de gradients de température temporels et spatiaux.

Les essais réalisés sur ces éprouvettes vont permettre grâce à l'instrumentation et une métrologie spécifique (thermographie infrarouge, émission acoustique, corrélation d'images numériques, radiographie par rayons X, micrographie) de mieux comprendre les mécanismes apparaissant dans ces éprouvettes soumises à différents chargements (traction, CRP, maintien en charge, fatigue), et apparaissant donc également dans le réservoir. Ces nombreux types de sollicitations testés vont permettre d'obtenir un grand nombre d'informations (contraintes à rupture, perte de rigidité, champs de déformations locaux, déformations résiduelles, ...) qui, couplées aux résultats du modèle, donnent un aperçu assez fin des différents phénomènes. De plus, les essais vont permettre de valider le modèle et celui-ci complètera les résultats expérimentaux grâce aux informations supplémentaires qu'il fournit.

- 81 -

3.1. Techniques expérimentales utilisées

Ce paragraphe a pour but de présenter les outils nécessaires à l'analyse du comportement thermomécanique d'une éprouvette technologique représentative d'un réservoir hyperbare. Afin de bien appréhender les différents phénomènes mis en jeu lors de ces essais, l'utilisation de moyens métrologiques spécifiques est nécessaire.

La thermographie infrarouge va nous permettre d'appréhender les champs de température sur la peau de l'éprouvette soumise à un chargement thermomécanique complexe générant des gradients de température importants. Grâce à cette technique, une quantification des gradients de température et le suivi de leur évolution vont être réalisés. Ces mesures seront la base de validation de la modélisation thermique de l'éprouvette.

La corrélation d'images est une technique utilisée dans cette étude afin de suivre l'évolution des déformations locales des plis au cours des essais. Cette méthode va ainsi nous permettre de déterminer les champs de déformations, et ainsi nous fournir une base de comparaison importante nécessaire à la validation du modèle. De plus, l'obtention des champs de déformations locaux permet de visualiser les concentrations de déformations apparaissant dans l'éprouvette, signe avant-coureur d'endommagements. De manière indirecte et au travers d'un modèle d'endommagement, la corrélation d'images nous permettra de visualiser la localisation des zones d'apparition de ces endommagements.

Ces endommagements seront aussi appréhendés par des méthodes telles que l'émission acoustique et la radiographie par rayons X. L'émission acoustique va nous permettre de suivre la cinétique des « bruits » générés par la libération d'énergie inhérente à l'endommagement. De manière indirecte et par analyse des ondes, il est possible de remonter à la classe d'endommagement. La radiographie par rayons X permet une visualisation de la forme et de la nature de ceux-ci à un instant donné.

Ces différentes techniques expérimentales vont être détaillées dans la partie qui suit.

3.1.1. Caméra infrarouge

La thermographie infrarouge est une technique de mesure de radiation émise par un corps. Cette technique peut être utilisée pour obtenir le champ de température d'un objet sur sa surface.

La technique de la thermographie infrarouge repose sur le phénomène physique selon lequel chaque corps émet un rayonnement qui dépend de sa température et de son émissivité. La mesure de température se base sur un étalonnage de la caméra infrarouge pour un corps noir dont l'émissivité est 1.

La mesure par thermographie infrarouge donne donc une information sur la température de surface d'un matériau qui peut être utilisée dans d'autres buts que le suivi de la température. En effet, les phénomènes irréversibles sont dissipatifs et engendrent un échauffement local de l'échantillon testé. Cette technique peut donc trouver une application pour les matériaux composites. En effet, l'endommagement des composites engendre un échauffement local qu'il est possible de détecter de manière indirecte par thermographie infrarouge [70-72].



Figure 3-1 : Mesure de température par caméra infrarouge : Evolution du champ de température durant l'impact d'un composite verre/polyester et distribution thermique de la zone endommagée [71]

Dans notre étude, la thermographie infrarouge est utilisée afin de suivre l'évolution de la température au cours d'un cycle de chargement représentatif d'un remplissage rapide de réservoir. Cette donnée est nécessaire afin de valider le modèle mis en œuvre mais aussi pour bien appréhender les gradients thermiques dans l'éprouvette représentative.

Des mesures de température sont réalisées à l'aide d'une caméra infrarouge Cedip Silver (Flir SC5000). La caméra possède un capteur de 320x240 pixels et une sensibilité de 20 mK. Les images sont acquises à l'aide du logiciel Altair de Cedip Infrared Systems à une fréquence d'acquisition de 1 Hz. Un étalonnage de la caméra a été réalisé pour des températures comprises entre 15 et 150°C. Une peinture noire mate en bombe est appliquée sur les éprouvettes afin d'obtenir une émissivité uniforme et proche de 1.

3.1.2. Emission acoustique

L'émission acoustique est une technique expérimentale permettant de caractériser l'endommagement des matériaux. Cette technique consiste en l'enregistrement des ondes acoustiques libérées lors de l'évolution de l'endommagement. En effet, lors de la sollicitation d'un matériau, celui-ci libère de l'énergie sous forme d'ondes élastiques transitoires. Deux capteurs piézoélectriques sont utilisés afin de détecter ces ondes transitoires. Un gel couplant est généralement utilisé entre l'éprouvette et les capteurs afin d'assurer une bonne transmission de l'onde. Ainsi, ces ondes mécaniques sont transformées en signaux électriques acquis via un logiciel d'émission acoustique.

L'émission acoustique est un phénomène irréversible, dans le sens où aucune onde ne sera émise tant que le niveau de charge n'aura pas atteint le niveau de contrainte maximum déjà vu par la structure. Ce phénomène se nomme l'effet Kaiser. Cependant, pour une structure endommagée, la charge P' à partir de laquelle les évènements acoustiques seront de nouveau émis est inférieure à la charge maximale P déjà vue par la structure. Ce phénomène est l'effet Felicity et on peut définir le rapport Felicity par $R = \frac{P'}{P}$.

L'émission acoustique peut se caractériser par des salves ayant un caractère oscillatoire, on parle alors d'émission acoustique par salves. Lorsque les salves d'émissions sont très nombreuses et se superposent, on observe une augmentation du bruit de fond. On parle alors d'émission acoustique continue.

L'endommagement des matériaux composites à matrice organique se caractérise par une émission acoustique par salves. L'enregistrement des salves d'émissions acoustiques peut être un moyen de suivre l'apparition et l'évolution d'endommagements des composites [48, 73]. Ces salves sont enregistrées lorsque le niveau acoustique émis dépasse un seuil. Ce seuil est généralement fixé par l'utilisateur de manière à ne pas enregistrer les bruits parasites. La difficulté principale du suivi par émission acoustique est d'associer ces salves enregistrées à un certain type d'endommagement. Différentes méthodes d'analyse des salves enregistrées peuvent être utilisées : l'analyse spectrale, l'analyse paramétrique ou l'analyse multiparamétrique.

L'analyse spectrale se base sur la transformée de Fourier pour caractériser les salves d'émissions acoustiques. La transformée de Fourier permet de décomposer une fonction non périodique en somme de fonctions sinusoïdales et permet donc d'extraire une fréquence propre à un phénomène émissif. De nombreux auteurs [74-76] ont étudié le contenu fréquentiel de ces salves et ont montré que l'on pouvait classer les différents phénomènes en fonction des gammes de fréquences. On peut

- 84 -

associer les fréquences faibles à de la fissuration matricielle alors que les hautes fréquences sont plutôt liées à des ruptures de fibres. Les fréquences médianes sont plutôt associées dans l'ordre à des pull-out ou à des décohésions. Les valeurs de ces fréquences sont dépendantes du matériau et du type d'essai effectué, ainsi, pour un composite carbone-époxy, les fréquences correspondantes à la fissuration matricielle sont de 90 à 180 kHz, 180 à 240 kHz pour les pull-out, 240 à 300kHz pour les décohésions et supérieures à 300 kHz pour les ruptures de fibres [77].

Les analyses paramétrique et multiparamétrique consistent en l'étude des paramètres des salves pour déterminer à quel type de phénomènes elles sont dues. Ces salves sont caractérisées par de nombreux paramètres (Figure 3-2) dont on peut citer les principaux :

- la durée, temps écoulé entre le premier et le dernier dépassement du seuil,
- l'amplitude maximale atteinte pendant la salve,
- le temps de montée, temps écoulé entre le dépassement du seuil et l'instant où l'amplitude est maximale,
- le nombre de coups, nombre de fois où le seuil est dépassé durant la salve,
- l'énergie, intégrale de l'amplitude au carré sur la durée de la salve.



Figure 3-2 : Principaux paramètres d'une salve d'émission acoustique

L'analyse paramétrique se focalise sur l'étude d'un seul paramètre pour associer la salve à un type d'endommagement. Le paramètre le plus utilisé pour ce type d'étude est l'amplitude de la salve [78-80]. De la même manière que pour l'analyse spectrale, les études réalisées ont montré que chaque type d'endommagement pouvait être caractérisé par une gamme d'amplitude, dépendante du matériau et du type de chargement. Par exemple, Barré et al. [80] associent, pour un composite à fibres de verre courtes et matrice polypropylène sollicité en traction quasi-statique et en fatigue, la gamme d'amplitude comprise entre 40 et 55 dB à de la fissuration matricielle, la gamme d'amplitude comprise entre 60 et 65 dB à des décohésions, la gamme d'amplitude comprise entre 65 et 85 dB aux pull-out et la gamme d'amplitude comprise entre 85 et 95 dB aux ruptures de fibres. Maxime Bertin, dans ces travaux de thèse [28], associe, pour des composites carbone / époxy, la gamme d'amplitude comprise entre 35 dB et 58 dB à de la fissuration matricielle et les ruptures de fibres à des salves d'amplitude supérieure à 70 dB.

Cette technique permet le classement rapide de chaque évènement acoustique dans une classe. Cependant, Huguet et al. [79] ont montré qu'il pouvait y avoir un recouvrement des gammes pour différents types d'endommagements. On peut alors utiliser une étude multiparamétrique.

L'analyse multiparamétrique permet de prendre en compte plusieurs paramètres pour caractériser une salve. Différentes méthodes existent pour classer les salves avec ce type d'analyse. On peut, par exemple, utiliser une méthode supervisée, telle que les k-plus proches voisins ou la méthode de Fisher. Ces méthodes nécessitent un apprentissage des classes à l'aide de données d'apprentissage. Les classes sont alors connues et les salves à classer sont alors affectées à l'une des classes. A contrario, les méthodes non supervisées, telles que la méthode des k-moyennes [81] ou le réseau de neurones de Kohonen, ne nécessitent pas d'apprentissage préalable. La méthode des k-moyennes est une méthode itérative permettant de classer les salves en un nombre de classes défini par l'utilisateur. Initialement, les classes sont définies aléatoirement par leur centre. Chaque salve est attribuée à la classe la plus proche, puis le centre de chaque classe est recalculé à partir de données classées, les salves sont alors reclassées en fonction des nouveaux centres et ce jusqu'à stabilisation des centres des classes. Par exemple, Godin et al. [82] ont utilisé la méthode des k-moyennes pour classer des données d'émissions acoustiques issues d'essais de traction sur des composites verre/polyester. Cette classification a ensuite été utilisée comme base d'apprentissage pour la méthode des k-plus proches voisins.

Lors de cette étude, le système PCI-2 de Physical Acoustics est utilisé pour l'émission acoustique. Les ondes émises lors des essais sont captées à l'aide de deux capteurs résonant PAC micro80 de diamètre 10mm qui présentent une sensibilité importante sur la bande de fréquence comprise entre 100 kHz et 1MHz. Ces capteurs présentent une résonnance à 300 kHz. Ils sont reliés à une carte d'acquisition par l'intermédiaire de préamplificateurs de 40 dB. Les capteurs sont fixés par des pinces sur la face des éprouvettes. Le couplage entre l'éprouvette et les capteurs est réalisé à l'aide d'un gel silicone. La localisation des évènements acoustiques est possible avec deux capteurs sur une éprouvette de largeur faible. Pour cela, il est nécessaire de connaître la vitesse de propagation des ondes dans le matériau. Cette détermination est réalisée à partir des mesures de la distance entre les deux capteurs et de la différence de temps de détection entre les deux capteurs d'un cassé de mine en graphite (source de Hsu Nielsen). Dans cette étude, deux capteurs sont utilisés pour différencier les échos provenant de la partie utile de l'éprouvette, des échos provenant de la partie serrée dans les mors, des talons ou des bruits de la machine.

Pour l'acquisition des salves, différents paramètres d'acquisition doivent être réglés, tels que le seuil, le « Peak Definition Time » (PDT), le « Heat Definition Time » et le « Hit Lockout Time ». Ces paramètres correspondent respectivement à l'amplitude minimale de détection, au temps de montée maximale d'une salve, à la durée maximale d'une salve et au temps d'aveuglement du système pour éviter les échos secondaires. Ils ont été fixés respectivement à 35 dB, 200 µs, 800 µs et 1000 µs. Les caractéristiques des salves enregistrées sont l'amplitude, le temps de montée, la durée, le nombre de coups et l'énergie. L'analyse a été réalisée par une méthode multiparamétrique (méthode des k-moyennes) ou par une méthode paramétrique (étude de l'amplitude). En effet, les résultats obtenus ont montré qu'il était possible de trier de manière assez précise les évènements par leur amplitude. De plus, l'analyse multiparamétrique est une étude beaucoup plus longue et complexe à réaliser. Cette étude ne se focalisant pas tout particulièrement sur le traitement des signaux d'émission acoustique, l'étude paramétrique a été retenue pour le traitement systématique des données.

Cet outil va nous permettre de suivre l'activité acoustique dans l'éprouvette représentative dans le but de pouvoir quantifier l'influence de la température sur la cinétique d'endommagement.

3.1.3. Corrélation d'images numériques

La technique de corrélation d'images numériques est une technique permettant de mesurer un champ de déplacement à partir de la comparaison d'images d'un échantillon prises pour différents états de déformation qui présente l'intérêt d'être simple de mise en œuvre [83]. Elle est notamment utilisée pour mesurer des hétérogénéités [84], pour caractériser le comportement ou pour valider des lois de comportement [85]. Ces images sont découpées en petites zones uniques du fait de la présence d'un mouchetis naturel [86] ou artificiel sur les éprouvettes. On appellera ces zones des fenêtres de corrélation. La technique repose sur l'hypothèse que la distribution des niveaux de gris d'une fenêtre reste la même dans son état déformé. On peut donc connaître le déplacement d'une fenêtre entre l'état non déformé et l'état déformé grâce à sa distribution de niveaux de gris. Le déplacement mesuré est alors la somme du déplacement matériau et du déplacement d'ensemble (Eq. 3-1) :

$$\begin{cases} x' = x + u + U\\ y' = y + v + V\\ z' = z + w + W \end{cases}$$

où : x,y et z sont les coordonnées d'un point P à l'état non déformé,

x', y' et z' sont les coordonnées d'un point P à l'état déformé,

(u, v, w) est le vecteur déplacement matériau du point P entre l'état déformé et l'état non déformé,

(U, V, W) est le vecteur déplacement d'ensemble du point P entre l'état non déformé et l'état déformé.

Le champ de déplacement ainsi obtenu peut être utilisé pour obtenir le champ de déformation par différenciation.

Dans cette étude, les mesures par corrélation d'images numériques seront réalisées à partir de clichés acquis avec une camera CCD Princeton Instruments Megaplus EC11000-C. Cette caméra est équipée d'un capteur de dimension 36x24 mm² et dispose d'une résolution de 11 MPx. Un objectif à soufflet est installé sur cette caméra. Lors des mesures réalisées dans cette étude, le soufflet est déployé au maximum et permet d'obtenir un grandissement de 3.

Les marqueurs sur l'éprouvette sont obtenus à partir d'un mouchetis artificiel déposé sur la tranche de celle-ci. La taille des grains de ce mouchetis est de l'ordre de 7µm, soit, dans la configuration décrite précédemment, environ 3 pixels.

Des images sont enregistrées au repos et à différents niveaux de charges et sont traitées à l'aide du logiciel Granu développé au sein du laboratoire. Ce logiciel va mesurer le déplacement des points de mesure déterminés à partir des nœuds d'un maillage généré sous Abaqus. Ces points de mesure sont les centres de fenêtres de N pixels de côté utilisées par le logiciel Granu pour réaliser la corrélation : pour un point de mesure A de coordonnées (x_A, y_A) sur l'image initiale, les pixels de la fenêtre correspondante f_A sont définis par leur position $(x_A + i, y_A + i)$ et leur niveau de gris $I_{f_A}(x_A + i, y_A + i)$. Ce point de mesure se retrouve sur l'image déformée en coordonnées $(x_A + u, y_A + v)$, où (u, v) est le déplacement du point de mesure entre les deux images. Le déplacement de ce point de mesure entre l'image initiale et l'image déformée est déterminé en maximisant le coefficient de corrélation déterminé par la relation Eq. 3-2 :

$$C(A,M) = \frac{C_i(f_A, f_M)}{\sqrt{C_i(f_M)C_a(f_A)}}$$

Eq. 3-2

Eq. 3-1

Ce coefficient de corrélation est déterminé à partir des fonctions d'intercorrélation C_i (Eq. 3-3) et

d'autocorrélation $C_a(C_a(f_P) = \frac{1}{N^2} \sum_{i=-\frac{N}{2}}^{\frac{N}{2}} \sum_{j=-\frac{N}{2}}^{\frac{N}{2}} \left(I_{f_P}(x_P + i, y_P + j) \right) \cdot \left(I_P(x_P + i, y_P + j) \right)$ Eq. 3-4) :

$$C_{i}(f_{A}, f_{M}) = \sum_{i=-\frac{N}{2}}^{\frac{N}{2}} \sum_{j=-\frac{N}{2}}^{\frac{N}{2}} \left(I_{f_{A}}(x_{A}+i, y_{A}+j) \right) \cdot \left(I_{f_{M}}(x_{M}+i+u, y_{A}+j+v) \right)$$
Eq. 3-3

$$C_{a}(f_{P}) = \frac{1}{N^{2}} \sum_{i=-\frac{N}{2}}^{\frac{N}{2}} \sum_{j=-\frac{N}{2}}^{\frac{N}{2}} \left(I_{f_{P}}(x_{P}+i, y_{P}+j) \right) \cdot \left(I_{P}(x_{P}+i, y_{P}+j) \right)$$
Eq. 3-4

Le logiciel Granu trouve le déplacement (u, v) en maximisant cette fonction, c'est-à-dire lorsque les fenêtres correspondantes se superposent.

Afin de trouver ce maximum, on cherche la présence d'un pic de corrélation (Figure 3-3). Ce pic est déterminé à l'aide de différents paramètres dans le logiciel Granu, tels que le seuil de corrélation minimal. Une fois le pic trouvé, le déplacement est obtenu par interpolation parabolique déterminée sur un carré de 5 pixels de côté autour du pic de corrélation.



Figure 3-3 : Exemple de pic de corrélation obtenu lors de cette étude.

Dans la configuration utilisée, la résolution spatiale est de 130 μ m et la sensibilité sur les déformations est de 5.10⁻⁴.

Dans un premier temps, cette mesure de champ de déformation va nous permettre d'analyser expérimentalement l'influence de la séquence d'empilement sur la répartition des déformations dans le but de définir l'éprouvette représentative. Dans un second temps, elle va aussi nous permettre de mesurer l'évolution des champs de déformations de l'éprouvette représentative au cours d'un essai de tractions progressives avec paliers de maintien en charge, cela dans le but de quantifier l'influence de la viscosité sur le comportement de telles éprouvettes. Ces mesures ne pourront pas permettre une étude de l'influence de la température du fait de l'impossibilité d'utiliser la caméra haute résolution avec l'enceinte thermique dans sa configuration actuelle.

3.1.4. Radiographie par rayons X

La radiographie par rayons X est une technique d'imagerie qui permet d'obtenir des clichés dont le contraste dépend de la densité et de l'épaisseur des objets étudiés. Ainsi, il est possible d'observer certains endommagements grâce à cette méthode. En effet, les endommagements vont laisser un « vide » dans le matériau. La technique de radiographie X permet de détecter ces zones en utilisant généralement un opacifiant aux rayons X. La limite de cette technique repose sur l'utilisation de l'opacifiant qui est déposé sur les bords libres de l'éprouvette et pénètre dans les endommagements par capillarité, ainsi seuls les endommagements débouchants seront visibles. Cette technique permet de détecter les fissures transverses et les délaminages (Figure 3-4).



Figure 3-4 : Observations de fissures matricielles [87] et de délaminages [88] par radiographie X

Pour cette étude, la technique de radiographie X est utilisée pour détecter ces endommagements débouchants. Le mouillant utilisé est à base d'iodure de zinc composé de 60 g d'iodure de zinc, 10 ml d'eau distillée, 10 ml d'alcool isopropylique et quelques gouttes de mouillant photoflow.

Les clichés sont réalisés à l'aide d'un tube à rayons X ANDREX Pentak HF 100 avec les paramètres suivants :

- Tension 15 kV
- Intensité 35 mA
- Foyer 3x3 mm²
- Temps d'exposition : 1 min

L'utilisation de cet outil a pour but de localiser les endommagements dans l'éprouvette et de déterminer quel type d'endommagement est présent dans l'éprouvette lors d'essais interrompus (CRP et fatigue).

3.2. Définition du drapage représentatif

Dans le réservoir, le composite subit un chargement biaxial, or les moyens d'essais classiques disponibles au laboratoire ne permettent que de réaliser des essais en traction uniaxiale. Deux solutions sont envisageables :

- Adapter un montage permettant de réaliser de la traction biaxiale sur une éprouvette
- Choisir une séquence d'empilement, différente de celle du réservoir, qui entraîne un état de contrainte similaire à celui du réservoir lorsqu'elle est soumise à un chargement uniaxial.

La deuxième solution a été retenue lors de cette étude. En effet, bien que la première solution paraisse la plus proche de la réalité, celle-ci entraîne des coûts, une complexité de mise en œuvre et d'analyse bien supérieure. Un essai de traction biaxiale sur une éprouvette issue d'un procédé de bobinage nécessiterait soit un montage complexe dû à la courbure de celle-ci qui entrainerait des coûts importants de fabrication, soit une éprouvette constituée d'un cylindre complet qui entrainerait un prix de revient des éprouvettes plus important et un montage également assez complexe. De plus, les différentes expériences réalisées pour des cas de chargements biaxiaux ont montré la difficulté de mise en œuvre et d'analyse, notamment due aux conditions aux limites et aux concentrations de contraintes induites.

Enfin, les essais requièrent de pouvoir être réalisés au sein d'une enceinte thermique afin de pouvoir tester l'influence de la température. La taille des enceintes et des machines étant limitée, l'adaptation d'un tel montage semble difficile, d'autant plus que les chargements appliqués sont complexes (traction, fluage, fatigue mécanique et thermomécanique, ...).

La solution technologique retenue, à savoir la modification de la séquence d'empilement, présente l'avantage d'être beaucoup moins coûteuse, du fait du grand nombre d'éprouvettes réalisable dans un cylindre et de l'utilisation de machines d'essai classiques, et relativement facile à mettre en œuvre et plus facile à analyser. Le verrou technologique à relever vient de la courbure de l'éprouvette dont on ne peut s'affranchir si l'on veut garder le même procédé de fabrication et ainsi rester plus proche du matériau réel. Ce verrou a été levé par l'utilisation d'équipements d'essai spécifiques que l'on verra dans la partie 3.3. Le choix de la séquence d'empilement reste cependant

primordial pour obtenir des résultats représentatifs de ce que l'on pourrait trouver dans un réservoir. La partie qui suit présente le choix de ce drapage. Il est réalisé à partir d'un calcul analytique pour le choix des angles et d'une simulation numérique couplée à des mesures par corrélation d'images pour le choix de l'ordre des plis.

3.2.1. Choix de l'orientation des plis de l'éprouvette représentative

La première étape de la détermination du drapage représentatif est le choix des angles. Ce choix va être réalisé à partir d'un calcul analytique sur la partie centrale du réservoir et d'un calcul analytique sur une éprouvette, le but étant de retrouver les mêmes niveaux de contraintes maximales. La contrainte longitudinale σ_x et la contrainte circonférentielle σ_y (Figure 3-5) dans la partie cylindrique du réservoir peuvent être calculées de manière analytique à partir de la pression et des données géométriques du réservoir.



Figure 3-5 : Axes du réservoir.

En écrivant l'équilibre du fond du réservoir et d'un demi-cylindre (Figure 3-6), on obtient les relations reliant la contrainte σ_x , la pression et les données géométriques (Eq. 3-5) et la relation reliant la contrainte σ_y , la pression et les données géométriques (Eq. 3-6).

$$\pi R_o^2 \times P_0 = 2\pi R_0 \times e \times \sigma_x$$
Eq. 3-5
$$2\pi R_o \times l \times P_0 = 2l \times e \times \sigma_x$$
Eq. 3-6

Le réservoir est donc soumis à un chargement biaxial dépendant de la pression (Eq. 3-7) :

$$\sigma_x = \frac{P.r}{2e}$$
 et $\sigma_y = \frac{P.r}{e}$



Figure 3-6 : Equilibre des forces extérieures et des efforts intérieurs sur le fond du réservoir (a) et sur le demi-cylindre (b)

Les contraintes locales σ_{11} , σ_{22} et σ_{12} dans chaque pli du réservoir sont calculées pour le chargement biaxial déterminé équation Eq. 3-7. Bertin [28] a montré que les contraintes obtenues lors d'un calcul par éléments finis sur un réservoir sont proches de celles obtenues en réalisant un calcul analytique sur une plaque infinie.

Le drapage du réservoir utilisé pour ce calcul est un drapage constitué de 8 orientations $[\pm\theta_1/\pm\theta_2/\pm\theta_3/\pm\theta_4]$ et permet d'obtenir les contraintes dans chaque pli (Tableau 3-1). Ce drapage n'est pas un drapage réel de réservoir mais une séquence d'orientations couramment utilisées dans les réservoirs bobinés composites.

Orientation	Contrainte	Valeur (MPa)
	σ1	166.2
$\pm \theta_1$	σ ₂	<u>26.5</u>
	σ ₁₂	± 4.2
	σ1	259.5
$\pm \theta_2$	σ ₂	22.0
	σ ₁₂	<u>± 8.4</u>
	σ1	365.6
$\pm \theta_3$	σ2	16.8
	σ ₁₂	± 1.4
	σ1	367.2
$\pm \Theta_4$	σ2	16.8
	σ ₁₂	0.0

Tableau 3-1 : Contraintes maximales obtenues dans chaque pli du réservoir pour une pression de 700 bars.

L'objectif est d'atteindre des niveaux de contraintes maximales (σ_{11} , σ_{22} , σ_{12}) dans l'éprouvette subissant un chargement uniaxial voisins de ceux atteints dans le réservoir sous pression (chargement biaxial).

Une optimisation a été réalisée avec 4 orientations $\pm \theta_a$ et $\pm \theta_b$ afin de faciliter la recherche du drapage représentatif. Le drapage obtenu est composé de 8 couches à $\pm 16^\circ$ et 12 couches à 90° avec une épaisseur de pli de 0.3mm. Cet empilement conduit à une éprouvette de 6 mm d'épaisseur dont les contraintes dans les plis, pour un chargement uniaxial de σ_x =150 MPa, sont :

Orientation	Contrainte	Valeur (MPa)
	σ1	<u>360</u>
± 16	σ ₂	7.3
	σ ₁₂	<u>± 8.5</u>
	σ1	-19.6
± 90	σ ₂	<u>25.6</u>
	σ ₁₂	0.0

Tableau 3-2 : Contraintes dans chaque pli d'une éprouvette représentative

Les caractéristiques globales de l'éprouvette ainsi obtenues sont données dans le Tableau 3-3.

Ex (GPa)	Ey (GPa)	Gxy (GPa)
43.55	71.18	6.91

Tableau 3-3 : Caractéristiques globales de l'éprouvette représentative déterminées par calcul analytique.

Un drapage composé de 8 couches à $\pm 16^{\circ}$ et 12 couches à 90° est donc un drapage qui permet d'obtenir les mêmes niveaux de contraintes maximales que dans le réservoir mais dans une éprouvette chargée uniaxialement (valeurs soulignées dans le Tableau 3-1 et dans le Tableau 3-2).

3.2.2. Choix de la séquence d'empilement à l'aide de calculs Abaqus et de mesures par corrélation d'images numériques

La démarche précédente a permis de déterminer les orientations des plis dans le drapage représentatif pour obtenir des niveaux de contraintes similaires à ceux du réservoir. Cependant, la séquence d'empilement a aussi un effet très important sur la tenue de l'éprouvette et le calcul analytique réalisé précédemment ne la prend pas en compte. Pour des raisons économiques, il est difficile de réaliser des éprouvettes avec différentes séquences d'empilements afin de toutes les tester. Il est donc important de bien choisir cette séquence d'empilement avant de lancer leur production. Les variations de tenue des éprouvettes sont principalement dues aux effets de bord. Or, le réservoir ne présente pas de bord libre. Dans ce paragraphe, la séquence d'empilement retenue est donc déterminée de manière à éviter les délaminages dus à ces effets particuliers.

Afin de choisir une séquence d'empilement, la seule solution est de réaliser des simulations numériques. Ces dernières sont réalisées en reprenant la géométrie des éprouvettes souhaitées (dimensions, courbures). Une loi de comportement élastique linéaire est utilisée. Elle a pour avantage d'être simple à mettre en œuvre et d'engendrer des calculs courts, ce qui permet de pouvoir optimiser la séquence d'empilement en testant plusieurs cas. L'utilisation d'une loi élastique permet aussi de transposer cette méthode à un autre matériau sans avoir à refaire toute la caractérisation détaillée.

Comme nous l'avons souligné précédemment, il est difficile de mener une étude paramétrique expérimentale sur un grand nombre de séquences d'empilement. Cependant si l'on souhaite utiliser l'outil numérique pour choisir la séquence de l'éprouvette technologique, il est essentiel de le qualifier. Pour ce faire, des éprouvettes composites proches de celles de cette étude ont été utilisées. Il s'agit d'éprouvettes réalisées par stratification de plis élémentaires obtenus par enroulement filamentaire et dont deux séquences d'empilement étaient disponibles chez l'industriel. Ces deux séquences d'empilement sont les suivantes :

A : $[25/(65/-65)_2/-25/(65/-65)_2]_s$ et B : $[(65/-65)_2/(25/-25)/(65/-65)_2]_s$

Des simulations numériques des empilements A et B sont confrontées aux mesures de champs réalisées sur les tranches de ces deux éprouvettes soumises à de la traction. Une fois cet outil validé, nous pourrons choisir la séquence avec les angles 16° et 90° la moins délaminante.

Pour les deux éprouvettes testées, des essais de traction jusqu'à rupture ont tout d'abord été réalisés et ont montré que la contrainte à rupture du drapage A est de 172 Mpa pour 231 Mpa pour le drapage B. Puis les champs de déplacements ont été mesurés sur la tranche d'une éprouvette de chaque drapage par corrélation d'images numériques. On peut voir sur la Figure 3-7 le mouchetis déposé sur l'éprouvette A dont le drapage est $[25/(65/-65)_2/-25/(65/-65)_2]_s$, ainsi qu'une fenêtre de corrélation.



Figure 3-7 : Mouchetis déposé sur l'éprouvette A et zoom sur une fenêtre de corrélation

Pour cette mesure, la taille de la fenêtre de corrélation utilisée est de 50x50 pixels, soit 130x130 μ m. Les points de mesure, représentant les centres des fenêtres, sont déterminés à l'aide des nœuds d'un maillage réalisé sous Abaqus CAE. Le maillage utilisé est présenté sur la Figure 3-8. Les nœuds de ce maillage sont espacés de 30 pixels dans l'épaisseur de l'éprouvette Z et de 60 pixels dans la direction de traction X. Dans cette configuration, la sensibilité moyenne de la technique de mesure des déformations est de 5.10⁻⁴. Les champs de déformations sont alors obtenus par dérivation des champs de déplacement à l'aide du logiciel Abaqus. Trois chemins sont utilisés pour tracer l'évolution des mesures en fonction de la position en Z (Figure 3-8).



Figure 3-8 : Maillage utilisé pour la mesure des déplacements par corrélation d'images numériques au cours d'essai de traction sur des éprouvettes possédant 2 plis à 25°, 2 plis à -25°, 8 plis à 65° et 8 plis à +65°.

Les champs de déformations obtenus pour les deux drapages sont présentés pour un chargement de 129 MPa. On observe respectivement sur les Figure 3-9, Figure 3-10 et Figure 3-11 les déformations ε_{xx} , ε_{zz} et ε_{xz} .



Figure 3-9 : Champs de déformation ε_{xx} mesurés par corrélation d'images sur l'éprouvette A (a) et sur l'éprouvette B (b) (les carrés rouges représentent les plis à ±25° et les carrés bleus représentent les plis à ±65°).

Pour un chargement de traction de 129 MPa, la Figure 3-9 montre que les éprouvettes présentent un champ de déformation ε_{xx} à peu près homogène sur la zone étudiée. Pour cette contrainte, la valeur moyenne de la déformation ε_{xx} est d'environ 5.10⁻³ pour les deux drapages. Ces déformations sont très proches car les éprouvettes ont le même module.

La Figure 3-10, qui présente les champs de déformation transverse ε_{zz} , met en évidence la différence de drapage entre les deux éprouvettes. On observe un champ de déformation ε_{zz} non homogène. Pour l'éprouvette A, on peut remarquer des niveaux de déformation plus élevés (en valeur absolue) au niveau des interfaces entre les plis à ±25 et ±65 (en rouge et en bleu). L'éprouvette B reflète encore mieux ce phénomène. On observe une valeur très élevée (en valeur absolue) de déformation ε_{zz} à l'interface des plis à 25° et à -25° en bleu. La déformation ε_{zz} dans le reste de la zone d'étude reste faible. Les niveaux maximum de déformations ε_{zz} , toujours en valeur absolue, sont nettement supérieurs dans l'éprouvette B que dans l'éprouvette A.



Figure 3-10 : Champs de déformation ε_{zz} mesurés par corrélation d'images sur l'éprouvette A (a) et sur l'éprouvette B (b)

La Figure 3-11 présente les champs de déformation de cisaillement ε_{xz} et met en évidence le même phénomène que la Figure 3-10 : l'augmentation des déformations au niveau des interfaces entre plis de différentes orientations. L'éprouvette A présente des niveaux de cisaillement très élevés au niveau des interfaces ±25°/±65°, notamment à l'interface entre le pli à +25° et le pli à +65°. L'éprouvette B présente aussi une concentration de déformation au niveau des interfaces, plus particulièrement l'interface +25°/-25° en bleu. On peut aussi remarquer une augmentation plus légère de la déformation au niveau des interfaces ±25°/±65°.

On remarque donc que l'éprouvette A présente un champ de déformation qui semble plus favorable à l'apparition de délaminage avec à la fois une déformation ε_{zz} élevée (en traction) et une déformation en cisaillement ε_{xz} élevée au niveau de l'interface +25°/+65° alors que l'éprouvette B ne présente qu'une contrainte de cisaillement ε_{xz} élevée mais une déformation ε_{zz} négative qui aurait plutôt tendance à consolider l'interface 25°/-25°.





Les deux séquences d'empilement ont été modélisées en trois dimensions (Figure 3-12) à l'aide du logiciel Abaqus CAE. Le modèle compte 33600 éléments C3D20 et 144077 nœuds. Les conditions aux limites sont appliquées de manière à rester fidèle aux conditions d'essai : encastrement des deux surfaces en contact avec les mors d'un côté et déplacement bloqué dans toutes les directions sauf celle de traction de l'autre côté. La charge est appliquée par un effort surfacique correspondant aux deux surfaces en contact avec les mors.

Ce calcul numérique est réalisé avec une loi de comportement élastique pour permettre de réaliser des calculs rapidement et ainsi tester plus rapidement un grand nombre de configurations.


Figure 3-12 : Modèle éléments finis de l'éprouvette utilisé pour déterminer la séquence d'empilement du drapage représentatif

Les deux séquences d'empilement testées ont été comparées grâce aux modèles éléments finis.

Dans un premier temps, une comparaison des champs de déformations numériques et expérimentaux a été effectuée et a permis de valider les résultats de la modélisation. Par exemple, on peut voir une très bonne concordance entre les champs de déformation ε_{xz} issus du modèle et ceux issus de la dérivation des champs de déplacements obtenus par corrélation d'images numériques (Figure 3-13).



Figure 3-13 : Comparaison des valeurs locales sur le path 2 des déformations ε_{xz} numériques et expérimentales (DIC) pour le drapage A.

Dans un second temps, l'utilisation d'un critère de Tsai-Wu en 3D montre la présence de concentrations de contraintes différentes aux bords des deux éprouvettes (Figure 3-14). Le critère utilisé pour cette modélisation est un critère anisotrope 3D. Il s'agit d'un critère tensoriel polynomial anisotrope du second ordre. Ce critère peut se mettre sous une forme vectorielle :

$$f(\underline{\sigma}) = \underline{F} \cdot \underline{\sigma} + \underline{\sigma}^{T} \cdot \underline{F} \cdot \underline{\sigma} = 1$$

Eq. 3-8

Il faut alors déterminer les six coefficients de \underline{F} et les 21 de $\underline{F}\,$:

$$\underline{F} = \begin{pmatrix} F_{11} \\ F_{22} \\ F_{33} \\ 0 \\ 0 \\ 0 \end{pmatrix} \quad \text{et} \quad \underline{F} = \begin{pmatrix} F1111 & F1122 & F1133 & 0 & 0 & 0 \\ F2211 & F2222 & F2233 & 0 & 0 & 0 \\ F3311 & F3322 & F3333 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & F1212 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & F1313 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & F2323 \end{pmatrix}$$
Eq. 3-9

Ces coefficients sont déterminés à partir des contraintes à rupture dans les différentes directions du composite.

Au cœur de l'éprouvette, le critère est semblable quel que soit le drapage. Par contre, sur les bords libres, la valeur de celui-ci est 2,5 fois plus élevée dans le drapage A que dans le drapage B. Cela est dû au fait que les contraintes observées au cœur de l'éprouvette sont identiques alors que sur le bord libre de l'éprouvette celles-ci dépendent de la séquence d'empilement.



Figure 3-14 : Critère de Tsai Wu dans la section centrale de l'éprouvette pour les deux drapages

Les valeurs minimales et maximales de chaque contrainte au point où le critère est maximal sont présentées dans le Tableau 3-4. Dans ce tableau, 1 est la direction locale des fibres, 2 est la direction locale perpendiculaire aux fibres dans le plan XY et 3 correspond à la direction hors plan Z.

	σ_{11} (MPa)		σ_{22} (MPa)		σ_{33} (MPa)		σ_{12} (MPa)		σ_{13} (MPa)		σ_{23} (MPa)	
	Min	Max										
Drapage A	-127	306	-2	73	-38	52	-51	51	-71	71	-78	78
Drapage B	10	402	-49	44	-79	18	-49	49	-70	70	-74	-74

 Tableau 3-4 : Comparaison des niveaux de contraintes locales atteints dans les éprouvettes utilisées pour déterminer le drapage représentatif pour un chargement en traction de 129 MPa.

Ce résultat montre une très nette différence de contraintes σ_{11} , σ_{22} et σ_{33} . En effet, on observe dans le drapage A, une contrainte maximale dans la direction des fibres inférieure de 100 MPa (25%) à celle dans le drapage B. Cependant, les contraintes dans les directions orthogonales aux fibres : σ_{22} et σ_{33} sont très nettement supérieures dans le drapage A comparées à celles dans le drapage B. Ces niveaux de contraintes bien plus élevés sont à l'origine du délaminage que l'on a pu observer entre le pli externe à 25° et le pli à 65° adjacent et de la fissure matricielle dans le pli à 65° dans le drapage A (Figure 3-15). Les niveaux de déformations élevés sur cette figure ne traduisent pas la déformation matériau mais l'ouverture des fissures. Le drapage B ne présente pas d'endommagements visibles de ce type.



Figure 3-15 : Champs de déformations mesurés par DIC et photo du mouchetis d'une éprouvette de type A présentant une fissure matricielle et un délaminage.

Cette étude sur un drapage présentant deux orientations différentes a permis de mettre en évidence l'influence de la séquence d'empilement sur le champ de contrainte au bord des éprouvettes. Bien que la zone où se localise ce phénomène soit très restreinte par rapport à la taille de l'éprouvette, celui-ci engendre une différence très importante au niveau macroscopique : une différence de contraintes à rupture expérimentales de 25 % (231 MPa contre 172 MPa). Cette différence peut être expliquée par les niveaux de contraintes dans les directions perpendiculaires aux fibres qui vont influencer l'apparition d'endommagements tels que les fissures matricielles et les délaminages.

Ainsi, on a montré que le drapage de type A : $[25/(65/-65)_2/-25/(65/-65)_2]_s$ est moins performant que le drapage de type B : $[(65/-65)_2/(25/-25)/(65/-65)_2]_s$.

3.2.3. Eprouvette représentative

A partir des conclusions du paragraphe précédent, des simulations numériques d'éprouvettes avec un drapage composé de 8 couches à $\pm 16^{\circ}$ et 12 couches à 90° tel que déterminé dans le paragraphe 3.2.1 ont permis de déterminer un drapage « optimal » pour minimiser les effets de bords : $[90_2/\pm 16/90_2/\pm 16/90_2]_s$.

Le but de cette étude étant de caractériser le comportement thermomécanique de l'éprouvette sous différents types de sollicitations thermomécaniques (traction, CRP, fluage, fatigue sous conditions thermiques isotherme à -40°C, 25°C et 85°C ou de cyclage thermique avec gradient de température), deux types de configurations d'éprouvettes sont réalisés. Ces configurations dépendent du chargement thermique imposé :

• Les essais isothermes sont réalisés dans le but d'étudier l'influence de la température entre -40°C et 85°C, plage d'utilisation du réservoir prévue par le cahier des charges. Dans ce cas, la température au sein de l'éprouvette est constante. Il n'y a pas de gradient de température spatial ou temporel. Dès lors, il est possible d'utiliser l'éprouvette composite seule. Les chargements appliqués à cette éprouvette sont des chargements de traction, des CRP, des CRP avec maintien en charge, et de la fatigue mécanique 1Hz dans des conditions isothermes.

• La deuxième configuration correspond au cas où l'on applique un chargement représentatif du remplissage d'un réservoir, à savoir une augmentation de la contrainte équivalente à la montée en pression du réservoir et une augmentation de la température correspondant à l'échauffement du gaz au sein du réservoir. En effet, lors d'un remplissage, la température du gaz augmente en raison de différents phénomènes décrits dans l'introduction. Cette augmentation de température conduit, par convection, à un échauffement du liner et donc, par conduction, à un échauffement de toute la structure. Cependant, ce type de condition (gaz chaud à l'intérieur du réservoir et gaz froid à l'extérieur) entraîne un gradient thermique au sein de l'éprouvette qui a une influence très importante sur son comportement. Il est donc nécessaire de bien représenter ce chargement thermique. Dans le réservoir le liner polyuréthane servant à l'étanchéité a aussi un rôle d'isolant thermique entre le gaz et le composite. Afin d'être représentatif de ce phénomène, une partie liner en polyuréthane est fixée à l'éprouvette composite afin d'appliquer le flux de chaleur au liner comme lors du remplissage du réservoir.

Des calculs éléments finis avec des lois de comportement linéaires permettent de simuler la réponse d'un tel assemblage à une sollicitation de traction. Ces calculs ont permis de montrer que coller la partie composite et la partie polymère engendrait un état de flexion dans l'éprouvette (Figure 3-16). Pour s'affranchir de ce phénomène, la partie polymère n'est donc pas collée mais simplement mise en contact avec la partie composite à l'aide d'une pâte thermique qui assure la conduction thermique mais pas le transfert d'effort, ce qui évite la flexion de l'éprouvette représentative.



Figure 3-16 : Déformée (x100) d'une éprouvette représentative dont la partie polymère et la partie composite ont été collées.

L'augmentation de la pression est simulée à l'aide d'un chargement mécanique de traction, l'augmentation de température est modélisée par la présence d'un jet d'air chaud sur la surface du polymère (Figure 3-17).



Figure 3-17 : Schéma de l'essai de fatigue thermomécanique. - 104 -

Le cycle modélisant le remplissage d'un réservoir est décrit sur la Figure 3-18. Il est constitué d'une montée en charge en 2 minutes où la température du jet et le chargement mécanique augmentent linéairement jusqu'à leur valeur maximale. L'effort est maintenu 360 secondes tandis que la température reste constante à 150°C pendant 15 secondes puis décroît progressivement jusqu'à revenir à sa valeur initiale (1min 30 à -0.6°C /min puis 1min 30 à -0.2°C/min). La charge redescend à 0 en 1 minute. La température maximale appliquée lors de ce test a été déterminée expérimentalement de manière à obtenir une température de 85°C à la surface du polyuréthane.



3.3. Développement d'équipements d'essai

Les essais réalisés sur les éprouvettes représentatives du réservoir doivent être effectués à différentes températures afin de connaître le comportement du réservoir pour toute la plage d'utilisation du réservoir. De la même manière que le remplissage rapide d'un réservoir conduit à un échauffement de l'hydrogène, la vidange rapide conduit à un refroidissement. De plus, le réservoir peut être utilisé dans des conditions de température négative (le cahier des charges prévoit -40°C). Il est donc nécessaire de réaliser des essais pour des températures allant de -40°C à 85°C afin de connaitre le comportement des éprouvettes représentatives sur toute cette plage de température. Ces essais sur des éprouvettes courbes nécessitent le développement et l'utilisation d'équipements spécifiques qui vont être présentés dans la partie suivante.

3.3.1. Description du cahier des charges du banc d'essais

Pour pouvoir caractériser au mieux le comportement des éprouvettes représentatives, différents types d'essais ont été réalisés :

- des essais de traction quasi-statique à vitesse de déplacement imposée (0.5mm/min) jusqu'à rupture. Ces essais permettent de connaître la contrainte à rupture des éprouvettes dans des conditions thermiques différentes et donc de quantifier l'influence de la température.
- des essais de traction quasi-statique à vitesse de déplacement imposée (0.5mm/min) avec chargements répétés progressifs. Ces essais permettent de connaître l'évolution de la déformation résiduelle au cours de l'essai ainsi que la perte de rigidité en fonction de cette déformation résiduelle (grâce à des jauges d'extensométrie).
- des essais de traction quasi-statique à vitesse de déplacement imposée (0.5mm/min) avec chargements répétés progressifs et paliers de 5 minutes. Ces essais permettent de connaître l'évolution de la déformation résiduelle au cours de l'essai ainsi que la perte de rigidité en fonction de cette déformation résiduelle (grâce à des jauges d'extensométrie) mais aussi l'influence de la viscosité.
- des essais de fatigue 1Hz à température constante : -40°C, 25°C et 85°C. Ces essais permettent de connaître la tenue en fatigue des éprouvettes représentatives sur toute la plage de température d'utilisation du réservoir. De plus l'évolution de l'endommagement peut être suivie par émission acoustique.
- des essais de fatigue thermomécanique. Ces essais ont pour but de se rapprocher au plus près des conditions de remplissages successifs.

Les essais de fatigue imposent immédiatement l'utilisation d'une machine de fatigue. De plus, les essais de traction jusqu'à rupture demande une capacité machine importante. Il faut donc une machine de fatigue adéquate disposant d'une cellule de charge de capacité élevée. Les moyens disponibles au laboratoire nous orientent vers la machine Instron 1251 (Figure 3-19). Il s'agit d'une machine de traction servo-hydraulique dédiée à la réalisation d'essais de fatigue mais pouvant aussi être utilisée pour réaliser des essais de traction quasi-statique grâce à sa cellule de charge de 100kN. On pourra donc réaliser sur cette machine des essais de fatigue et des essais de traction quasi-statique avec une limite de charge de 100kN et une limite d'allongement de 30mm. Avec les éprouvettes utilisées (section environ 120mm² et longueur utile 150mm), cela conduit à une

contrainte maximale de 830MPa et à une déformation maximale de 20%, ce qui est largement supérieur aux valeurs attendues lors de ces essais.



Figure 3-19 : Machine de fatigue INSTRON 1251

3.3.2. Enceinte thermique

La réalisation d'essais isothermes à des températures d'essais comprises entre -40°C et 85°C requiert l'utilisation d'une enceinte thermique. Le laboratoire dispose déjà d'une enceinte thermique capable d'atteindre des températures comprises entre l'ambiante et 85°C et adaptable sur la machine de fatigue INSTRON 1251. Il convient donc d'adapter le banc d'essai afin de pouvoir obtenir des températures négatives jusqu'à -40°C. Deux solutions étaient envisageables :

- L'acquisition d'une nouvelle enceinte
- La modification de l'enceinte existante

De manière pragmatique, la deuxième solution a été retenue pour plusieurs raisons. Tout d'abord, l'acquisition d'une nouvelle enceinte est un investissement important. De plus, une nouvelle enceinte aurait nécessité le montage et le démontage des enceintes. L'enceinte existante a donc été modifiée pour pouvoir atteindre des températures comprises entre -40°C et 85°C.

Pour atteindre ces températures, l'isolation de celle-ci a tout d'abord été renforcée pour éviter les pertes thermiques. La réalisation d'essais de fatigue a orienté le moyen de refroidissement vers un cryostat. En effet, l'utilisation d'azote n'était pas envisageable compte tenu de la durée d'un essai de fatigue. Un circuit hydraulique a donc été installé dans l'enceinte afin de permettre la circulation du fluide frigorifique. Il s'agit d'un serpentin avec un échangeur qui a été installé sur chaque paroi latérale de l'enceinte. Un passage de câbles est réalisé afin de pouvoir installer différentes instrumentations dans l'enceinte. On peut voir celle-ci sur la figure 3-20.



Figure 3-20 : Vues intérieures et extérieures de l'enceinte

Des tests ont préalablement été réalisés sur le banc afin de valider le développement de l'enceinte. Deux thermocouples sont placés dans l'enceinte et permettent de mesurer la température. Ces deux thermocouples sont placés à des endroits différents de l'enceinte (près de l'éprouvette et près du fond de l'enceinte). Ils permettent de vérifier si la température est bien atteinte dans l'enceinte et si celle-ci est bien stable. Ces tests permettent aussi de calibrer la commande du cryostat afin d'obtenir la température désirée dans l'enceinte. Les deux thermocouples donnent une température identique à 1°C près. La température est donc bien homogène dans l'enceinte grâce au ventilateur qui brasse l'air dans l'enceinte. Ces tests ont permis de valider le banc d'essai. La figure 3-21 montre l'évolution de la température en fonction du temps en partant de la température ambiante. Le temps de stabilisation de la température à -40°C est d'environ 4h.



Figure 3-21 : Evolution de la température au sein de l'enceinte - 108 -

3.3.3. Mors pour la machine de fatigue

La machine de fatigue INSTON 1251 utilisée lors de ces essais disposent de mors en U équipée de plaquettes de serrage planes (Figure 3-22). Ces mors ne sont pas adaptés à la mise en œuvre d'essais sur les éprouvettes représentatives du fait de leur courbure inhérente au processus de fabrication.



Figure 3-22 : Schéma des mors de la machine de fatigue INSTRON 1251

Pour appliquer une pression suffisante pour éviter le glissement des éprouvettes tout en évitant de les déformer, il est nécessaire d'utiliser des plaquettes de serrage spécifiques. Celles-ci reprennent la géométrie des plaquettes d'origine de la machine de fatigue et disposent en plus d'un usinage convexe de rayon 155 mm reprenant la courbure intérieure des éprouvettes ou concave de rayon 161 mm reprenant la courbure extérieure. Avec ces plaquettes, on peut appliquer une pression relativement homogène sur l'éprouvette sans déformer celle-ci. On peut voir ces plaquettes de serrage sur la figure 3-23.



Figure 3-23 : Mors spécifiques pour la machine de fatigue INSTRON 1251

3.4. Modélisation de l'éprouvette représentative retenue

Ce paragraphe s'attache à décrire la modélisation de l'éprouvette représentative déterminée dans la partie 3.2. Ce modèle aura pour but de mieux appréhender les phénomènes mis en avant expérimentalement. En effet, les essais mis en œuvre dans ce chapitre présentent une complexité supérieure à celle des essais de caractérisation présentés dans le chapitre 1. Tous les outils métrologiques mis en œuvre lors de cette campagne expérimentale permettront d'obtenir des informations qui, mises en compétition avec les résultats numériques, permettront de mieux comprendre le comportement de ces éprouvettes représentatives. De plus, la comparaison des résultats numériques et expérimentaux permettra de valider la modélisation retenue. L'analyse parallèle des résultats expérimentaux et numériques permet d'enrichir les résultats obtenus.

Par exemple, la thermographie infrarouge permet de connaître la température sur toutes les faces de l'éprouvette. Cette donnée peut ainsi être comparée au modèle afin de valider les résultats numériques, qui permettront par la suite de connaître le champ de température dans toute l'éprouvette.

Comme le modèle s'attache à essayer de prendre en compte de manière pragmatique le plus de phénomènes possible, la modélisation mise en œuvre est tridimensionnelle afin de mieux appréhender les phénomènes hors plan tel que le gradient thermique lors d'un chargement thermomécanique et d'appréhender de manière précise le champ de contraintes au sein de l'éprouvette.

Le modèle mécanique de l'éprouvette permettant de simuler les essais isothermes et le modèle thermomécanique permettant de simuler un cycle de l'essai de fatigue thermomécanique représentatif d'un remplissage de réservoir sont décrits dans les deux paragraphes suivants.

3.4.1. Modèle mécanique

Le modèle mécanique a pour but de simuler les essais isothermes réalisés sur les éprouvettes technologiques. Il s'agit donc d'un problème mécanique, à savoir que la température n'est pas calculée mais est imposée constante dans toute l'éprouvette.

Afin de modéliser les essais de manière la plus réaliste possible, l'éprouvette est modélisée en trois dimensions en respectant au mieux la géométrie réelle des éprouvettes. Son épaisseur et sa largeur sont déterminées par une mesure moyenne de l'épaisseur et de la largeur des éprouvettes usinées. Sa courbure, induite par le procédé de fabrication d'enroulement filamentaire, est aussi modélisée.

- 110 -

L'éprouvette composite présentant des hétérogénéités locales inhérentes à l'orientation des angles dans chaque couche, elle a été partitionnée en 20 couches afin de pouvoir rendre compte de celles-ci. Un repère local cylindrique a donc été attaché à chaque couche pour modéliser la variation d'orientation dans les différentes couches et la courbure de celle-ci. L'axe 1 de ce repère correspond à la direction des fibres, l'axe 3 correspond à la normale à la couche.

Pour pouvoir valider la loi de comportement décrite au paragraphe 2.1.1.3, celle-ci est implémentée dans le modèle éléments finis de l'éprouvette. En effet, la comparaison des résultats numériques et expérimentaux permettra de discuter des résultats obtenus. De plus, cette loi, développée pour décrire le plus possible de phénomènes de manière simple, donnera des informations complémentaires aux résultats expérimentaux afin de mieux appréhender le comportement de l'éprouvette technologique représentative.

L'éprouvette est maillée avec des éléments quadratiques à 20 nœuds (C3D20) avec deux éléments dans l'épaisseur de chaque couche, ce qui permettra de mieux appréhender l'état de contrainte tridimensionnel. Ce maillage est composé de 75600 éléments et de 331053 nœuds (Figure 3-24).





Les conditions aux limites appliquées au modèle ont été choisies de manière à reproduire les conditions d'essais : les surfaces en contact avec les mors lors de l'essai sont bloquées en translation suivant x, y et z d'un côté. De l'autre côté, les déplacements sont bloqués suivant y et z et l'on applique un effort surfacique afin de simuler le chargement (Figure 3-25).



Figure 3-25 : Conditions aux limites mécaniques appliquées dans le modèle de l'éprouvette représentative

3.4.2. Modèle thermomécanique

Le modèle thermomécanique a pour but de simuler un cycle d'un essai de fatigue thermomécanique représentatif du remplissage d'un réservoir. Cette simulation permettra de mieux appréhender l'influence de la température sur le comportement de l'éprouvette représentative et plus particulièrement sur le champ de contrainte dans l'éprouvette.

Comme décrit dans le paragraphe 3.2, l'éprouvette représentative est constituée d'une partie composite et d'une partie liner polymère. Ces deux parties sont reliées par une pâte thermique permettant la bonne conduction de la chaleur mais un transfert d'effort quasi-nul. Le modèle décrit dans le paragraphe précédent a donc été modifié afin de modéliser la partie polymère et la pâte thermique (Figure 3-26). La géométrie et le maillage de la partie composite sont identiques au modèle mécanique. Les éléments sont des éléments à 20 nœuds quadratiques en déplacement et linéaire en température (C3D20T).





La loi de comportement mécanique utilisée précédemment prend en compte la dépendance thermique. Celle-ci est donc aussi utilisée dans le modèle thermomécanique pour la partie composite. La loi de comportement du liner est celle décrite au paragraphe 2.3. Les données fournisseurs sont utilisées pour la pâte thermique et sont données dans le Tableau 3-5. Le module d'Young de cette pâte n'est pas connu mais comme le transfert d'effort est quasi-nul, celui-ci est choisi arbitrairement très faible.

Masse volumique p	Conductivité thermique λ	Capacité calorifique Cp
3 g/cm3	3 W/m.K	1000 J/kg.°C

Tableau 3-5 : Données fournisseurs de la pâte thermique

Pour les conditions aux limites, on applique les mêmes conditions en effort et en déplacement que pour le modèle mécanique. D'un point de vue thermique, la température initiale de l'éprouvette est fixée grâce à l'option Predifined Field à 25°C qui est la température initiale relevée lors des essais. Au niveau des mors, on considère que la surface des éprouvettes en contact avec les mors est à la même température que la machine d'essai, soit environ 25°C. La température des faces correspondantes sur le modèle est donc fixée à 25°C. Toutes les autres faces de l'éprouvette, exceptée la face supérieure du PU, sont en contact avec l'air ambiant. Il s'agit donc de convection naturelle. La face supérieure du PU est soumise à de la convection forcée du fait du jet d'air chaud.

Le paragraphe suivant décrit la prise en compte de la convection naturelle dans le calcul. Pour cela, on utilisera les nombres adimensionnels et on notera le nombre de Grashof Gr (Eq. 3-10), le nombre de Prandtl Pr (Eq. 3-11), le nombre de Nusselt Nu (Eq. 3-12) et le nombre de Rayleigh Ra (Eq. 3-13).

$$Gr = \frac{g \beta \Delta T L^3}{v^2}$$

Eq. 3-10

$$Pr = \frac{v}{a}$$

Eq. 3-11

$$Nu = \frac{h D}{\lambda}$$

Eq. 3-12

Eq. 3-13

$$Ra = Gr \times Pr$$

où : - g est l'accélération de la pesanteur

- N est la viscosité cinématique (kg/ms)
- β est le coefficient de dilatation thermique (K⁻¹)
- λ est la conductivité thermique (W/mK)
- L, D sont des dimensions géométriques (m)
- a est la diffusivité thermique (m²/s)
- T est la température (K)
- h est le coefficient de convection (W/m²K)

Les modèles utilisés sont ceux de plaques planes horizontale ou verticale selon la face de l'éprouvette :

Convection naturelle pour une plaque verticale

Pour la convection naturelle d'une plaque plane verticale on calcule le coefficient d'échange

moyen
$$\overline{h_L} = \frac{3}{4} h_L$$
 avec $h_L = \frac{\lambda}{L} \left(\frac{Gr_L}{4}\right)^{\frac{1}{4}} g(\Pr) g(\Pr) = \frac{0.75 \Pr^{\frac{1}{2}}}{\left(0.609 + 1.221 \Pr^{\frac{1}{2}} + 1.238 \Pr\right)^{\frac{1}{4}}}$

La relation ci-dessus dépend de l'écart de température entre l'air ambiant T_{∞} et la température de paroi T_s . De plus les caractéristiques de l'air sont prises à la température de film $T_f = \frac{T_s + T_{\infty}}{2}$. La température de l'air ambiant ne variant pas, on obtient une loi qui dépend uniquement de la température de paroi T_s . Pour prendre en compte ceci, il est possible dans Abaqus de donner des valeurs de $\overline{h_L}$ dépendant de la température de paroi T_s .

Remarque : La loi pour la plaque verticale dépend aussi de la longueur et de la hauteur de la plaque. Il est donc nécessaire de calculer les valeurs de $\overline{h_L}$ pour toutes les plaques verticales composant l'éprouvette. Ceci est réalisé à l'aide d'une feuille de calcul Excel ayant comme paramètres internes les caractéristiques de l'air pour différentes températures et comme variable la taille de la plaque.

Convection naturelle pour une plaque horizontale

Les relations recommandées pour les plaques planes horizontales dépendent de plusieurs paramètres :

- plaque chaude ou froide
- position de l'air par rapport à la plaque

Pour notre étude, il s'agit de plaque chaude dans les deux configurations de position.



Figure 3-27 : Configuration possible pour les études d'échanges thermiques de plaques horizontales

Dans le cas (1) de la Figure 3-27 : $\overline{Nu_L} = 0.54 (Gr_L \operatorname{Pr})^{\frac{1}{4}}$ pour $10^4 < Ra_L < 10^7$ Dans le cas (2) de la Figure 3-27 : $\overline{Nu_L} = 0.27 (Gr_L \operatorname{Pr})^{\frac{1}{4}}$ pour $10^4 < Ra_L < 10^{10}$

Ainsi
$$\overline{h_L} = \frac{\overline{Nu_L}}{\lambda}$$

La longueur caractéristique L est le quotient de l'aire de la surface par son périmètre. De la même manière que précédemment, $\overline{h_L}$ est donné en fonction de la température de paroi.

Convection naturelle pour la partie à 45°

Il existe des relations pour les plaques inclinées mais comme les coefficients d'échange des plaques horizontales et verticales sont relativement proches dans notre cas, le coefficient d'échange de ces parties a été calculé en faisant la moyenne de celui de la plaque horizontale avec celui de la plaque verticale.

Le paragraphe qui suit présente la prise en compte dans le modèle de la convection forcée sur la surface du polyuréthane. Dans ce cas, il s'agit d'un jet chaud normal à une plaque. Ce cas peut être modélisé en calculant le nombre de Nusselt pour un jet à l'ambiante sur une plaque mais en prenant comme température de référence la température adiabatique de paroi. Le nombre de Nusselt dans le cas d'un jet froid sur une plaque plane peut être obtenu expérimentalement [89]. L'évolution du nombre de Nusselt en fonction du rapport r/D est donnée sur la Figure 3-28 pour H/D=4000 (r est la position par rapport au centre du jet, D le diamètre de sortie du jet, H la distance entre la sortie du jet et la plaque et T_{jet} la température de sortie du jet).



Figure 3-28 : Nombre de Nusselt en fonction de r/D pour Re=5000 et H/D=4000

Pour l'appliquer à un jet chaud, on utilise comme température de référence la température adiabatique de paroi. La température adiabatique de paroi T_{ad} est fournie par le Laboratoire d'Etudes Thermiques (ENSMA) pour H/D=5, Tjet=150°C et Re=8000. Le nombre de Reynolds ne correspond pas exactement à celui de l'expérience (Re=5000) mais il a été observé au LET que T_{ad} varie peu avec le nombre de Reynolds. On a donc émis l'hypothèse que la courbe pour Re=8000 (Figure 3-29) est utilisable pour Re=5000.

Dans un premier temps on utilise Tad = cste =380°K. Dans un second temps une USER SUBROUTINE est utilisée pour faire varier la température de référence (T adiabatique de paroi) en fonction de la position et du temps ainsi que le coefficient h en fonction de la position.

Le modèle présenté dans ce chapitre permet d'obtenir une estimation précise des champs de contraintes thermique et mécanique présents dans une éprouvette soumise à un chargement thermomécanique représentatif du remplissage d'un réservoir. La mise en place du modèle thermomécanique a été réalisée à partir de données issues du programme HyBou. Ce modèle permet de simuler un cycle de l'essai de fatigue thermomécanique réalisé au laboratoire.



Figure 3-29 : Température adiabatique de paroi pour Re = 8000, H/D=5 et Tjet =150°C

On peut voir sur la Figure 3-30 toutes les données d'entrée nécessaires pour le calcul thermomécanique. Seuls la conductivité et les coefficients de dilatation thermique n'ont pas été déterminés expérimentalement. On utilise des données issues de la bibliographie pour compléter ces valeurs.



Figure 3-30 : Données d'entrée du modèle

3.5. Résultats d'essais et confrontation numérique

Les essais réalisés sur les éprouvettes représentatives du réservoir (déterminées précédemment) doivent être effectués à différentes températures afin de connaitre le comportement du réservoir pour toute la plage d'utilisation du réservoir. Les essais sont donc réalisés à -40°C, à 25°C et à 85°C pour couvrir toute la plage d'utilisation prévue par le cahier des charges.

3.5.1. Traction

Dans un premier temps, des essais de traction quasi-statique sont réalisés afin de connaitre la contrainte à rupture des éprouvettes représentatives à -40°C, 25°C et 85°C. Le banc d'essai décrit précédemment (machine INSTRON 1251, enceinte thermique et plaquettes de serrage spécifiques) est utilisé pour réaliser ces essais. Les essais sont réalisés sous vitesse de déplacement imposée à 0,5mm/min jusqu'à rupture. Cette donnée va nous permettre de quantifier l'impact de la température sur le comportement macroscopique et la tenue des éprouvettes.



Figure 3-31 : Courbe contrainte déformation du drapage représentatif à différentes températures

Sur la figure 3-31, on peut voir la courbe contrainte – déformation pour chaque température. Cette déformation macroscopique est obtenue comme étant le quotient du déplacement machine par la longueur utile de l'éprouvette. On remarque pour les petites déformations, que les courbes sont similaires (même pente à l'origine). A partir d'un certain seuil compris entre 100 MPa et 150 MPa, on observe une perte de linéarité plus ou moins marquée selon la température. Plus la température est élevée, plus la perte de linéarité est grande. Cette perte de linéarité peut être due à des phénomènes visqueux, plastiques et/ou à de l'endommagement.

A rupture, on observe une différence importante de la contrainte et de la déformation à rupture selon la température de l'essai. Ces données sont récapitulées dans le tableau 3-6.

	-40°C	25°C	85°C
Contrainte à rupture (MPa)	417	335	281
Déformation machine à rupture	0.016	0.013	0.012

Tableau 3-6 : Contraintes et déformations à rupture du drapage représentatif en traction pour différentes températures

On peut voir une augmentation de la contrainte à rupture de 24 % à -40°C et une diminution de la contrainte à rupture de 16 % à 85°C par rapport à celle à 25°C.

Les essais en traction quasi-statique ont donc mis en évidence une influence de la température sur le comportement des éprouvettes représentatives, avec notamment une diminution notable de la contrainte à rupture avec la température. Ces essais de traction ont été simulés avec le modèle présenté au paragraphe 3.4.1. Une comparaison du comportement macroscopique simulé des éprouvettes est réalisée pour les trois températures de cette étude (-40°C, 25°C et 85°C). La déformation macroscopique numérique est déterminée par le quotient de l'allongement entre deux points situés à la sortie des mors par la longueur utile de l'éprouvette On peut voir sur la Figure 3-32 une comparaison des courbes contrainte - déformation numériques avec celles obtenues expérimentalement.



Figure 3-32 : Comparaison des courbes contrainte - déformation obtenues numériquement et expérimentalement pour des températures de -40°C, 25°C et 85°C pour les éprouvettes représentatives.

Cette figure montre une mauvaise concordance des résultats expérimentaux et des résultats numériques : la rigidité numérique est plus élevée que la valeur expérimentale. Cependant, on observe des comportements similaires entre les essais et la modélisation : l'influence à la température semble identique et la non-linéarité semble être plutôt bien captée. La rigidité différente peut être due à la rigidité de la machine. En effet, la déformation macroscopique expérimentale est déterminée à partir du déplacement machine, or ce déplacement prend en compte la rigidité de la machine. Pour s'affranchir de cette déformation, on va recaler les courbes expérimentale et numérique à 25°C et ainsi en déduire le module de la machine (en supposant un comportement linéaire). On obtient alors les courbes contraintes - déformations recalées (Figure 3-33). La déformation machine aurait aussi pu être déterminée à partir d'un essai sur un matériau de module d'Young connu restant dans son domaine d'élasticité.



Figure 3-33 : Comparaison des courbes contrainte - déformation recalées obtenues numériquement et expérimentalement pour des températures de -40°C, 25°C et 85°C pour les éprouvettes représentatives.

Ces courbes présentent une bonne similitude avec les courbes obtenues expérimentalement. On observe l'apparition de la non-linéarité entre 125 et 150 MPa. La dépendance à la température est marquée par la non-linéarité plus importante à haute température qu'à basse température, comme lors des essais.

Ce premier essai confronté au modèle a permis de mettre en évidence une influence marquée de la température sur le comportement des éprouvettes représentatives : la contrainte à rupture de l'éprouvette diminue et la non-linéarité augmente avec la température.

3.5.2. Chargements Répétés Progressifs (CRP)

Des essais avec chargements répétés progressifs (CRP) ont été réalisés pour voir l'évolution du module à chaque charge et décharge. Cela permet de caractériser l'endommagement en fonction de la perte de raideur de l'éprouvette. On mesurera le module initial ainsi que le module sécant de chaque cycle en fonction de la déformation résiduelle. Comme pour les essais de traction, les essais avec chargement répété progressif ont été réalisés sur la machine INSTRON 1251 avec l'enceinte et les plaquettes de serrage développées spécifiquement au laboratoire.

Au cours des essais, les déformations ont été mesurées avec des jauges d'extensométrie collées sur les faces des éprouvettes.

Une acquisition numérique du temps, de la force appliquée, du déplacement de la traverse de la machine, de la déformation de la jauge suivant l'axe « x » de traction et de la déformation de la jauge suivant l'axe transverse « y » a été réalisée au cours des essais.

De plus les essais sont arrêtés à 150, 300 et 400MPa pour réaliser des observations microscopiques de la tranche des éprouvettes préalablement polies.

On peut voir sur la Figure 3-34, la Figure 3-35 et la Figure 3-36, les courbes contraintes – déformations longitudinales. A partir de ces courbes, on peut extraire le module sécant en fonction de la déformation résiduelle.



Figure 3-34 : Courbe contrainte – déformations (jauges) pour un essai CRP à 85°C sur drapage représentatif



Figure 3-35 : Courbe contrainte – déformations (jauges) pour un essai CRP à 25°C sur drapage représentatif



Figure 3-36 : Courbe contrainte – déformations (jauges) pour un essai CRP à -40°C sur drapage représentatif

	-40°C	25°C	85°C
Contrainte à rupture (MPa)	400	320	240
Déformation machine à rupture	1,8 %	1,5 %	1,1 %
Déformation à rupture	0,82 %	0,73 %	0,48 %

Tableau 3-7 : Contraintes à rupture du drapage représentatif soumis à des CRP pour différentes températures

Les valeurs des contraintes à rupture obtenues pour les essais de traction à chargements répétés progressifs sont voisines de celles obtenues en traction pure (Tableau 3-7). On observe aussi que les modules varient très peu en fonction de la déformation résiduelle. Les essais montrent la présence, à 25°C et à -40°C, d'une légère perte de module avec la déformation résiduelle. Ce phénomène est plus marqué à 25°C. A 85°C, la déformation résiduelle et la perte de module ne sont pas significatives. On peut voir, Figure 3-37, l'évolution du module longitudinal de l'éprouvette en fonction de la déformation longitudinale résiduelle pour l'éprouvette à 25°C.



Figure 3-37 : Evolution du module longitudinal en fonction de la déformation résiduelle du drapage représentatif à 25°C sollicité en CRP.

Si l'on observe les micrographies des éprouvettes réalisées lors des essais, on peut voir l'apparition d'endommagements matriciels dans les plis à 90° avant 150 MPa. A 300 MPa, quelle que soit la température d'essai, le nombre de fissures matricielles n'évolue plus. Sur la Figure 3-38, on peut voir un exemple de fissure dans l'éprouvette représentative sollicitée à 85°C, ainsi qu'une fissure en train de se développer. On remarque que ces fissures relient les trous initialement présents dans le composite. Les défauts de fabrication du matériau sont donc des paramètres importants pour la cinétique d'endommagement du composite.



Figure 3-38 : Observations microscopiques d'un pli à 90° sur la tranche d'une éprouvette de drapage représentatif à 85°C après un chargement de 150MPa

Les observations des micrographies et les premiers clichées pris par radiographie X (Figure 3-39) ont montré qu'il n'était pas possible de caractériser l'endommagement par cette dernière technique. En effet, la porosité importante du matériau implique que le produit de contraste pénètre beaucoup dans le matériau même si celui-ci n'est pas endommagé. Il y aura donc de nombreuses « tâches » sur les radiographies X caractéristiques des défauts. De plus, les fissures se propageant entre deux trous, la signature des endommagements sera masquée par celle des défauts (Figure 3-40). Effectivement, on peut voir que dans la situation sans défaut le négatif est vierge avant l'essai. Après l'essai, l'empreinte des fissures apparait sur le négatif car le produit de contraste déposé sur l'éprouvette pénètre dans les fissures et bloque les rayons X marquant ainsi le négatif. On obtient ainsi la signature de la fissure. Dans le cas des éprouvettes avec défauts, le produit de contraste pénètre avant l'essai dans les défauts, marquant ainsi le négatif de l'empreinte des défauts. Après l'essai les fissures se propageant entre les défauts, les signatures des fissures sont masquées par celles des défauts. La caractérisation de l'endommagement par rayons X n'est donc pas concluante pour ces éprouvettes. On a donc suivi l'endommagement par émission acoustique.



Figure 3-39 : Observations par radiographie X d'une éprouvette soumise à un chargement CRP à 25°C à l'état initial (a) et à 150MPa (b)



Figure 3-40 : Radiographie par rayons X : principes et effets des porosités

Un suivi par émission acoustique a été réalisé sur les éprouvettes représentatives sollicitées en CRP. Sur la Figure 3-41, on peut voir l'évolution du nombre d'évènements acoustiques cumulés en fonction du temps pour des températures de -40°C et 25°C. On observe, sur cette figure, à partir du deuxième cycle, soit pour 100MPa, une augmentation significative du nombre d'évènements acoustiques à 25°C. Ce résultat peut être relié aux résultats de traction quasi-statique, où l'on observait une non-linéarité dans la courbe contrainte - déformation à partir d'un seuil d'environ 100 MPa. On remarque aussi que l'effet Felicity est très peu marqué hormis pour le dernier niveau de chargement où l'endommagement est important. On peut aussi noter le nombre d'évènements acoustiques cumulés plus important pour une température de -40°C que pour 25°C. L'écart entre ces deux valeurs tend à se réduire avec l'augmentation de la charge.

La Figure 3-42 montre la répartition en trois classes obtenue en fonction de l'amplitude. Ces trois classes ont été obtenues par la méthode des k-moyennes pour une température de 25°C avec comme paramètres : l'amplitude, l'énergie, le temps de montée, le nombre de coups et la durée. On

observe deux classes prépondérantes : une dont l'amplitude des échos est comprise entre 35 et 52 dB, et une dont l'amplitude des échos est comprise entre 52 et 83 dB. La troisième classe reste minoritaire et présente principalement des échos d'amplitude supérieure à 70 dB. On observe donc un recouvrement des différentes classes. Les échos d'amplitude inférieure à 52 dB correspondent très probablement à des fissures matricielles. Les échos de fortes amplitudes correspondent à des ruptures de fibres. Celles-ci sont très peu nombreuses et plutôt reparties à la fin de l'essai à la rupture de l'éprouvette (Figure 3-43).



Figure 3-41 : Evènements acoustiques cumulés pour un essai CRP sur drapage représentatif à 25°C et à -40°C



Figure 3-42 : Evenements acoustiques répartis selon trois classes par la méthode des k-moyennes pour un essai de CRP à 25°C sur un drapage représentatif



Figure 3-43 : Evolution du nombre d'événements acoustiques dans chaque classe déterminée par la méthode des kmoyennes pour un essai de CRP à 25°C sur un drapage représentatif

3.5.3. Chargements Répétés Progressifs (CRP) avec paliers

Des essais CRP avec paliers ont été réalisés afin d'analyser les variations de déformation dans le temps lors d'un palier en charge. L'influence de la viscosité sur les champs de déformations de l'éprouvette représentative pourra ainsi être analysée.

Ces essais sont aussi réalisés sur une machine INSTRON 1251 avec l'enceinte développée pour des températures de -40°C, 25°C et 85°C.

La Figure 3-44, la Figure 3-45 et la Figure 3-46 présentent l'évolution de la contrainte et de la déformation mesurée à l'aide de jauges d'extensométrie. On peut observer quelle que soit la température une augmentation de la déformation au cours des paliers de maintien en charge, notamment pour les fortes contraintes. Ce phénomène est cependant très faible pour une température de -40°C (Figure 3-44). Les contraintes à rupture (Tableau 3-8) sont du même ordre de grandeur que pour un essai de traction à rupture, excepté à 85°C où la contrainte est plus faible dans le cas de l'essai avec paliers.



Figure 3-44 : Evolution de la contrainte, des déformations longitudinale et transverse en fonction du temps pour un essai CRP avec paliers de maintien de la charge de 5 min sur une éprouvette représentative à -40°C



Figure 3-45 : Evolution de la contrainte, des déformations longitudinale et transverse en fonction du temps pour un essai CRP avec paliers de maintien de la charge de 5 min sur une éprouvette représentative à 25°C



Figure 3-46 : Evolution de la contrainte, des déformations longitudinale et transverse en fonction du temps pour un essai CRP avec paliers de maintien de la charge de 5 min sur une éprouvette représentative à 85°C

	-40°C	25°C	85°C
Contrainte à rupture (MPa)	404	346	255
Déformation machine à rupture	1,3 %	2,5 %	1,1 %
Déformation à rupture	0,97 %	0,83 %	0,59 %

 Tableau 3-8 : Contraintes et déformations à rupture du drapage représentatif lors de chargements répétés progressifs

 avec paliers pour différentes températures

Un suivi par corrélation d'image a été effectué sur la tranche de l'éprouvette représentative testée à 25°C et va permettre d'analyser les niveaux de déformations obtenus par dérivation des champs de déplacements mesurés.

La technique utilisée est la même que celle décrite dans le paragraphe 3.2.2. Pour cette mesure, la taille de la fenêtre de corrélation utilisée est de 50x50 pixels, soit 130x130 µm. Les points de mesure, représentant les centres des fenêtres, sont déterminés à l'aide des nœuds d'un maillage réalisé sous Abaqus CAE. Le maillage utilisé est présenté sur la Figure 3-47. Les nœuds de ce maillage sont espacés de 50 pixels.



Figure 3-47 : Maillage utilisé pour la mesure des déplacements par corrélation d'images numériques au cours d'essai de traction avec chargements répétés progressifs avec paliers sur une éprouvette représentative à 25°C.



Figure 3-48 : Positionnement des images prises pour la corrélation d'images sur la courbe contrainte en fonction du temps

Lors de cet essai, une image de la zone d'étude a été prise régulièrement lors de l'essai (Figure 3-48) :

- une image après la décharge
- trois images réparties dans le temps lors d'un palier

La technique de corrélation d'images permet d'obtenir les champs de déformations ε_{xx} , ε_{zz} et ε_{xz} . Par exemple, on peut voir sur la Figure 3-49, le champ de déformation ε_{xz} et notamment les concentrations de déformations engendrées par l'alternance des plis. Ces cartographies permettent également de visualiser l'apparition de fissures. Les déformations ont été mesurées sur une largeur de 4,6 mm, pour une épaisseur totale d'éprouvette de 6 mm.

Grâce à la technique de corrélation d'images, l'évolution des champs de déformations va être analysée en fonction de la charge et du temps écoulé pendant le palier. Les champs de déformations ε_{xx} , ε_{zz} et ε_{xz} au début (entre a et b (ou b' pour 300 MPa)), au milieu (entre a et c (ou c' pour 300 MPa)) et à la fin du palier (entre a et d (ou d' pour 300 MPa)) à 150MPa et à 300MPa ont été analysés (Figure 3-48). Les résultats obtenus sont présentés sur la Figure 3-50 et sur la Figure 3-51.



Figure 3-49 : Positionnement du maillage de corrélation d'images sur l'éprouvette et position théorique des plis.

Pour le début du palier à 150 MPa, les déformations ε_{xx} sont à peu près homogènes dans la zone étudiée. Cependant, pour le milieu et la fin du palier à 150 MPa et pour le palier à 300 MPa, on peut observer dans les plis à 90° des variations de la déformation (Figure 3-50 et Figure 3-51). Ces variations peuvent être mises en correspondance avec l'apparition des fissures observées par micrographie.



Figure 3-50 : Champs de déformations mesurés par corrélation d'images numériques sur la tranche d'une éprouvette représentative sollicitée jusqu'à 150 MPa par des CRP avec paliers à 25°C

La corrélation d'images permet donc de visualiser l'apparition de fissures dans ces plis. On observe ainsi que ces fissures apparaissent de manière privilégiée dans le pli à 90° central dont l'épaisseur est double par rapport aux autres plis à 90°. Ces cartographies montrent également, au cours du chargement, une augmentation du nombre de fissures se traduisant par l'augmentation du nombre d'oscillations de la déformation dans les plis à 90°. Par exemple, on peut recenser cinq fissures sur la mesure à la fin du palier de 150 MPa contre plus de dix sur les mesures à 300 MPa. Il est alors possible d'estimer la densité de fissures, leur localisation et leurs conséquences sur la

répartition des déformations au sein de ces plis à partir de ces mesures. L'augmentation du nombre de fissures au cours du palier à 150 MPa montre l'importance des paliers de maintien en charge concernant le développement de l'endommagement.



Figure 3-51 : Champs de déformations mesurés par corrélation d'images numériques sur la tranche d'une éprouvette représentative sollicitée jusqu'à 300 MPa par des CRP avec paliers à 25°C

Les cartographies des déformations ε_{zz} montrent un maximum en valeur absolue au niveau des plis à ±16. Ce champ de déformation semble peu impacté par le maintien en charge. On observe aussi une concentration de déformation au niveau des fissures pour un chargement de 300 MPa. Enfin, les cartographies de déformations ε_{xz} montrent une concentration de déformation au niveau des interfaces -16°/16° et de moindre manière au niveau des interfaces ±16/90°. On remarque que le niveau maximal de déformations ε_{xz} atteint est bien plus élevé que celui atteint par les autres déformations (de l'ordre de 2,5% contre 0,4% pour ε_{xx} et -0,75% pour ε_{zz} à 150 MPa).

La corrélation d'images avec ce mouchetis permet donc de mesurer l'évolution des déformations dans les plis du composite mais aussi de suivre l'apparition et le développement de l'endommagement transverse dans les plis à 90°.

Les mesures de déformations effectuées précédemment par dérivation des champs de déplacements mesurés par corrélation d'images numériques sont comparées aux déformations calculées par éléments finis à l'aide du modèle mécanique (paragraphe 3.4.1).



Figure 3-52 : Comparaison des champs de déformations expérimentales et numériques pour un chargement de 150 MPa (début du palier) sur éprouvette représentative.

Les résultats du modèle sont en bonne concordance avec les résultats expérimentaux. En effet, on peut voir sur la Figure 3-52, la comparaison des champs de déformations expérimentales et numériques. Pour la déformation longitudinale ε_{xx} , on retrouve un champ de déformation quasi uniforme. Pour la déformation transverse ε_{zz} , les localisations de déformations observées expérimentalement sont également visibles sur le champ calculé numériquement au niveau des plis à ±16°. Enfin, concernant la déformation de cisaillement ε_{xz} , le modèle numérique représente bien la concentration de déformation à l'interface des plis $-16^{\circ}/+16^{\circ}$ (en rouge et en bleu foncé) et aussi de celle entre les plis à ± 16° et 90° (en jaune ou bleu clair).

Pour comparer plus finement les niveaux de déformations mesurés et calculés, on a tracé les valeurs de déformation sur une ligne traversant la tranche de l'éprouvette (parallèle à Z). La Figure 3-53 présente l'évolution de ε_{zz} et de ε_{xz} le long de cette ligne. Dans les deux cas, on constate un bon accord global sur la forme de l'évolution des déformations sur l'épaisseur de l'éprouvette représentative. Les maximas et minimas se retrouvent bien aux mêmes endroits : au niveau des plis à ±16° pour ε_{zz} et entre les plis à -16° et +16° pour ε_{xz} . Cependant, on constate que pour ε_{xz} , les pics de localisation sont beaucoup plus élevés que ceux mesurés expérimentalement. Cela s'explique par le fait que les mesures de DIC se font sur des fenêtres de corrélation de 130 µm de côté. Les valeurs de déformations mesurées sont donc les « moyennes » des déformations dans ces fenêtres. Ainsi, pour un pic aux gradients très élevés, le sommet du pic sera nécessairement « aplati ».

En ce qui concerne les ε_{zz} , les pics de localisation sont moins abruptes et les mesures par DIC suivent donc de plus près les valeurs calculées par éléments finis. Par contre, on constate que les valeurs mesurées sont parfois nettement plus élevées que celles obtenues par le calcul, probablement du fait de l'apparition de quelques fissures, non prises en compte dans le calcul qui ne localise pas les endommagements, et qui influence davantage comme on l'a vu la déformation ε_{zz} que la déformation ε_{xz} .



Figure 3-53 : Comparaison de l'évolution des déformations expérimentales et numériques pour un chargement de 150 MPa (début du palier) sur éprouvette représentative.

Les essais CRP avec paliers ont permis de confirmer la présence d'endommagement matriciel dans les plis à 90° de l'éprouvette représentative. Ces endommagements commencent à apparaître vers 150 MPa et se développent lors du palier de maintien en charge. La comparaison des champs de déformations numériques et expérimentaux obtenus par DIC a permis de déterminer les concentrations de déformations aux interfaces des plis et leur évolution au cours d'un cycle.
3.5.4. Fatigue mécanique

Afin de connaître la tenue dans le temps des réservoirs, des essais de fatigue mécanique à 1Hz sous un chargement 150 MPa, qui correspond au seuil de non linéarité des essais de traction quasistatique, sont réalisés sous différentes températures. Le cycle de charge appliqué (figure 15) est un cycle triangulaire allant d'une charge nulle à une contrainte égale à 150 Mpa. Il est à noter que ce type de chargement n'est pas du tout représentatif de la phase de remplissage rapide d'un réservoir à hydrogène mais permet d'obtenir des informations sur la tenue au cyclage de ce drapage ainsi que l'influence de la température sur ce phénomène.



Figure 15 : Cycle de fatigue mécanique à 1 Hz

Les essais sont interrompus, si la rupture n'a pas eu lieu précédemment, à 300.000 cycles. A 85°C, l'éprouvette a rompu après 230.000 cycles. Les essais à -40°C et à 25°C ont été arrêtés après 300.000 cycles sans rupture.

La durée de vie des éprouvettes est indiquée dans le tableau 3.

	-40°C	25°C	85°C
Durée de vie	> 300.000 cycles	> 300.000 cycles	230.000 cycles

 Tableau 3 : Comparaison des durées de vie en fatigue mécanique 1Hz pour différentes températures du drapage

 représentatif.

Ces essais de fatigue ont été suivis par émission acoustique afin de suivre l'évolution des évènements acoustiques dans l'éprouvette qui peuvent traduire de la cinétique d'endommagement. La Figure 3-54 montre le nombre d'évènements acoustiques captés en fonction du nombre de cycles. Ce nombre d'évènements acoustiques cumulés est fortement dépendant de la température de l'essai de fatigue. On observe, pour des températures de 25°C et 85°C, une évolution similaire de ce nombre d'évènements cumulés. Dans un premier temps, il apparaît une période pendant laquelle le nombre d'évènements acoustiques reste faible. La durée de cette période varie fortement en

fonction de la température : environ 5.000 cycles à 85°C et environ 20.000 cycles à 25°C. Le nombre d'évènements acoustiques cumulés croît ensuite très fortement avec le nombre de cycles, l'augmentation à 85°C étant plus rapide qu'à 25°C. Ce nombre d'évènements acoustiques traduisant l'endommagement au sein de l'éprouvette, on peut imaginer une apparition des endommagements plus précoces et un développement de ces endommagements plus rapide à 85°C qu'à 25°C. L'enregistrement des échos d'émission acoustique a été interrompu lors de cet essai à 85°C en raison d'un problème informatique. A -40°C, l'évolution du nombre d'évènements acoustiques cumulés est totalement différente : le nombre d'évènements captés augmente très rapidement dès le premier cycle. Ensuite, le nombre d'évènements tend à se se stabiliser. Le nombre total d'évènements acoustiques devient alors, à partir d'un certain nombre de cycles, plus faible que pour les essais à 25°C et 85°C. Différentes hypothèses peuvent être formulées pour expliquer ce phénomène. La température négative dans l'éprouvette peut fragiliser la matrice et ainsi provoquer un endommagement brusque des plis à 90°. De plus, à cette température, l'humidité dans l'enceinte peut engendrer des cristaux de glace qui lors de l'essai pourraient engendrer des signaux acoustiques.



Figure 3-54 : Nombre d'évènements acoustiques cumulés en fonction du nombre de cycles pour un essai de fatigue 1Hz sur drapage représentatif à différentes températures

Pour les éprouvettes testées à -40°C et à 25°C, qui n'ont pas rompu après 300.000 cycles de fatigue, des observations microscopiques ont été effectuées sur la tranche des éprouvettes (Figure 3-55) afin d'observer leur état d'endommagement. Bien que les éprouvettes n'aient pas rompu après

300.000 cycles, on observe un grand nombre de fissures matricielles dans les plis à 90°. De plus, on peut voir que pour un même nombre de cycles, on observe une densité de fissures similaire (environ 1 fissure / 750 μ m) à 25°C et à -40°C.



1

9

1

Figure 3-55 : Micrographie après 300.000 cycles de fatigue 1Hz sur drapage représentatif (a) -40°C (b) 25°C

Un essai de traction à rupture a été réalisé sur chacune de ces éprouvettes afin d'évaluer leur tenue résiduelle après 300.000 cycles de fatigue. Ces essais ont été réalisés à la température de l'essai de fatigue, avec une vitesse de déplacement de traverse imposée à 0,5mm/min. On peut voir sur la figure 17 les courbes contrainte – déformation machine correspondantes.



Figure 17 : Courbes contrainte –déformation pour les essais de tenue résiduelle après 300.000 cycles de fatigue 1Hz à 25°C et -40°C sur drapage représentatif

On peut voir, dans le Tableau 3-9, un récapitulatif des contraintes et des déformations machine à rupture pour les éprouvettes vierges et pour les éprouvettes ayant préalablement subi 300.000 cycles de fatigue mécanique 1 Hz. La déformation à rupture de l'éprouvette fatiguée à 25°C n'est pas représentative du fait d'un glissement dans les mors de la machine. Mis à part ce problème, on observe une très bonne similitude des contraintes et des déformations à rupture entre les éprouvettes vierges et les éprouvettes fatiguées.

		-40°C	25°C	85°C
Contrainte à rupture (MPa)	Vierge	417	335	281
	Fatiguée	422	340	х
Déformation machine à	Vierge	0,015	0,013	0,011
rupture	Fatiguée	0,015	Х	Х

Tableau 3-9 : Contraintes et déformations machine à rupture pour les drapages représentatifs vierges et ayant subi préalablement 300.000 cycles de fatigue 1Hz pour différentes températures.

Ces essais montrent que le drapage représentatif du réservoir résiste bien à un chargement de fatigue mécanique 1Hz pour les températures de -40°C et 25°C, ceux-ci n'ayant pas rompu après 300.000 cycles et ayant une contrainte à rupture résiduelle équivalente à celle d'une éprouvette vierge. A 85°C, l'éprouvette ne tient que 230.000 cycles. On voit ainsi l'importance de la température dans la tenue de ce drapage. Il est donc important de connaitre son comportement sous un chargement thermomécanique similaire à celui vu par le réservoir et de déterminer l'influence des températures atteintes dans le composite.

3.5.5. Essai de fatigue thermomécanique

L'essai de fatigue thermomécanique permet de se rapprocher des conditions réelles de remplissage en reproduisant de façon cyclique une augmentation simultanée des contraintes et de la température dans le multicouche. Le banc de fatigue thermomécanique développé au laboratoire a été validé en effectuant des tests de cyclage thermique et thermomécanique sur des multicouches polymère / composite par Maxime Bertin dans le cadre du programme HyBou [28].

Pour cet essai, l'éprouvette utilisée est celle composée de l'assemblage composite / polymère développée au paragraphe 3.2.3 dans le but de rester le plus proche possible des conditions du réservoir. Comme décrit dans ce paragraphe, l'interface entre les deux parties est constituée de pâte thermique afin d'assurer un bon contact thermique tout en évitant les couplages mécaniques qui pourraient induire des phénomènes de flexion. Les éprouvettes sont donc composées d'une partie

composite bobiné (fibres longues de carbone / matrice époxy) et d'une partie liner polymère (en polyuréthane) comme les multicouches utilisés pour la réalisation des réservoirs.

Pour la partie mécanique, on utilise toujours la machine INSTRON 1251, avec une cellule de force de 100kN et les mors spécifiques développés au laboratoire pour reprendre la courbure des éprouvettes.

Pour la partie thermique du banc d'essai, un flux d'air régulé en température est projeté sur la partie polymère (liner) de l'échantillon. Un thermocouple de régulation (de type K) positionné très proche de l'échantillon est utilisé afin de contrôler la température de l'air.

Les deux parties (mécanique et thermique) du banc d'essai sont asservies afin d'assurer leur synchronisation. La partie thermique du banc est déclenchée par la partie mécanique à partir d'un niveau seuil de contrainte appliqué sur l'échantillon. La contrainte maximale appliquée est la même que celle en fatigue mécanique 1Hz, soit 150 MPa. Des essais préalables ont été réalisés afin de calibrer le banc thermique et obtenir une température de paroi au niveau du liner de 85°C. Ces essais ont été réalisés en appliquant le cycle thermomécanique (Figure 3-18) et en faisant varier la température maximale du jet. La température de la paroi du liner est relevée à l'aide d'une caméra infrarouge. Un thermocouple de type K de 0.2mm a été placé au niveau de la zone de mesure de la caméra infrarouge pour vérifier les mesures. Un écart inférieur à 1°C est relevé entre le thermocouple et la caméra infrarouge. Une température de paroi de 85°C correspondant à une température maximale en sortie de jet de 100°C.

Des images de la tranche de l'éprouvette ont été prises au cours de l'essai à l'aide d'une caméra haute résolution afin d'observer la présence ou non de fissures dans le composite. Ces images montrent l'apparition de fissures transverses dès le premier cycle (Figure 3-56), ce qui est en accord avec les résultats obtenus lors des CRP (paragraphe 3.5.2).



Figure 3-56 : Photographie de la tranche d'une éprouvette technologique représentative après le premier cycle du chargement thermomécanique

Cet essai a été instrumenté par émission acoustique afin de suivre l'évolution de l'endommagement. Le nombre d'évènements acoustiques croît rapidement lors du premier cycle et augmente relativement peu lors des cycles suivants (Figure 3-57), ce qui s'explique par l'apparition de fissures dès le premier cycle de fatigue thermomécanique.



Figure 3-57 : Nombres d'évènements acoustiques cumulés lors des premiers cycles de fatigue thermomécanique sur drapage représentatif.

On peut observer sur la Figure 3-58 l'évolution du nombre d'évènements acoustiques cumulés mesuré au cours de l'essai. Cette figure montre une augmentation progressive du nombre d'évènements acoustiques cumulés lors de l'essai. De plus, on remarque une augmentation rapide du nombre d'évènements aux alentours de 4.000 cycles qui pourrait correspondre à une accélération de la cinétique d'endommagement.



Figure 3-58 : Nombre d'évènements acoustiques cumulés en fonction du nombre de cycles lors d'un essai de fatigue thermomécanique sur une éprouvette représentative

Après 5.000 cycles de fatigue thermomécanique, soit plus d'un mois d'essai, celui-ci a été interrompu pour tester la tenue résiduelle de l'éprouvette. Un essai de traction jusqu'à rupture a donc été réalisé à température ambiante sur l'éprouvette représentative fatiguée. La Figure 3-59 montre la comparaison entre les courbes contrainte – déformation machine obtenues à 25°C sur une éprouvette représentative vierge et sur l'éprouvette représentative fatiguée thermomécaniquement jusqu'à 5.000 cycles.



Figure 3-59 : Comparaison des courbes contrainte – déformation d'une éprouvette représentative vierge et d'une éprouvette fatiguée thermomécaniquement 5.000 cycles

On constate sur la Figure 3-59 que la contrainte à rupture est similaire pour les deux éprouvettes, ce qui montre que ces 5.000 cycles de fatigue thermomécanique n'ont pas endommagé de manière conséquente l'éprouvette.

Toutefois, la comparaison du nombre d'évènements acoustiques cumulés entre un essai de fatigue mécanique et un essai de fatigue thermomécanique montre le caractère plus sévère d'un chargement thermomécanique. En effet, le nombre d'évènements acoustiques croît beaucoup plus rapidement lors de ce type d'essais (Figure 3-60). On comptabilise plus de 50.000 évènements après 5.000 cycles en fatigue thermomécanique contre moins de 50.000 évènements après 20.000 cycles de fatigue mécanique 1Hz à 85°C. Ce phénomène peut s'expliquer par deux facteurs :

- Le palier de maintien en charge peut favoriser le développement des endommagements
- Le cyclage thermique avec gradient de température est aussi un facteur d'apparition d'endommagements matriciels



Figure 3-60 : Comparaison du nombre d'évènements acoustiques détéctés lors d'essais de fatigue mécanique isotherme à trois température (-40°C, 25°C et 85°C) et thermomécanique sur éprouvette représentative

Le chargement subi par le réservoir est un chargement très sollicitant et doit absolument être pris en compte dans le dimensionnement de celui-ci. C'est pourquoi pour mieux comprendre ce chargement, la simulation numérique d'un cycle a été réalisée.

Le cycle thermomécanique appliqué lors des essais a été simulé par un modèle éléments finis sur l'éprouvette multicouche polymère / composite dans le but de mieux comprendre les phénomènes apparaissant dans l'éprouvette représentative soumise à ce chargement.

Afin de valider les données thermiques et notamment les conditions aux limites (coefficient d'échange thermique avec l'air), une comparaison a été effectuée entre la température des faces de l'éprouvette calculée à l'aide d'Abaqus et celle mesurée expérimentalement à l'aide d'une caméra infrarouge. Cette validation a été effectuée sur une éprouvette issue du programme Hybou [28] dont les dimensions géométriques sont quelque peu différentes : la partie composite n'est pas courbe et l'épaisseur du polyuréthane est de 8 mm au lieu de 4 mm. Pour obtenir une température similaire dans le composite, cette éprouvette a été soumise à un jet dont la température de sortie est supérieure (150°C). Cette éprouvette a été modélisée thermiquement de la même manière que celle décrite dans le paragraphe 3.4.2. L'utilisation de cette éprouvette présente différents avantages : les faces planes de cette éprouvette facilitent l'utilisation de la caméra infrarouge et la confrontation des résultats avec la modélisation. De plus, sa plus grande épaisseur et la température imposée plus élevée permettent une meilleure précision et une meilleure résolution spatiale (on dispose d'un plus grand nombre de points de mesure dans l'épaisseur de l'éprouvette).

La température de l'éprouvette a été mesurée par caméra infrarouge sur la face arrière, sur le côté et sur la face avant de l'éprouvette. Pour la mesure de la température sur la face avant, la caméra infrarouge n'a pas pu être placée perpendiculairement à l'éprouvette à cause de la présence du système de projection de l'air chaud. Pour cette mesure, la caméra infrarouge a été placée à environ 45° de la surface du polyuréthane. Une correction des coordonnées obtenues expérimentalement est donc effectuée afin de prendre en compte l'effet de perspective induit par l'orientation de la caméra (Figure 3-61). La température mesurée par la caméra infrarouge dans cette configuration a été vérifiée par la présence d'un thermocouple dont on peut distinguer la présence sur cette figure.



Figure 3-61 : Champ thermique mesuré par caméra infrarouge sur la surface du polymère et traitement des résultats

Pour cela, on utilise les fonctions d'interpolation semblables à celles utilisées dans les éléments finis. Ainsi, les coordonnées corrigées d'un point x et y peuvent être obtenues par les équations Eq. 3-14 et Eq. 3-15 :

où x_1 , x_2 , x_3 , x_4 , y_1 , y_2 , y_3 et y_4 sont les abscisses et ordonnées des sommets de la surface observée (surface du polyuréthane). On peut alors se ramener à un carré dont les sommets sont (-1 ;-1), (-1 ;1), (1 ;1) et (1 ;-1). On peut alors facilement revenir à la surface d'origine (un rectangle de 80x20) en dilatant les axes. On retrouve ainsi la position de chaque point sur la surface en prenant en compte l'éffet de perspective vu par la caméra à 45°.

Le modèle thermomécanique nous donnant le champ de température au sein de l'éprouvette en fonction du temps, il est possible de comparer la température obtenue et celle mesurée à l'aide de la caméra infrarouge dans le but de valider les conditions aux limites thermiques (coefficient d'échange) ajoutées au modèle.

Il est alors possible de comparer la température mesurée lors de l'essai à la température calculée par le modèle. Le champ de température en surface du polyuréthane présente un fort gradient spatial (Figure 3-62). Pour cette raison, nous allons comparer l'évolution temporelle de la température en différents points. Pour plus de précision, l'évolution de la température en fonction du temps est tracée en différents points de la surface du polyuréthane. Quel que soit le point tracé, on observe une bonne concordance entre la température calculée avec Abaqus et la température mesurée par thermographie infrarouge. L'écart maximal observé est inférieur à 3°C, le modèle permet donc de reproduire correctement la température sur la surface du polyuréthane.



Figure 3-62 - Champ thermique après 120 s du cycle thermomécanique appliqué et évolution de la température en différents points de la surface du PU

De la même manière, l'évolution temporelle de la température du point central au dos de l'éprouvette a été comparée expérimentalement et numériquement (Figure 3-63) et présente une bonne concordance.



Figure 3-63 : Evolution de la température au point central du dos de l'éprouvette

La Figure 3-64 présente une comparaison des champs de température obtenus numériquement et expérimentalement sur le côté de l'éprouvette, ainsi que la comparaison de l'évolution de la température en fonction de la position sur la tranche de l'éprouvette à un instant donné du cycle. Ces résultats montrent aussi une bonne concordance, même si les écarts observés sont plus importants. On remarque par exemple que le gradient de température dans l'épaisseur de la partie composite est légèrement sous-estimé. Les champs de température présentent aussi une bonne concordance spatialement, comme on peut le voir sur la Figure 3-64 où les champs de température ont été représentés en prenant une échelle de température similaire.



Figure 3-64 : Évolution de la température en fonction de la position sur la partie centrale de la tranche de l'éprouvette à un instant donné du cycle (t=120s) et comparaison des champs de température obtenus numériquement (à gauche) et expérimentalement (à droite)

Les résultats sur cette éprouvette montrent la capacité du modèle à reproduire le champ thermique de l'essai de fatigue thermomécanique. Le modèle est alors utilisé pour prédire la température de l'éprouvette représentative ainsi que les champs mécaniques lorsqu'elle est soumise à un cycle de fatigue thermomécanique représentatif du remplissage d'un réservoir (cycle décrit Figure 3-18).

Ce modèle numérique permet, en moins de 2 heures sur 8 CPUs, de simuler un cycle complet de remplissage, avec application simultanée des sollicitations mécaniques et thermiques, et en utilisant la loi de comportement élasto-plasto-endommageable thermodépendante définie précédemment.

Avec ce calcul, on obtient les valeurs des contraintes, des déformations et des températures induites par le chargement dans tout le volume de l'éprouvette représentative : dans chaque pli du composite bobiné carbone / époxy et dans le liner polyuréthane. Ainsi, il est possible de cartographier l'ensemble des grandeurs décrivant le comportement du multicouche lors d'un cycle de remplissage. Par exemple, on s'est intéressé plus particulièrement aux résultats obtenus à cœur de l'éprouvette représentative, sur une section verticale (Figure 3-65).



Figure 3-65 : Coupe verticale de l'éprouvette pour visualiser les résultats au cœur de l'éprouvette représentative.

La Figure 3-66 présente les cartographies numériques concernant les contraintes σ_{11} , σ_{22} et σ_{12} au niveau de la coupe définie sur la Figure 3-65 (1 est la direction des fibres et 2 la direction perpendiculaire aux fibres dans le pli).



Figure 3-66 : Cartographies numériques des contraintes σ_{11} , σ_{22} et σ_{12} au niveau de la coupe verticale au centre de l'éprouvette

Sur cette figure, dans les plis à 90°, les fibres sont légèrement en compression (-25 MPa < σ_{11} < 0 MPa pendant tout le cycle). La contrainte dans la direction des fibres dans les plis à 90° n'est donc pas significative. Par contre, on observe une contrainte dans la direction des fibres dans les plis à ±16° de l'ordre de 410 MPa lors du palier (409 MPa en début contre 411 MPa en fin de palier). La valeur pendant la montée en charge (pour 97,5 MPa) de cette contrainte est de 239 MPa. Bien que le comportement dans la direction des fibres soit élastique et indépendant de la température, il n'y a pas proportionnalité entre la contrainte dans la direction des fibres et la charge appliquée.

On observe aussi que la contrainte transverse σ_{22} est très supérieure dans les plis à 90° comparée à celle dans les plis à ±16° pendant la montée en charge (97,5 MPa). Elle est d'environ 16 MPa, soit approximativement la valeur de la contrainte à rupture dans cette direction, dans les plis à 90° alors qu'elle n'est que de 4 MPa dans les plis à ±16°. Pendant le palier, la tendance s'inverse : la contrainte est quasi-nulle dans les plis à 90° et est comprise entre 7 et 9 MPa dans les plis à ±16°. Ce phénomène s'explique par la présence d'endommagement matriciel important dans les plis à 90° pour un chargement de 150 MPa.

Enfin, la contrainte de cisaillement est nulle dans les plis à 90° et est en valeur absolue au maximum de 9 MPa dans les plis à $\pm 16^{\circ}$. Ainsi, dans le réservoir, la fissuration matricielle est un

phénomène important à prendre en compte. Par contre le comportement en cisaillement aura peu d'influence du fait de la faiblesse des contraintes σ_{12} .

Pour analyser plus finement les phénomènes induits par un cycle de remplissage au cœur de l'éprouvette représentative, on s'est plus particulièrement intéressé à la variable d'endommagement matriciel. En effet, les résultats expérimentaux nous ont montré l'importance du développement de ce type de fissures dans le composite. Dans la loi de comportement qui avait été déterminée au chapitre 2, la variable d'endommagement matriciel était définie linéairement en fonction de la déformation transverse par l'équation :

$$d_{m} = \begin{cases} 0 \ si \ \varepsilon_{22} < \varepsilon_{22}^{rupt} \\ a. \ \varepsilon_{22} + b \ si \ \varepsilon_{22}^{rupt} < \varepsilon_{22} < \varepsilon_{rompue} \\ 1 \ si \ \varepsilon_{22} > \varepsilon_{rompue} \end{cases}$$

Eq. 3-16

où ε_{22}^{rupt} est la déformation transverse à partir de laquelle l'endommagement commence à apparaitre et ε_{rompue} est la déformation transverse pour laquelle le pli est complètement rompu (module transverse E₂₂=0). a et b sont déterminés de manière à assurer la continuité de la variable et dépendent donc de ε_{22}^{rupt} et ε_{rompue} . Cette variable nous permet donc de suivre l'apparition puis la cinétique de développement des endommagements matriciels.

La Figure 3-67 présente la cartographie de cette variable d'endommagement matriciel au cœur de l'éprouvette sur une section verticale et les champs de température correspondants, à différents instants au cours du cycle de remplissage :

- pour un chargement de 97,5 MPa, pendant la montée en pression (après 78 s de cycle),
- pour un chargement de 112,5 MPa (après 90 s de cycle)
- pour 150 MPa au début du palier de maintien en charge,
- et à la fin du cycle.

On observe, pour le chargement de 97,5 MPa, que l'éprouvette n'est pas endommagée (Figure 3-67-(a)). A partir de 112,5MPa, on observe l'apparition des premiers endommagements matriciels dans les plis à 90° dans la partie centrale de l'éprouvette et uniquement dans les plis les plus proches du liner (Figure 3-67-(b)). Puis, alors que le gradient de température se propage dans l'épaisseur de l'éprouvette, on constate aux instants suivants (Figure 3-67-(c) et Figure 3-67-(d)), que la variable d'endommagement augmente jusqu'à saturer dans les plis à 90°. On observe l'apparition des premiers endommagements dans les plis à 90° dans la partie centrale de l'éprouvette et uniquement dans les plis à 90°.



chargement jusqu'à saturer dans tous les plis à 90°, celle-ci n'augmentera donc pas lors du maintien en charge.



Afin de mettre en évidence le rôle du gradient de température sur le comportement du composite lors du remplissage, nous avons comparé l'évolution de cette variable d'endommagement dans le pli le plus sollicité, à savoir le pli à 90° juste en dessous du liner polyuréthane avec celle du même pli pour un chargement mécanique sous isothermes à 25°C ou à 85°C. On observe une évolution plus rapide de cette variable lors d'un chargement thermomécanique que pour un chargement mécanique à 25°C (Figure 3-68). L'évolution de la variable d'endommagement est similaire à celle obtenue lors d'un chargement isotherme à 85°C, bien que la température reste ici bien inférieure. Pour une contrainte appliquée de 125 MPa, la variable d'endommagement est de 0,33 pour le chargement thermomécanique et celui à 85°C alors qu'elle n'est que de 0,006 pour un chargement isotherme à 25°C

Le chargement thermomécanique est donc bien plus pénalisant que le chargement mécanique isotherme, cela est dû au rôle du gradient thermique qui se propage dans l'épaisseur du composite



Figure 3-68 : Evolution de la variable d'endommagement d_m dans le pli à 90° proche du liner de l'éprouvette représentative pour des chargements mécaniques à 25°C et 85°C et pour un chargement thermomécanique

3.6. Bilan

Dans ce chapitre, une éprouvette technologique a été élaborée pour conduire à des niveaux de contraintes maximales similaires à ceux obtenus par calcul analytique dans la partie centrale d'un réservoir conçu avec un drapage composé de couches dont les orientations sont couramment retrouvées dans les réservoirs actuels. Le drapage représentatif déterminé est composé de plis d'angles à ±16° et d'angle à 90°. La séquence a été optimisée à l'aide d'un outil numérique simple, préalablement validée sur un drapage ±25°/±65, afin de limiter les effets délaminants.

Des essais ont été conduits sur cette éprouvette afin de mettre en évidence différents phénomènes. Une comparaison en parallèle avec un modèle numérique intégrant la loi de comportement développée au chapitre 2 est réalisée afin de valider celle-ci et de mieux appréhender les résultats expérimentaux.

Les essais de traction à rupture ont permis de montrer l'influence de la température sur le comportement des éprouvettes. Celle-ci influence fortement la perte de rigidité de l'éprouvette ainsi que la contrainte à rupture. Le modèle reproduit bien l'influence de la température sur le comportement macroscopique de l'éprouvette.

Les essais CRP ont permis de quantifier cette perte de rigidité qui a été mise en comparaison avec le modèle numérique. L'endommagement a pu être quantifié par émission acoustique et par micrographie : des fissures transverses apparaissent dans les plis à 90° avant une charge de 150 Mpa équivalente à une pression de 700 bars. Ce phénomène se retrouve dans le modèle. L'apparition de ces fissures doit correspondre dans le réservoir à l'apparition de fissures matricielles dans les couches où l'orientation est plutôt longitudinale.

Les essais CRP avec paliers permettent de mettre en évidence l'influence du temps de maintien sur le comportement des éprouvettes. Il a été montré un impact de celui-ci sur le champ de déformation locale et que ce temps de maintien entraine, en plus d'une déformation visqueuse, un développement des endommagements. Le modèle ne prenant pas en compte la viscosité, ces phénomènes ne sont pas décrits dans la simulation numérique, c'est une amélioration à réaliser.

La tenue en fatigue des éprouvettes a été testée par des essais à 1Hz à températures constantes. L'influence de la température a ainsi pu être mise en évidence : à 85°C, l'éprouvette n'a pas tenu les 300.000 cycles réalisés aux autres températures. Le suivi de l'endommagement par émission acoustique nous permet de voir un nombre d'évènements acoustiques qui augmente beaucoup plus tôt et beaucoup plus rapidement qu'à température ambiante.

Enfin, un essai de fatigue thermomécanique représentatif d'un remplissage de réservoir suivi par émission acoustique permet de montrer le caractère plus endommageant de ce type de chargement. Une validation thermique du modèle a aussi été réalisée pour ce type de chargement avant de pouvoir analyser le champ de contrainte. Les résultats montrent un endommagement plus rapide dans le composite lorsqu'il est soumis à un chargement thermomécanique que lors d'un chargement mécanique isotherme. Cela met donc en évidence le rôle important du gradient de température dans le multi-matériau constitutif du réservoir sur sa réponse mécanique lors d'un cycle de remplissage.

CHAPITRE 4

MODELISATION D'UN RESERVOIR

Le dernier chapitre de cette étude traite de la modélisation des réservoirs de type IV et de l'influence couplée de la température et de l'endommagement matriciel sur le comportement de ces structures. Cette influence est évaluée lors de la simulation de remplissage isotherme aux trois températures étudiées dans ce travail, à savoir -40°C, 25°C et 85°C et lors de la simulation d'un remplissage dans des conditions « réelles », à savoir avec une augmentation de température au sein du réservoir simultanée à l'augmentation de pression. Ce dernier cas de chargement nécessite une connaissance avancée du champ de température au sein du réservoir. Ces simulations sont réalisées en essayant de modéliser au mieux la géométrie complexe du réservoir avec notamment la variation d'angle au niveau des embases.

Ces simulations numériques sont réalisées grâce à une méthode d'homogénéisation qui permet d'obtenir la matrice de rigidité d'une couche d'orientation $\pm \theta$ à partir des propriétés élémentaires du pli.

Dans un premier temps, des calculs comparatifs sont réalisés lors d'un chargement isotherme (-40°C, 25°C et 85°C) avec une loi de comportement élastique non-endommageable thermodépendante pour mettre en avant l'influence de la température.

Dans un second temps, les mêmes calculs sont réalisés avec une loi de comportement prenant en compte l'endommagement matriciel et la thermo-dépendance des propriétés matériaux et seront comparés aux calculs précédents afin de mettre en avant l'influence de l'endommagement matriciel sur le comportement du réservoir.

Enfin, une simulation d'un remplissage à 700 bars est réalisée en prenant en compte l'augmentation simultanée de la température à l'intérieur du réservoir et de la pression. On verra ainsi, l'effet du gradient de température sur le comportement du réservoir lors de son remplissage à sa pression de service.

4.1. Géométrie et modélisation du réservoir

Le réservoir modélisé lors de cette étude est un réservoir de type IV, constitué d'embases métalliques assurant la connexion du réservoir, d'un liner polyuréthane permettant l'étanchéité du

réservoir et d'une coque composite ayant pour rôle d'assurer la tenue de la structure. La géométrie de ce réservoir, ainsi que sa modélisation par éléments finis sont présentées dans les paragraphes cidessous.

4.1.1. Description géométrique d'un réservoir

Le réservoir étudié dans cette partie est un réservoir CEA de type IV d'environ 2 litres. Ses embases sont en acier inoxydable 316L et sont de forme elliptique (Figure 4-1). Un composite carbone/époxy est bobiné autour d'un liner polymère (polyuréthane) réalisé par roto-moulage en voie réactive. Les embases sont présentes dans le moule lors du roto-moulage du polyuréthane permettant ainsi la liaison entre ces deux éléments. On peut voir le plan du liner et des embases sur la Figure 4-1.



Figure 4-1 : Plan du liner et des embases [68].

La coque composite est réalisée par enroulement filamentaire autour de la structure « embase – liner » décrite précédemment. Dans la partie cylindrique du réservoir, le drapage de la coque composite est composé de plusieurs couches de différentes orientations et de différentes épaisseurs (Tableau 4-1)

Couche	Epaisseur (mm)	Orientation (°)
1 (sur le liner)	0,56	α ₁
2	0,56	α ₁
3	0,56	α ₁
4	0,56	α ₁
5	0,23	90
6	0,56	α2
7	0,56	α2
8	0,56	α2
9	0,23	90
10	0,55	α ₃
11	0,55	α ₃
12	0,55	α ₃
13	0,23	90
14	0,54	α4
15	0,53	α ₅
16	0,53	α ₅
17	0,53	α ₅
18	0,23	90
19	0,52	α ₆
20	0,52	α ₆
21	0,52	α ₆
22	0,23	90
23	0,23	90
24	0,23	90
25 (pli extérieur)	0,23	90

Tableau 4-1 : Séquence d'empilement de la partie composite du réservoir dans la partie cylindrique [68].

Au niveau des dômes, la technique de fabrication impose à la mèche de carbone de repartir dans l'autre sens. De ce fait, l'angle des fibres doit être de 90° aux extrémités des plis. L'angle des fibres dans un pli varie donc de la valeur dans la partie cylindrique jusqu'à 90°. Cette variation d'angle entraine une augmentation de l'épaisseur dans les dômes, rendant la géométrie de la structure complexe : l'épaisseur et l'angle des fibres ne sont pas constants dans une couche.

Le paragraphe suivant décrit la modélisation de cette structure par éléments finis.

4.1.2. Moyens numériques mis en œuvre

Dans le but de modéliser le plus précisément possible le réservoir, un modèle axisymétrique a été mis en œuvre, prenant en compte les variations d'angle et d'épaisseur décrites dans le paragraphe précédent.

La première étape consiste en la modélisation de la géométrie. Les plans des embases et du liner permettent dans un premier temps, de réaliser une pièce dans ABAQUS représentant ces deux géométries. La modélisation en une seule pièce entraine la liaison parfaite entre le liner et les embases d'un point de vue cinématique et une taille de maille similaire d'un point de vue maillage. La pièce représentant le liner équipé est partitionnée en trois parties afin de représenter les deux embases et le liner.

Une deuxième pièce est ensuite réalisée pour modéliser le composite bobiné. Cette pièce est réalisée à l'aide du drapage du réservoir dans la partie cylindrique. A l'aide de l'épaisseur de chaque couche, il est possible de réaliser les contours sur le cylindre de cette pièce. Au niveau des dômes, la variation d'angle des fibres entraîne une variation de l'épaisseur des plis. La variation d'angle suit un schéma d'enroulement hélicoïdal. Ces variations d'angle et d'épaisseur sont déterminées par les relations suivantes à l'aide du module ABAQUS Wound Composite Modeler :

$$\theta(r) = \sin^{-1}\left(\frac{R_0}{r}\right) \pm \delta\left(\frac{r - R_0}{R_{tl} - R_0}\right)^n$$

Eq. 4-1

$$e(r) = \frac{e_{tl} \cdot \cos(\theta_{tl})}{\cos(\theta_{r})} \cdot \frac{R_{tl}}{r + 2.BW \cdot \left(\frac{R_{tl} - r}{R_{tl} - R_{0}}\right)^{4}}$$

Eq. 4-2

Où R_0 est le rayon à la fin de la couche, $R_{tl} e_{tl}$ et θ_{tl} sont respectivement le rayon interne de la couche, l'épaisseur de la couche et l'angle des fibres au niveau de la partie cylindrique. BW est la largeur de bande. δ est la différence en degrés entre l'angle des fibres dans la partie cylindrique, θ_r et l'angle de bobinage calculé par le premier terme de l'équation Eq. 4-1.

Les deux pièces sont assemblées à l'aide de la fonction « tie » permettant une continuité des déplacements à l'interface des deux pièces (liaison liner – composite parfaite). Cette option permet de réaliser un maillage différent des deux pièces. La géométrie obtenue est présentée sur la Figure 4-2.



Figure 4-2 : Géométrie du modèle réalisé avec représentation de l'angle superposée à une radiographie du réservoir

Sur cette figure, on peut voir la comparaison de la géométrie du modèle éléments finis avec une radiographie du réservoir mettant en avant la bonne concordance entre les deux. Les différents paramètres permettant de faire varier l'épaisseur et la longueur des couches, tels que R_0 et BW, ont été déterminés à l'aide de comparaison entre le modèle obtenu et cette radiographie pour faire correspondre au mieux les deux géométries. On peut aussi voir, sur cette figure, l'angle des fibres en fonction de la position dans le réservoir. Pour modéliser cette dispersion de l'angle des fibres, chaque élément se voit assigné à un set contenant tous les éléments dont l'angle est identique (discrétisation tous les demi degrés). L'angle de l'élément est calculé à partir des coordonnées de son centre et de l'équation Eq. 4-1. A chacun des éléments est associé un repère où 2 est la direction perpendiculaire au plan axisymétrique, 1 la direction à la fois dans le plan axisymétrique et tangente à la couche et 3 la direction dans le plan axisymétrique et perpendiculaire à la couche (Figure 4-3).



Figure 4-3 : Repères locaux dans un modèle axisymétrique.

On peut alors assigner à chaque set d'éléments les propriétés mécaniques d'un drapage $[\pm \theta]_s$, θ étant l'angle des fibres pour ce set d'éléments. Pour ce faire, les propriétés matériaux d'un drapage $[\pm \theta]_s$ sont calculées, à partir des propriétés mécaniques locales d'un pli d'orientation θ et des propriétés mécaniques locales d'un pli d'orientation $-\theta$. En effet, la matrice de rigidité d'une couche d'orientation θ dans le repère lié à un élément (Figure 4-3) est obtenue par changement de base en réalisant une rotation autour de l'axe 2 et est définie par l'équation suivante :

$$\begin{bmatrix} C^{\theta} \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} c^2 & s^2 & 0 & -2cs & 0 & 0 \\ s^2 & c^2 & 0 & 2cs & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 1 & 0 & 0 & 0 \\ cs & -cs & 0 & c^2 - s^2 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & c & -s \\ 0 & 0 & 0 & 0 & s & c \end{bmatrix} \begin{bmatrix} C \end{bmatrix} \begin{bmatrix} c^2 & s^2 & 0 & cs & 0 & 0 \\ s^2 & c^2 & 0 & -cs & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 1 & 0 & 0 & 0 \\ -2cs & 2cs & 0 & c^2 - s^2 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & c & s \\ 0 & 0 & 0 & 0 & -s & c \end{bmatrix}$$

Eq. 4-3

La matrice de rigidité d'une couche $\pm \theta$ est déterminée en faisant la moyenne de la matrice $[C^{\theta}]$ et $[C^{-\theta}]$.

En première approche, on supposera le comportement du composite élastique thermodépendant. Lors du processus d'homogénéisation décrit précédemment, la matrice de rigidité [*C*] ne dépend que de la température. Le comportement des autres entités est, par contre, considéré élasto-plastique comme décrit dans les paragraphes 2.3 pour le liner et 2.2 et les embases.

Cette approche nous permettra de quantifier l'influence de la perte de rigidité due à la température sur le comportement du réservoir.

Dans un second temps, on supposera le comportement du composite endommageable et thermodépendant. La matrice de rigidité d'une couche $\pm \theta$ de composite est déterminée de la même manière que précédemment mais dépend aussi de d_m, l'endommagement matriciel. Une comparaison des résultats de ces simulations pour chaque température avec les précédentes à la même température permettra d'analyser l'influence de l'endommagement matriciel sur le comportement du réservoir aux différentes températures.

Enfin, des simulations de remplissage avec chargement thermomécanique (augmentation de la température et de la pression simultanée puis maintien en pression et équilibrage de la température) sont réalisées avec ces deux types de comportement pour analyser l'influence couplée de la température et de l'endommagement matriciel.

Une subroutine UVARM est utilisée pour recalculer les déformations locales. Celle-ci permet, en faisant l'hypothèse que les déformations sont identiques dans une couche, de calculer à partir de l'angle des fibres, les déformations longitudinales aux fibres (Eq. 4-4), transverses aux fibres (Eq. 4-5) et de cisaillement (Eq. 4-6) pour une orientation par les relations suivantes :

- 160 -

$$\varepsilon_{ll} = \varepsilon_{11} \cos^2 \theta + \varepsilon_{33} \sin^2 \theta$$

$$\varepsilon_{tt} = \varepsilon_{11} \sin^2 \theta + \varepsilon_{33} \cos^2 \theta$$

$$\varepsilon_{lt} = -2\varepsilon_{11} \sin \theta \cos \theta + 2\varepsilon_{33} \sin \theta \cos \theta$$
Eq. 4-5

Eq. 4-6

A partir de ces relations, il est alors possible de remonter aux contraintes locales pour chaque orientation par les relations suivantes :

$$\sigma_{ll} = E_{ll} \times \varepsilon_{ll}$$
Eq. 4-7
$$\sigma_{tt} = E_{tt}(T) \times (1 - d_m) \times \varepsilon_{tt}$$

Eq. 4-8

$$\sigma_{lt} = G_{lt}(T) \times \varepsilon_{lt}$$

Eq. 4-9

Différents calculs vont être réalisés afin de connaître l'état de contrainte du réservoir, d'essayer de prédire sa tenue à l'éclatement, d'évaluer l'influence de l'augmentation de température au sein du réservoir, de connaitre l'influence de l'endommagement sur son comportement.

La réalisation de calcul éléments finis nécessite d'imposer des conditions aux limites au réservoir.



Figure 4-4 : Chargement mécanique du réservoir

La Figure 4-4 présente les conditions aux limites appliquées au modèle quel que soit le type de simulation effectué. On appliquera une pression interne sur toutes les faces internes du réservoir (embases et liner). Cette pression pourra être dépendante du temps afin d'être appliquée

simultanément à un chargement thermique. Afin de bloquer tous mouvements de solide rigide, un blocage des déplacements selon la direction y est imposé sur l'extrémité d'une embase.

Selon le type d'étude que l'on réalisera des conditions aux limites thermiques viennent s'ajouter :

- Température imposée dans tout le réservoir afin de connaitre l'influence de celle-ci sur le réservoir.
- Coefficient d'échange et température de gaz imposés afin de connaître le comportement du réservoir dans le cas d'un remplissage représentatif de la réalité.

Ces conditions aux limites seront détaillées dans chaque configuration étudiée dans les paragraphes suivants. Les résultats obtenus avec ces simulations sont présentés dans ces mêmes paragraphes.

4.2. Influence de la température

L'influence de la température sur le comportement du réservoir est analysée par la comparaison de calcul Abaqus où la température du réservoir est imposée constante, soit à -40°C, soit à 25°C ou soit à 85°C. Nous considèrerons le comportement du composite élastique linéaire dépendant de la température. La montée en pression au sein du réservoir est linéaire par rapport au temps. Ce calcul nous renseigne sur l'état de contrainte locale au sein du réservoir, mais aussi sur son comportement global en analysant l'allongement axial et radial. L'allongement radial est mesuré au centre de la partie cylindrique du réservoir, à l'extérieur de la coque composite. L'allongement axial est mesuré au niveau de l'extrémité de l'embase mobile sur l'axe de symétrie (Figure 4-5).



Figure 4-5 : Points de mesure de l'allongement radial et de l'allongement axial



L'évolution de l'allongement radial et de l'allongement axial en fonction de la pression est présentée sur la Figure 4-6.

Figure 4-6 : Evolution de l'allongement radial et de l'allongement axial du réservoir en fonction de la pression à -40°C, 25°C et 85°C (en trait plein : sans prise en compte de la dilatation, en pointillés : avec prise en compte de la dilatation).

On peut voir sur cette figure le comportement global du réservoir et l'influence de la température. En trait plein sont représentés les allongements lorsque la dilatation thermique n'est pas prise en compte et en pointillés les allongements lorsque la dilatation est intégrée dans le calcul. Dans tous les cas, l'évolution de l'allongement radial avec la pression est linéaire alors que l'allongement axial croît plus vite : ce phénomène est dû à la déformation des embases et notamment à leur comportement plastique.

	Allongement radial (mm)			Allongement axial (mm)		
	-40°C	25°C	85°C	-40°C	25°C	85°C
P = 700 bars	0,414	0,479	0,544	0,564	0,818	1,176
P = 2000 bars	1,325	1,402	1,489	2,852	3,115	3,566
Ecart à 2000 bars par	-5.5%	х	+6.2 %	-8.5 %	х	+14.5 %
rapport à 25°C	3,3 /0			0,0 /0		. 1,3 /0

Les valeurs des allongements en prenant en compte la dilatation thermique à 700 bars et à 2000 bars relevées pour les trois températures sont récapitulées dans le Tableau 4-2.

 Tableau 4-2 : Allongement radial et allongement axial du réservoir pour les trois températures simulées en prenant en compte la dilatation thermique.

Les valeurs montrent une influence notable de la température sur les allongements axial et radial. On peut observer une augmentation de l'allongement axial de 14,5 % entre la simulation à une température de 25°C et la simulation à une température de 85°C. La variation d'allongement est moins marquée dans la direction radiale, elle n'augmente que de 6,2 % entre 25°C et 85°C. On remarque aussi que l'écart entre -40°C et 25°C est plus faible, malgré l'écart de température plus élevé, que celui entre 25°C et 85°C. En fait, les allongements du réservoir ont deux origines : la dilatation thermique et le chargement mécanique. Sur la Figure 4-6, on peut observer en pointillés les évolutions de l'allongement prenant en compte la dilatation thermique. On observe que les allongements radial et axial sont non nuls pour une pression de 0 bars pour ces courbes à -40 °C et 85°C. Ces valeurs correspondent aux allongements dus à la dilatation thermique et sont récapitulées dans le Tableau 4-3.

Allongement radial (mm)			Allon	gement axial	(mm)
-40°C	25°C	85°C	-40°C	25°C	85°C
-0,061	0	0,054	-0,295	0	0,275

Tableau 4-3 : Allongements radial et axial du réservoir dus à la dilatation thermique pour une pression nulle

On observe, tout à fait normalement, une contraction du réservoir à froid et une expansion à chaud. On remarque que les allongements dus à la dilatation thermique sont plus importants (en valeur absolue) à -40 °C qu'à 85°C, du fait du plus grand écart de température avec la référence. Cependant, l'allongement par unité de température est plus important à 85°C et s'explique par la variation du coefficient de dilatation thermique avec la température.

Le chargement mécanique entraîne un allongement du réservoir qui est plus ou moins important selon la température. En effet, les courbes en trait plein représentent l'évolution de l'allongement en fonction de la pression sans la prise en compte de la dilatation thermique. On observe un écart très faible entre -40°C et 25°C et un écart plus important entre 25°C et 85°C. Ces valeurs sont récapitulées dans le Tableau 4-4.

	Allongement radial (mm)			Allongement axial (mm)		
	-40°C	25°C	85°C	-40°C	25°C	85°C
P = 700 bars	0,472	0,479	0,491	0,809	0,818	0,846
P = 2000 bars	1,383	1,402	1,438	3,071	3,115	3,237
Ecart à 2000 bars par rapport à 25°C	-1,4 %	х	+2,6 %	-1,4 %	х	+3.9 %

 Tableau 4-4 : Allongement radial et allongement axial du réservoir pour les trois températures simulées sans prise en compte de la dilatation thermique

Dans le cas où la dilatation thermique n'est pas prise en compte, on observe un effet moins marqué de la température sur le comportement global du réservoir. Cet écart est alors seulement dû aux variations de propriétés mécaniques avec la température (module transverse et module de cisaillement). Celui-ci est plus marqué entre 25°C et 85°C qu'entre -40°C et 25°C. Ce phénomène se retrouve sur les essais de traction réalisés sur l'éprouvette représentative au paragraphe 3.5.1 et peut s'expliquer par la plus forte chute de module transverse entre 25°C et 85°C qu'entre -40°C et 25°C (-18 % contre -8,3 %). La différence d'écart entre l'allongement radial et l'allongement axial peut s'expliquer par le fait que l'effort radial est principalement repris par les fibres des plis à 90° dont les propriétés mécaniques ne sont pas dépendantes de la température. En revanche, la déformation axiale est reprise par les plis circonférentiels dont l'angle est toujours supérieur à 20°, ainsi la rigidité transverse intervient de manière plus conséquente dans ces plis, d'où la plus forte dépendance à la température.

Dans un second temps, nous allons analyser l'influence de la température sur l'état de contrainte local dans le réservoir. On peut voir sur la Figure 4-7, les champs de contrainte locale dans le réservoir pour une pression interne de 2000 bars.



Figure 4-7 : Champs de contrainte locale suivant la direction des fibres dans le réservoir à -40°C (a), 25°C (b) et 85°C (c) pour une pression interne de 2000 bars.

Sur cette figure, on observe globalement une répartition similaire de la contrainte locale suivant la direction des fibres quelle que soit la température, bien que celle-ci soit légèrement modifiée au niveau de l'embase. La contrainte maximale est toujours atteinte dans le premier pli circonférentiel, dans la partie centrale du réservoir. Cependant, les niveaux de contraintes atteints sont affectés par la température comme en atteste le Tableau 4-5 où est représentée la contrainte locale maximale suivant la direction des fibres atteinte dans chaque pli circonférentiel et le Tableau 4-6 où est répertoriée la contrainte locale maximale suivant la direction des fibres dans les plis hélicoïdaux.

		σ_{fibre} (MPa)				
N° de la couche	Angle	-40°C	25°C	85°C		
5	90°	2942	3059	3234		
9	90°	2741	2859	3021		
13	90°	2565	2684	2836		
18	90°	2375	2496	2640		
22 à 25	90°	2258	2382	2524		

 Tableau 4-5 : Contraintes maximales locales suivant la direction des fibres atteintes dans les plis circonférentiels du réservoir pour une pression interne de 2000 bars.

		σ_{fibre} (MPa)				
N° de la couche	Angle	-40°C	25°C	85°C		
1 à 4	α ₁	541	640	733		
6 à 8	α ₂	569	676	789		
10 à 12	α ₃	802	906	1024		
14	α_4	1219	1324	1429		
15 à 17	α ₅	1795	1906	2030		
19 à 21	α ₆	1899	2014	2140		

Tableau 4-6 : Contraintes maximales locales suivant la direction des fibres atteintes dans les plis hélicoïdaux du réservoir pour une pression interne de 2000 bars.

Ces tableaux montrent la très forte influence de la température sur la contrainte locale maximale suivant la direction des fibres atteinte dans chaque couche. En effet, on observe dans toutes les couches que cette contrainte augmente avec la température de manière très significative. Par exemple, dans la couche où les fibres sont les plus sollicitées (la couche circonférentielle n°5), on observe une valeur de 2942 MPa à -40°C, 3059 MPa à 25°C et 3234 MPa à 85°C, soit une diminution de 4 % à -40°C par rapport à 25°C et une augmentation de 6 % à 85°C par rapport à 25°C. La ruine de la structure étant principalement gouvernée par la rupture des fibres, la température va donc avoir

un effet significatif sur la pression d'éclatement du réservoir. En effet, en utilisant une approche déterministe où l'on considère que la rupture des fibres entraine la ruine du réservoir avec une contrainte à rupture dans la direction des fibres de 2000 MPa, on obtient des pressions d'éclatement de 1380 bars à -40°C, de 1319 bars à 25°C et de 1237 bars à 85°C. La différence de contrainte locale suivant la direction des fibres a deux origines : la dilatation thermique qui induit des contraintes internes dues à l'orthotropie du matériau et la chute des propriétés mécaniques avec la température. La visualisation de l'état de contrainte après la montée (ou la descente) en température permet de visualiser l'effet de la dilatation thermique (Figure 4-8).



Figure 4-8 : Contrainte locale dans le réservoir suivant la direction des fibres due à la dilatation thermique (pression nulle) : -40°C (a) et 85°C (b).

La dilatation thermique entraine très peu de variation dans la partie centrale du réservoir, on observe toutefois des fibres en traction (en compression) dans les plis circonférentiels à 85°C (à - 40°C). Les plis hélicoïdaux subissent le même type de contrainte mais de manière plus intense (environ 50 MPa dans les plis circonférentiels contre environ 100 MPa dans les plis hélicoïdaux). Cet état de contrainte peut expliquer une partie des différences observées précédemment. L'influence de la chute des propriétés mécaniques explique aussi ces différences. Les propriétés mécaniques affectées par la température (matrice) peuvent aussi être affectées par l'endommagement matriciel.

L'influence de la température ayant été mise en avant dans cette partie, nous allons maintenant étudier l'influence de l'endommagement matriciel sur le comportement du réservoir.

4.3. Influence de l'endommagement matriciel

Dans cette partie, l'influence de la fissuration matricielle est étudiée en comparant les résultats précédents ne prenant en compte que l'élasticité du composite avec des calculs intégrant l'endommagement de la matrice. Cette comparaison est réalisée à -40°C, 25°C et 85°C.

La Figure 4-9, la Figure 4-10 et la Figure 4-11 présentent les évolutions de l'allongement radial et de l'allongement axial du réservoir à -40°C, 25°C et 85°C lorsque la loi de comportement du composite contient l'endommagement matriciel. Ces évolutions sont comparées à celles déterminées lorsque l'endommagement matriciel n'est pas intégré dans la loi de comportement du composite.



Figure 4-9 : Comparaison de l'allongement radial et de l'allongement axial du réservoir avec et sans endommagement matriciel à -40°C (en trait plein : sans prise en compte de la dilatation, en pointillés : avec prise en compte de la dilatation).



Figure 4-10 : Comparaison de l'allongement radial et de l'allongement axial du réservoir avec et sans endommagement matriciel à 25°C(en trait plein : sans prise en compte de la dilatation, en pointillés : avec prise en compte de la dilatation).



Figure 4-11 : Comparaison de l'allongement radial et de l'allongement axial du réservoir avec et sans endommagement matriciel à 85°C(en trait plein : sans prise en compte de la dilatation, en pointillés : avec prise en compte de la dilatation).

On observe, si l'on omet la dilatation thermique, quelle que soit la température, une augmentation des déplacements axiaux et radiaux pour un calcul avec l'endommagement matriciel comparativement à un calcul ne le prenant pas en compte (courbes en trait plein).

Les valeurs des déplacements pour 1600 MPa sont récapitulées dans le Tableau 4-7.

	Allongement radial (mm)			Allon	gement axial	(mm)
	-40°C	25°C	85°C	-40°C	25°C	85°C
Sans endommagement	1,101	1,117	1,146	2,305	2,336	2,424
Avec endommagement	1,186	1,196	1,211	2,414	2,451	2,499
Ecart	7,7 %	7,1 %	5,7 %	4,7 %	4,9 %	3,1 %

Tableau 4-7 : Comparaison de l'allongement radial et allongement axial du réservoir pour les trois températures simulées sans prise en compte de la dilatation thermique pour des calculs avec et sans endommagements matriciels pour une pression interne de 1600 bars.

Les valeurs montrent une augmentation significative de l'allongement des réservoirs due à la perte de rigidité engendrée par l'endommagement progressif du réservoir. Cependant, lorsque l'on prend en compte la dilatation thermique dans le calcul, on observe à 85°C (Figure 4-11 en pointillés) que le déplacement axial est dans un premier temps plus faible que celui sans endommagement puis augmente rapidement pour finalement devenir supérieur. L'allongement radial suit la même tendance que dans le calcul sans dilatation, c'est-à-dire, qu'à partir d'une pression de 200 bars l'allongement commence à devenir plus important. Cette pression de 200 bars correspond à l'apparition des premiers endommagements dans la partie centrale du réservoir. Cette différence de comportement avec et sans dilatation est difficile à expliquer du fait de la configuration différente des deux calculs. En effet, lors de la phase de chauffage, il y a apparition d'endommagement principalement dans la zone des embases (Figure 4-12 a). De plus les champs de déformations et de contraintes engendrés par la dilatation thermique sont complexes du fait de l'orthotropie du matériau et des différentes orientations du composite.



Figure 4-12 : Cartographie de la variable d'endommagement d_m après une montée en température à 85°C pour une pression interne nulle.

Dans le cas d'un chargement à -40°C, le calcul pose des problèmes de convergence, mais le début de la courbe présente le même comportement qu'à 85°C. Avec la dilatation thermique, la configuration du réservoir avant la mise en pression est donc différente et peut conduire à un comportement global différent. On remarque néanmoins que même avec la prise en compte de la dilatation thermique l'endommagement va conduire à un niveau de contrainte supérieur dans le réservoir. En effet, en comparant les cartographies de la contrainte locale suivant la direction des fibres avec et sans prise en compte de l'endommagement (Figure 4-13), on peut voir des champs de contrainte similaire où seul le niveau des valeurs des contraintes varie. On observe toutefois une légère influence de la température et de l'endommagement sur la répartition de la contrainte locale suivant la direction des fibres, notamment au niveau des embases.



Figure 4-13 : Cartographie de la contrainte locale dans le réservoir suivant la direction des fibres avec et sans endommagement à 25°C et à 85°C pour une pression interne de 1600 bars.

Les niveaux de contraintes atteints sont donc affectés par l'endommagement matriciel comme en atteste le Tableau 4-8 où est représentée la contrainte locale maximale suivant la direction des fibres atteinte dans chaque pli circonférentiel et le Tableau 4-9 où est représentée la contrainte locale maximale suivant la direction des fibres dans les plis hélicoïdaux.

		σ_{fibre} (MPa)				
N° de la couche	Angle	25°C		85°C		
	, ingle	avec endo	sans endo	avec endo	sans endo	
5	90°	2554	2437	2661	2587	
9	90°	2405	2278	2505	2419	
13	90°	2275	2139	2368	2273	
18	90°	2129	1989	2217	2118	
22 à 25	90°	2043	1898	2129	2027	

 Tableau 4-8 : Contraintes maximales locales suivant la direction des fibres atteintes dans les plis circonférentiels pour une

 pression de 1600 bars.
		σ_{fibre} (MPa)			
N° de la couche	Angle	25°C		85°C	
		avec endo	sans endo	avec endo	sans endo
1 à 4	α_1	571	511	647	601
6 à 8	α ₂	659	558	689	659
10 à 12	α3	864	750	880	837
14	α_4	1170	1055	1227	1154
15 à 17	α_5	1634	1517	1715	1633
19 à 21	α_6	1724	1604	1911	1721

Tableau 4-9 : Contraintes maximales locales dans le réservoir suivant la direction des fibres atteintes dans les plis hélicoïdaux pour une pression de 1600 bars.

Ces tableaux montrent la très forte influence à la fois de la température et de l'endommagement matriciel sur la contrainte locale maximale suivant la direction des fibres atteinte dans chaque couche. En effet, on retrouve les résultats de la partie précédente, où toutes les couches du réservoir voient une augmentation de la contrainte locale suivant la direction des fibres. On observe la même influence de l'endommagement matriciel : la prise en compte de celui-ci entraîne une augmentation de la contrainte locale maximale suivant la direction des fibres dans chaque couche du réservoir. Dans la couche la plus sollicitée (couche circonférentielle n°5), on relève, pour une pression de 1600 bars, une valeur de 2554 MPa à 25 °C et une valeur de 2661 MPa à 85 °C contre des valeurs de 2437 MPa à 25°C et 2587 MPa à 85 °C en ne prenant pas en compte l'endommagement matriciel. L'endommagement matriciel entraine donc une augmentation de la contrainte locale suivant la direction des fibres de 4,8 % à 25°C et de 2,9 % à 85°C. La différence entre les deux températures peut s'expliquer par la plus forte chute due à l'endommagement des propriétés matériaux à 25°C qu'à 85°C. Si l'on considère comme dans le paragraphe précédent que la première rupture de fibre entraîne la ruine de la structure, on peut calculer des pressions d'éclatement de 1262 MPa à 25°C et de 1205 MPa à 85°C, soit une chute de pression d'éclatement de 4,4 % à 25°C et de 2,8% à 85°C par rapport aux résultats obtenus sans tenir compte de l'endommagement matriciel.

Les cartographies de l'endommagement matriciel sont données sur la Figure 4-14 pour différentes pressions à 25°C et 85°C. Celui se développe principalement dans la partie centrale du réservoir en commençant par les plis hélicoïdaux dont l'orientation est la plus faible. L'endommagement se propage alors dans tout le réservoir avec l'augmentation de la pression. On observe aussi que la montée en température influe sur le développement de l'endommagement.



Figure 4-14 : Cartographie de l'endommagement matriciel d_m dans le réservoir pour différentes pressions à 25°C et 85°C

Dans un premier temps, la seule montée en température provoque l'endommagement de l'extrémité des plis hélicoïdaux du fait de la dilatation thermique. Celui-ci va avoir tendance à se développer dès la montée en pression et conduit au final à un état d'endommagement des dômes beaucoup plus avancé à 85°C qu'à 25°C. De la même manière, l'endommagement se développe plus vite dans la virole à 85°C qu'à 25°C. On peut aussi observer un endommagement des plis circonférentiels qui apparaît bien plus tôt. Ces différences de cinétique d'endommagement sont à l'origine des différences de comportement que l'on peut observer et notamment de l'augmentation

des contraintes locales suivant la direction des fibres : la matrice endommagée ne pouvant plus reprendre d'effort, les fibres sont plus sollicitées.

Dans cette partie, on a pu mettre en évidence l'influence de l'endommagement matriciel sur le comportement du réservoir : celui-ci engendre une diminution progressive des propriétés mécaniques de certaines zones du réservoir, entraînant une augmentation locale des contraintes dans le réservoir. Cette augmentation du niveau de contrainte est préjudiciable pour la tenue du réservoir. Il est donc évidemment important de prendre en compte l'endommagement matriciel dans la modélisation des réservoirs.

4.4. Chargement thermomécanique représentatif d'un remplissage

Les paragraphes précédents ont montré l'influence de la température et de l'endommagement sur le comportement du réservoir dans le cas où la température est homogène dans tout le réservoir.

Cette partie a pour but d'étudier son comportement lorsque la température varie au cours du chargement. Le remplissage rapide conduisant à une augmentation importante de la température du gaz dans le réservoir, celui-ci va s'échauffer de l'intérieur tout en étant refroidi à l'extérieur par l'air ambiant. La température au sein du réservoir varie donc spatialement et au cours du temps. Un calcul thermomécanique représentant ce phénomène est étudié dans cette partie afin d'analyser l'influence de ce chargement complexe.

Ce calcul a pour but d'essayer de se rapprocher des conditions réelles de chargement. Le problème majeur de ce type de modélisation est la méconnaissance de l'évolution de la température au sein du réservoir. En effet, le chargement thermique du réservoir dépendant de nombreux paramètres telles que la vitesse de remplissage, les dimensions du réservoir, la position de la bouteille lors du remplissage ... La température du gaz au sein de la bouteille n'est pas homogène. Sa connaissance doit faire l'objet d'études au cas par cas. La température au sein de cette bouteille n'ayant pas été étudiée, des données bibliographiques ont été utilisées pour modéliser le chargement thermique. Cependant, comme décrit précédemment, le chargement thermique dépend de nombreux facteurs, ainsi les résultats présentés ne permettent que de dégager une tendance concernant l'influence de ce type de conditions.

Pour appliquer les conditions aux limites thermiques, différentes options sont possibles dans Abaqus : imposer le flux au niveau de la paroi, fixer la température au niveau de la paroi ou définir un coefficient d'échange convectif et une température de gaz. Les deux premières solutions sont les plus simples à mettre en œuvre mais nécessitent la connaissance de la température ou du flux sur toute la surface du liner. Nous n'avons pas cette connaissance, mais on peut trouver dans la littérature des coefficients d'échange représentatifs de conditions de remplissage d'un réservoir. Ces études ont démontré qu'il est possible d'obtenir une approximation raisonnable des champs de température en prenant des coefficients d'échange à l'intérieur du réservoir de l'ordre de 500 W/m²K pendant le remplissage et 250W/m²K après le remplissage ainsi qu'un coefficient d'échange de 4.5W/m²K à l'extérieur du réservoir [90, 91], avec une température de référence atteignant 85°C. Ce sont ces conditions qui sont retenues pour le calcul.

On peut alors définir un cycle thermique comme décrit sur la Figure 4-15 et ainsi obtenir le champ de température au sein du réservoir.



Figure 4-15 : Cycle mécanique imposé superposé au chargement thermique

Le cycle thermomécanique imposé est constitué de deux phases. La première est une montée en pression de deux minutes, celle-ci va alors passer de 0 à 700 bars. Dans le même temps, la température au sein du réservoir va croître linéairement de 25°C à 85°C et le coefficient d'échange entre la paroi interne et le gaz est de 500 W/m²K. La seconde phase correspond à l'équilibrage thermique. La pression au sein du réservoir est maintenue à 700 bars et la température du gaz diminue linéairement pour atteindre une valeur de 50°C après 900 secondes. Pendant cette phase, le coefficient d'échange entre la paroi interne et le gaz est fixé à 250 W/m²K. La température de l'air ambiant et le coefficient d'échange entre la paroi extérieure et l'air sont fixés respectivement à 25°C et 4,5 W/m²K pendant tout le cycle.

Dans un premier temps, une analyse du champ de température obtenu avec ce type de conditions aux limites est effectuée. La Figure 4-16 montre deux cartographies de température à des

instants différents (à la fin du remplissage et 240 s après la fin du remplissage). On observe le rôle isolant important du liner (fort gradient thermique dans celui-ci) qui réduit l'échauffement du composite. Cependant, on observe une conduction privilégiée dans les embases qui entraîne une augmentation de la température dans le composite dans cette zone.





La Figure 4-17 présente l'évolution de la température au niveau de l'interface liner composite définie sur la Figure 4-16.

On observe, quel que soit l'instant lors du cycle, la présence d'un très fort gradient au niveau de l'embase. Celui-ci est dû à une conduction de la chaleur favorisée dans l'embase. La température augmente progressivement pour atteindre son maximum environ 360s après le début du cycle.

L'évolution temporelle de la température dans cette zone du réservoir (nœud n° 6524) est présentée sur la Figure 4-18. On observe une température atteinte dans le composite de 55°C pour une température de gaz de 85°C. Cette augmentation de température dans le réservoir doit donc être prise en compte pour calculer le champ mécanique dans le réservoir, la loi de comportement du composite étant fortement thermo-dépendante.



Figure 4-17 : Evolution de la température à l'interface composite – liner à trois instants du cycle



Figure 4-18 : Evolution de la température dans le composite en fonction du temps dans la zone la plus chaude (nœud n° 6524)

Bien qu'ayant simplifié le chargement thermique faute de connaissance suffisante de celui-ci, les résultats thermiques montrent la complexité du champ de température au sein du réservoir. L'impact de celui-ci est étudié dans le paragraphe suivant.

Les évolutions de l'allongement radial et de l'allongement axial du réservoir en fonction du temps sont présentées sur la Figure 4-19.



Figure 4-19 : Evolution de l'allongement radial et de l'allongement axial du réservoir en fonction du temps

On observe un allongement du réservoir lors du palier de maintien en pression. Cet allongement est dû à la propagation de la chaleur dans le réservoir. La température du réservoir augmente progressivement dans le réservoir entrainant son allongement du fait de la chute des propriétés mécaniques et de la dilatation thermique.

Les valeurs des allongements à 700 bars relevées pour le chargement thermomécanique et pour le chargement à 25°C sont récapitulées dans le Tableau 4-10.

	Allongement	t radial (mm)	Allongement axial (mm)		
	avec endo	sans endo	avec endo	sans endo	
Thermomécanique (t=320s)	0,516	0,488	0,941	0,915	
25°C	0,511	0,479	0,846	0,818	

Tableau 4-10 : Allongement radial et allongement axial dans le réservoir lors du cycle thermomécanique (t=320s) et à 25°C pour une pression interne de 700 bars.

Cet allongement est plus important dans la direction axiale car l'allongement radial est principalement gouverné par les fibres des plis circonférentiels qui sont peu impactées par la température.

L'influence de ce chargement sur le champ de contrainte locale suivant la direction des fibres dans le réservoir est analysée. On peut voir sur la Figure 4-20 les cartographies de cette contrainte dans le cas d'un chargement thermomécanique et dans le cas d'un chargement à température ambiante. Le champ de contrainte locale suivant la direction des fibres est toujours similaire quelle que soit la température ou le type de modélisation (avec ou sans endommagement). On peut toutefois noter, comme précédemment, quelques nuances dans les dômes.



Figure 4-20 : Cartographie de la contrainte locale dans le réservoir suivant la direction des fibres avec et sans endommagement à 25°C et après 320s du cycle thermomécanique pour une pression interne de 700 bars.

Le chargement thermomécanique a cependant un effet sur les niveaux de contraintes locales maximales suivant la direction des fibres. Les maximums sont toujours atteints dans la partie virole, signe d'un éclatement « sain ». Les valeurs sont récapitulées dans le Tableau 4-11 et dans le Tableau 4-12.

		σ_{fibre} (MPa)			
N° de la couche	Angle	Thermomécanique (t=320 s)		25°C	
		av endo	ss endo	av endo	ss endo
5	90°	1102	1062	1093	1047
9	90°	1039	993	1029	978
13	90°	983	943	973	919
18	90°	918	896	909	854
22 à 25	90°	876	829	867	815

Tableau 4-11 : Contraintes maximales locales dans le réservoir suivant la direction des fibres atteintes dans les plis circonférentiels pour une pression de 700 bars.

On observe une augmentation des contraintes locales suivant la direction des fibres entre un calcul à température ambiante et un calcul thermomécanique. L'influence du chargement thermomécanique est cependant plus faible que celle de la fissuration matricielle. Cela s'explique par le caractère très isolant du liner qui limite fortement l'échauffement du composite. En effet, dans la partie virole, la température ne dépasse pas 50°C. L'influence de la température est donc réduite par la présence du liner. Le composite s'échauffe cependant plus dans les dômes à cause de la conduction privilégiée dans les embases métalliques en acier 316L qui est plutôt un bon conducteur thermique.

		σ_{fibre} (MPa)			
N° de la couche	Angle	Thermomécanique (t=320 s)		25°C	
		avec endo	sans endo	avec endo	sans endo
1à4	α_1	245	227	225	214
6 à 8	α ₂	280	259	268	244
10 à 12	α ₃	371	336	365	320
14	α_4	509	466	499	451
15 à 17	α ₅	705	666	690	650
19 à 21	α_6	750	703	740	688

Tableau 4-12 : Contraintes maximales locales dans le réservoir suivant la direction des fibres atteintes dans les plis hélicoïdaux pour une pression de 700 bars.

Enfin, après avoir mis en évidence l'influence du chargement sur les niveaux de contrainte locale suivant la direction des fibres, la Figure 4-21 présente une comparaison des cartographies de la variable d'endommagement matriciel d_m en fonction de la pression entre un calcul à 25°C et un calcul d'un cycle thermomécanique.



Figure 4-21 : Cartographie de l'endommagement matriciel d_m dans le réservoir pour différentes pressions à 25°C et lors d'un cycle thermomécanique.

On peut noter une influence de la température sur l'évolution de l'endommagement matriciel à partir d'une pression de 400 bars. En effet, celui-ci se développe plus rapidement lorsque la température évolue, cependant, le liner assure une bonne isolation thermique du composite, notamment dans la virole qui est la zone la plus sollicitée mécaniquement. L'endommagement est donc identique lors du début du chargement, la température n'ayant quasiment pas changé dans le composite. En effet, on peut voir sur la Figure 4-18, un effet retard de l'augmentation de la température dans le composite, qui explique les comportements identiques lors du début du chargement. Pour des pressions plus élevées, la température commence à augmenter dans le composite et on peut observer son effet sur la cinétique d'endommagement. Par exemple à 500 bars, est présent un endommagement plus développé que pour une température constante de 25°C. On peut aussi constater une légère évolution de l'endommagement pendant le palier de maintien en charge, du fait de la variation de température. Le cycle thermomécanique induit donc un chargement complexe qui entraîne une différence de cinétique d'endommagement comparativement à celui d'un chargement à température constant de 25°C.

4.5. Bilan

Les calculs sur le réservoir ont montré la possibilité d'estimer la pression à l'éclatement pour différentes températures homogènes (-40°C, 25°C et 85°C), soit par l'utilisation d'un critère en contrainte maximale dans le sens des fibres avec une loi de comportement élastique thermodépendante pour le composite, soit avec un modèle d'endommagement progressif. Bien que les propriétés matériaux dans le sens des fibres ne dépendent pas de la température et que les champs de contrainte locale suivant la direction des fibres soient similaires pour chaque température, le niveau de contrainte maximal atteint dans la direction des fibres varie. Les résultats montrent donc une influence de la température sur la pression d'éclatement. La rupture du réservoir se localise dans la partie centrale du réservoir et est due aux ruptures des plis à 90°.

Des calculs thermiques ont permis de cartographier la répartition de la température dans le réservoir lors de la simulation d'un remplissage rapide. Les conditions aux limites pour la thermique sont issues de modèles de la littérature et donnent une première approximation du champ de température. Il serait intéressant de mesurer la température du gaz dans cette bouteille à l'aide de thermocouples mais aussi dans le réservoir en insérant des thermocouples lors du bobinage afin d'avoir une meilleure connaissance du champ de température en service. Cependant, ces premiers résultats mettent en avant l'augmentation importante de la température dans le réservoir. Elle

augmente plus fortement au niveau des embases, la conductivité de celles-ci étant très supérieure à celle des autres matériaux du réservoir.

Les calculs thermomécaniques permettent de prendre en compte l'effet de la température sur les champs de contraintes au sein du réservoir. On observe que la répartition des contraintes varie peu en prenant en compte l'effet de la température dans le calcul. On remarque toutefois que lors du maintien en pression après le remplissage, lorsque la température varie, les contraintes évoluent d'une manière non négligeable, notamment la valeur de contrainte longitudinale maximale. Le champ thermique entraine une sur-contrainte dans le pli le plus sollicité du réservoir, celui dont la rupture entraine l'éclatement du réservoir.

CONCLUSION

Le but de ce travail de recherche était d'étudier le comportement thermomécanique des matériaux constituants un réservoir de stockage d'hydrogène de type IV. Ces matériaux sont un composite réalisé par enroulement filamentaire, un liner polyuréthane et un acier 316L. Le composite assure la tenue de la structure. Ce composite est bobiné autour du liner polyuréthane qui assure l'étanchéité du réservoir. Ce liner joue aussi le rôle d'isolant thermique. Enfin, aux extrémités, des embases en acier inoxydable sont utilisées pour permettre le raccord du réservoir. Lors de cette étude, nous nous sommes principalement intéressés au comportement du composite. Dans ce type de réservoir, il est connu que lors du remplissage hydrogène, il y a une augmentation significative de la température de ce gaz, entrainant un échauffement progressif de la structure et la présence de gradients de température. Le but de cette étude était principalement de caractériser le comportement d'une telle structure sous chargement thermomécanique complexe.

Une première partie de ce travail a permis de caractériser le composite bobiné à partir d'éprouvettes prélevées directement dans un cylindre issu du même procédé que le réservoir. Ainsi, la caractérisation du composite s'est faite sur le même matériau que la structure, évitant la question de l'influence du procédé de fabrication. Les essais ont été réalisés à différentes températures, -40°C, 25°C et 85°C qui permettent de couvrir la plage d'utilisation du réservoir prescrite par la norme. Ces essais ont permis de déterminer les paramètres mécaniques du matériau composite sous différentes températures. On a aussi pu observer la complexité du comportement du composite qui présente un caractère visqueux et endommageable significatif et très dépendant de l'orientation et de la température. En effet, une influence non négligeable de la température sur son comportement a été montrée, principalement dans la direction transverse et en cisaillement. Le composite bobiné et le liner polyuréthane ont aussi été l'objet d'études calorimétrique et densitométrique permettant d'obtenir les données nécessaires à la résolution de problèmes thermiques, à savoir la masse volumique ρ et la capacité calorifique C_p. Une approche rapide a été effectuée afin d'estimer la conductivité thermique λ pour réaliser cette étude mais celle-ci a été plus spécifiquement l'objet d'une thèse soutenue par Emmanuel Ruffio [2].

A partir de ces résultats expérimentaux, une loi de comportement a été développée. Celle-ci a pour but d'être pragmatique : simplicité d'utilisation, d'identification, rapidité du temps de calcul, tout en essayant de prendre en compte un maximum de phénomènes. Cette loi permet de modéliser

- 185 -

le comportement orthotrope du composite en prenant en compte l'endommagement matriciel mais aussi la perte de rigidité et la forte non-linéarité en cisaillement. Cette loi de comportement est de plus couplée à la température permettant ainsi de prendre en compte sa forte influence sur le comportement. La viscosité du matériau n'a pas été intégrée dans le modèle, celui-ci ayant pour but de rester simple. Les comportements mécaniques du liner polyuréthane et de l'acier 316L étant bien connus et n'étant pas l'objet principal cette étude sont issus de la littérature.

Cette loi de comportement avait pour but d'être implémentée dans une simulation de remplissage de réservoir, mais, en premier lieu, il était intéressant de tester et valider celle-ci sur semi-structure. Cette semi-structure a été déterminée dans le but de pouvoir représenter un cycle de remplissage de réservoir, à savoir un chargement thermomécanique complexe. En effet, la biaxialité de l'état de contrainte dans le réservoir est compliquée à mettre en œuvre expérimentalement, c'est pourquoi une éprouvette technologique multicouche polymère composite a été développée pour conduire lors d'un chargement uniaxial au même niveau de contrainte maximale que dans la partie centrale du réservoir, tout en ayant la possibilité d'introduire des gradients thermiques spatiaux et temporelles.

Cette éprouvette technologique représentative a été testée sous différentes sollicitations afin de mettre en évidence les différents phénomènes pouvant apparaitre dans le réservoir. La modélisation de cette éprouvette en utilisant la loi de comportement développée a permis de valider celle-ci et a fourni des informations complémentaires aux essais. Les éprouvettes technologiques représentatives ont montré un comportement dépendant de la température avec une perte de rigidité plus importante et une contrainte à rupture plus faible quand celle-ci augmente. Les essais sur les éprouvettes ont montré l'apparition d'endommagement matriciel dans les plis à 90° pour une contrainte appliquée inférieure à la contrainte équivalente à une pression de 700 bars dans le réservoir. D'autres essais ont montré l'influence du temps de maintien sur le développement des endommagements matriciels. La tenue en fatigue mécanique des éprouvettes montre aussi une dépendance à la température, celle-ci diminuant la durée de vie. Cependant, des essais de tenue résiduelle ont montré que la présence des endommagements dans les éprouvettes fatiguées n'a pas d'influence significative sur leur comportement à rupture. Enfin, un essai de fatigue thermomécanique représentatif d'une succession de remplissages a montré que le réservoir pourrait supporter au moins 5.000 cycles sans rupture. En effet l'essai de fatigue a été arrêté à 5.000 cycles et la tenue résiduelle de l'éprouvette a été trouvée inchangée par rapport à une éprouvette vierge, signe que la tenue résiduelle à l'éclatement d'un réservoir ayant subi 5.000 remplissages devrait être équivalente à celle d'un réservoir « neuf ».

- 186 -

Dans ce travail, un modèle couplant anisotropie endommagement et température a été élaboré sur la base de concepts classiques. Confronté aux résultats d'essais sur éprouvettes technologiques, il s'avère être prédictif quant au développement de l'endommagement et de la détermination du champ de température. Il lui manque la capacité de reproduire la viscosité, ceci fera l'objet d'un développement futur.

Finalement, des simulations sur réservoir ont été réalisées afin d'analyser l'influence de certains paramètres. Ainsi, on a pu mettre en avant l'influence de la température à l'aide de simulations purement élastiques thermodépendantes pour le composite : une augmentation de celle-ci tend à accroître la déformation globale du réservoir (augmentation de longueur et de diamètre). De plus, cette étude a montré que la température a une influence importante sur les champs de contraintes et de déformations au sein du réservoir. Des simulations prenant en compte l'endommagement matriciel ont permis de montrer l'influence de ce paramètre et d'obtenir les champs de contraintes et de déformations correspondantes. Les zones endommagées correspondent aux couches dont les orientations sont principalement dans le sens longitudinal du réservoir, comme les essais et les simulations sur éprouvettes technologiques représentatives le laissaient penser. Enfin, une simulation d'un cycle de remplissage a permis d'obtenir une estimation des champs de contraintes, de déformations et de températures dans un cas proche de la réalité.

La modélisation d'un chargement thermomécanique d'un réservoir pourrait être améliorée en prenant en compte d'autres phénomènes importants tels que la rupture des fibres ou la viscosité de la matrice. En effet, l'étude expérimentale a montré l'influence des maintiens en charge sur les champs de déformations et sur l'évolution de l'endommagement matriciel. La rupture de fibres pourrait être prise en compte dans le modèle. Des premières pistes montrent qu'il serait possible de décrire cette rupture en affectant une contrainte à rupture dans la direction des fibres qui suit une gaussienne. Ce changement nécessiterait toutefois un passage à un modèle tridimensionnel. Enfin, une meilleure prise en compte de l'évolution de la matrice de rigidité avec la fissuration matricielle, ainsi qu'une meilleure prise en compte de son évolution pourrait permettre de mieux modéliser ce phénomène.

REFERENCES

- [1] International Energy Outlook. United States Energy Information Administration, 2010.
- [2] Ruffio E. Estimation de paramètres et de conditions limites thermiques en conduction instationnaire pour des matériaux anisotropes. Apport des algorithmes stochastiques à la conception optimale d'expérience. Thèse de l'Ecole Nationale Supérieure de Mécanique et d'Aérotechnique, 2011.
- [3] Mori D, Hirose K. Recent challenges of hydrogen storage technologies for fuel cell vehicles. International Journal of Hydrogen Energy 2009;34:4569.
- [4] Satyapal S, Petrovic J, Read C, Thomas G, Ordaz G. The US Department of Energy's National Hydrogen Storage Project: Progress towards meeting hydrogen-powered vehicle requirements. Catalysis Today 2007;120:246.
- [5] Takeichi N, Senoh H, Yokota T, Tsuruta H, Hamada K, Takeshita HT, Tanaka H, Kiyobayashi T, Takano T, Kuriyama N. "Hybrid hydrogen storage vessel", a novel high-pressure hydrogen storage vessel combined with hydrogen storage material. International Journal of Hydrogen Energy 2003;28:1121.
- [6] Villalonga S, Nony F, Magnier C, Yvernes JL, Thomas C, Delmas B, Mazabraud P. Composite 700 bar-vessel for on-board compressed gaseous hydrogen storage. 17th International Conference on Composite Materials. Edinburgh (UK), 2009.
- [7] Velosa JC, Nunes JP, Antunes PJ, Silva JF, Marques AT. Development of a new generation of filament wound composite pressure cylinders. Composites Science and Technology 2009;69:1348.
- [8] Williams LO, Spond DE. Storage tank for vehicular storage of liquid-hydrogen. Applied Energy 1980;6:99.
- [9] Zellouf D, Goyette J, Massicotte D, Bose TK. Ultrasonic inspection of composite hydrogen reservoirs using frequency diversity techniques. Ultrasonics 2001;39:203.
- [10] Aardahl CL, Rassat SD. Overview of systems considerations for on-board chemical hydrogen storage. International Journal of Hydrogen Energy 2009;34:6676.
- [11] Banyay GA, Shaltout MM, Tiwari H, Mehta BV. Polymer and composite foam for hydrogen storage application. Journal of Materials Processing Technology 2007;191:102.

- [12] Levesque S, Ciureanu M, Roberge R, Motyka T. Hydrogen storage for fuel cell systems with stationary applications - I. Transient measurement technique for packed bed evaluation. International Journal of Hydrogen Energy 2000;25:1095.
- [13] Melnichuk M, Andreasen G, Corso HL, Visintin A, Peretti HA. Study and characterization of a metal hydride container. International Journal of Hydrogen Energy 2008;33:3571.
- [14] Kromm FX, Quenisset JM, Lorriot T, Harry R, Wargnier H. Definition of a multimaterials design method. Materials & Design 2007;28:2641.
- [15] Hu J, Chen J, Sundararaman S, Chandrashekhara K, Chernicoff W. Analysis of composite hydrogen storage cylinders subjected to localized flame impingements. International Journal of Hydrogen Energy 2008;33:2738.
- [16] Park JS, Hong CS, Kim CG, Kim CU. Analysis of filament wound composite structures considering the change of winding angles through the thickness direction. Composite Structures 2002;55:63.
- [17] Xu P, Zheng JY, Liu PF. Finite element analysis of burst pressure of composite hydrogen storage vessels. Materials & Design 2009;30:2295.
- [18] Yang JC, Huber ML. Analysis of thermodynamic processes involving hydrogen. International Journal of Hydrogen Energy 2008;33:4413.
- [19] Maytal BZ. He-3 Joule-Thomson inversion curve. Cryogenics 1996;36:271.
- [20] Liu YL, Zhao YZ, Zhao L, Li X, Chen HG, Zhang LF, Zhao H, Sheng RH, Xie T, Hu DH, Zheng JY.
 Experimental studies on temperature rise within a hydrogen cylinder during refueling.
 International Journal of Hydrogen Energy 2010;35:2627.
- [21] Zhao L, Liu YL, Yang JA, Zhao YZ, Zheng JY, Bie HY, Liu XX. Numerical simulation of temperature rise within hydrogen vehicle cylinder during refueling. International Journal of Hydrogen Energy 2010;35:8092.
- [22] Dicken CJB, Merida W. Measured effects of filling time and initial mass on the temperature distribution within a hydrogen cylinder during refuelling. Journal of Power Sources 2007;165:324.
- [23] Werlen E, Pisot P, Barral K, Renault P. Thermal effects related to H2 fast filling in high pressure vessels depending on vessels types and filling procedures: modelling, trials and studies. European Energy Conference, 2003.
- [24] Barral K, Pregassame S, Renault P. Thermal effects of fast filling hydrogen compression in refueling stations. 15th World Hydrogen Energy Conference. Yokohama (Japan), 2004.

- [25] Bouteilles à gaz transportables Bouteilles entièrement bobinées en matériaux composites. NF EN 12245, 2012.
- [26] Implementing Regulation (EC) No 79/2009 of the European Parliament and of the Council on type-approval of hydrogen-powered motor vehicles. 406/2010: Official Journal of the European Union, 2010.
- [27] Comond O, Perreux D, Thiebaud F, Weber M. Methodology to improve the lifetime of type IIIHP tank with a steel liner. International Journal of Hydrogen Energy 2009;34:3077.
- [28] Bertin M. Fatigue thermomécanique de multicouches polymère/composite. Thèse de l'Ecole Nationale Supérieure de Mécanique et d'Aérotechnique, 2011.
- [29] Ballère L, Viot P, Lataillade JL, Guillaumat L, Cloutet S. Damage tolerance of impacted curved panels. International Journal of Impact Engineering 2009;36:243.
- [30] Bonnafous C. Analyse multi-échelle des mécanismes d'endommagement de composites chanvre/époxy à renforts tissés. Caractérisation de l'interface fibre/matrice. Thèse de l'Ecole Nationale Supérieure de Mécanique et d'Aérotechnique, 2010.
- [31] Vinet A. Identification d'une loi de comportement viscoélastique-viscoplastiquepour des stratifiés aéronautiques ; prévision du comportement à long terme à l'aide d'essais accélérés. Thèse de l'Université de Poitiers, 1997.
- [32] Schapery RA. On the characterization of nonlinear viscoelastic materials. Polymer Engineering & Science 1969;9:295.
- [33] Lou YC, Schapery RA. Viscoelastic characterization of a nonlinear fiber-reinforced plastic. Journal of Composite Materials 1971;5:208.
- [34] Ousset Y, Roudolff F. Numerical analysis of delamination in multilayered composite plates.Computational Mechanics 1997;20:122.
- [35] Tuttle ME, Brinson HF. Prediction of the long-term creep compliance of general composite laminates. Experimental Mechanics 1986;26:89.
- [36] Maire J-F. Etudes théorique et expérimentale du comportement de matériaux composites en contraintes planes. Thèse de l'Université de Franche-Comté, 1992.
- [37] Thiébaud F. Modélisation du comportement global en sollicitations quasi-statiques d'un composite stratifié verre époxy : aspects théorique et expérimental. Thèse de l'Université de Franche-Comté, 1994.
- [38] Pepitas C. Analyse et prévision du comportement à long terme des composites fibres de carbone / matrice organique Thèse de l'Université de Franche-Comté, 2000.

- [39] Karahan M, Lomov SV, Bogdanovich AE, Verpoest I. Fatigue tensile behavior of carbon/epoxy composite reinforced with non-crimp 3D orthogonal woven fabric. Composites Science and Technology 2011;71:1961.
- [40] Ogihara S, Takeda N, Kobayashi S, Kobayashi A. Effects of stacking sequence on microscopic fatigue damage development in quasi-isotropic CFRP laminates with interlaminar-toughened layers. Composites Science and Technology 1999;59:1387.
- [41] Kumazawa H, Aoki T, Susuki I. Influence of stacking sequence on leakage characteristics through CFRP composite laminates. Composites Science and Technology 2006;66:2107.
- [42] Lafarie-Frenot MC, Gamby D, Nguyen TH. Experimental and numerical analysis of loading rate and temperature effects on matrix cracking in CFRP laminates. Proceedings of the Institution of Mechanical Engineers Part L-Journal of Materials-Design and Applications 2004;218:47.
- [43] Bertin M, Touchard F, Lafarie-Frenot MC. Experimental study of the stacking sequence effect on polymer/composite multi-layers submitted to thermomechanical cyclic loadings. International Journal of Hydrogen Energy 2010;35:11397.
- [44] Gamstedt EK, Sjogren BA. Micromechanisms in tension-compression fatigue of composite laminates containing transverse plies. Composites Science and Technology 1999;59:167.
- [45] Hallett SR, Jiang WG, Khan B, Wisnom MR. Modelling the interaction between matrix cracks and delamination damage in scaled quasi-isotropic specimens. Composites Science and Technology 2008;68:80.
- [46] Blassiau S, Thionnet A, Bunsell AR. Micromechanisms of load transfer in a unidirectional carbon fibre-reinforced epoxy composite due to fibre failures. Part 1: Micromechanisms and 3D analysis of load transfer: The elastic case. Composite Structures 2006;74:303.
- [47] Blassiau S, Thionnet A, Bunsell AR. Micromechanisms of load transfer in a unidirectional carbon fibre-reinforced epoxy composite due to fibre failures. Part 2: Influence of viscoelastic and plastic matrices on the mechanisms of load transfer. Composite Structures 2006;74:319.
- [48] Blassiau S, Thionnet A, Bunsell AR. Micromechanisms of load transfer in a unidirectional carbon fibre-reinforced epoxy composite due to fibre failures: Part 3. Multiscale reconstruction of composite behaviour. Composite Structures 2008;83:312.
- [49] Kachanov LM. Rupture time under creep conditions. International Journal of Fracture 1999;97:XI.
- [50] Lapczyk I, Hurtado JA. Progressive damage modeling in fiber-reinforced materials. Composites Part a-Applied Science and Manufacturing 2007;38:2333.

- [51] Hashin Z, Rotem A. Fatigue failure criterion for fiber reinforced materials. Journal of Composite Materials 1973;7:448.
- [52] Hashin Z. Failure criteria for unidirectional fiber composites. Journal of Applied Mechanics-Transactions of the Asme 1980;47:329.
- [53] Laurin F, Carrere N, Maire JF. A multiscale progressive failure approach for composite laminates based on thermodynamical viscoelastic and damage models. Composites Part a-Applied Science and Manufacturing 2007;38:198.
- [54] Laurin F, Carrère N, Maire J-F. Approche hybride multiéchelle pour l'analyse de la tenue de structures composites sous sollicitations complexes 3D. JNC16. Toulouse, 2009.
- [55] Lubineau G, Ladeveze P. Construction of a micromechanics-based intralaminar mesomodel, and illustrations in ABAQUS/Standard. Computational Materials Science 2008;43:137.
- [56] Talreja R. transverse cracking and stiffness reduction in composite laminates. Journal of Composite Materials 1985;19:355.
- [57] Allen DH, Harris CE, Groves SE. A thermomechanical constitutive theory for elastic composites with distributed damage. International Journal of Solids and Structures 1987;23:1301.
- [58] Renard J, Thionnet A. Damage in composites: From physical mechanisms to modelling. Composites Science and Technology 2006;66:642.
- [59] Renard J, Favre JP, Jeggy T. Influence of transverse cracking on ply behavior Introduction of a characteristic damage variable. Composites Science and Technology 1993;46:29.
- [60] Comond O, Perreux D, Thiébaud, Delobelle P, Weber M, Barthelemy H. Analyse et optimisation du comportement en fatigue des réservoirs d'hydrogène gazeux de type III = Analysis and optimisation of the fatigue lifetime of hydrogen high pressure tanks. JNC16. Toulouse, 2009.
- [61] Chapelle D, Perreux D. Optimal design of a Type 3 hydrogen vessel: Part I—Analytic modelling of the cylindrical section. International Journal of Hydrogen Energy 2006;31:627.
- [62] Chapelle D, Thiebaud F, Perreux D. Analysis and modelling of the burst pressure of high pressure hydrogen tanks. Singapore: World Scientific Publ Co Pte Ltd, 2009.
- [63] Perreux D, Joseph E. The effect of frequency on the fatigue performance of filament-wound pipes under biaxial loading: Experimental results and damage model. Composites Science and Technology 1997;57:353.
- [64] Pilato A, Perry N, Wahl J-C, Bois C. Modèle de calcul analytique sur des réservoirs composite multicouche épais soumis à une pression interne et à des contraintes thermiques résiduelles. JNC16. Toulouse, 2009.

- [65] Xia M, Takayanagi H, Kemmochi K. Analysis of multi-layered filament-wound composite pipes under internal pressure. Composite Structures 2001;53:483.
- [66] Bertin M, Kempeneers M, Leh D, Nimdum P, Berro Ramirez J-P, Villalonga S. OSIRHYS IV Qualification des codes pour la prédiction du comportement mécanique des structures composites des réservoirs embarqués de stockage à 700 bars de l'hydrogène JNC17. Poitiers, 2011.
- [67] Thionnet A, Bunsell A, Camara A, Allen DH. Méthode FE2 simplifiée appliquée à la modélisation des ruptures de fibres et de ses conséquences. Calcul de réservoirs composites. JNC17. Poitiers, 2011.
- [68] Thomas C. Etude des mécanismes d'endommagement des composites fibres de carbone / matrice polyamide : application à la réalisation de réservoirs de stockage de gaz sous haute pression de type IV Thèse de l'Ecole des Mines ParisTech, 2011.
- [69] Sabatier L. Apport des techniques d'analyse locale EBSD et AFM à l'étude de l'émergence des bandes de glissement induites par fatigue dans l'acier inoxydable 316L. Thèse de l'Ecole Nationale, 2002.
- [70] Giorleo G, Meola C. Location and geometry of defects in composite laminates from infrared images. Journal of Materials Engineering and Performance 1998;7:367.
- [71] Krstulovic-Opara L, Klarin B, Neves P, Domazet Z. Thermal imaging and Thermoelastic Stress Analysis of impact damage of composite materials. Engineering Failure Analysis 2011;18:713.
- [72] Roth DJ, Bodis JR, Bishop C. Thermographic imaging for high-temperature composite materials - A defect detection study. Research in Nondestructive Evaluation 1997;9:147.
- [73] Bourchak M, Farrow IR, Bond IP, Rowland CW, Menan F. Acoustic emission energy as a fatigue damage parameter for CFRP composites. International Journal of Fatigue 2007;29:457.
- [74] Mader E, Moos E, Karger-Kocsis J. Role of film formers in glass fibre reinforced polypropylene
 new insights and relation to mechanical properties. Composites Part a-Applied Science and Manufacturing 2001;32:631.
- [75] Bohse J. Acoustic emission characteristics of micro-failure processes in polymer blends and composites. Composites Science and Technology 2000;60:1213.
- [76] Giordano M, Calabro A, Esposito C, D'Amore A, Nicolais L. An acoustic-emission characterization of the failure modes in polymer-composite materials. Composites Science and Technology 1998;58:1923.

- [77] de Groot PJ, Wijnen PAM, Janssen RBF. Real-time frequency determination of acoustic emission for different fracture mechanisms in carbon/epoxy composites. Composites Science and Technology 1995;55:405.
- [78] Bonnafous C, Touchard F, Chocinski-Arnault L. Damage Mechanisms in Hemp-Fibre Woven Fabric Composite, and Comparison with Glass-Fibre Composite. Polymers & Polymer Composites 2011;19:543.
- [79] Huguet S, Godin N, Gaertner R, Salmon L, Villard D. Use of acoustic emission to identify damage modes in glass fibre reinforced polyester. Composites Science and Technology 2002;62:1433.
- [80] Barre S, Benzeggagh ML. On the use of acoustic-emission to investigate damage mechanisms in glass-fiber-reinforced polypropylene. Composites Science and Technology 1994;52:369.
- [81] Likas A, Vlassis N, J. Verbeek J. The global k-means clustering algorithm. Pattern Recognition 2003;36:451.
- [82] Godin N, Huguet S, Gaertner R, Salmon L. Clustering of acoustic emission signals collected during tensile tests on unidirectional glass/polyester composite using supervised and unsupervised classifiers. NDT & amp; E International 2004;37:253.
- [83] Grediac M. The use of full-field measurement methods in composite material characterization: interest and limitations. Composites Part a-Applied Science and Manufacturing 2004;35:751.
- [84] Lagattu F, Lafarie-Frenot MC, Lam TQ, Brillaud J. Experimental characterisation of overstress accommodation in notched CFRP composite laminates. Composite Structures 2005;67:347.
- [85] Ha K, Schapery RA. A three-dimensional viscoelastic constitutive model for particulate composites with growing damage and its experimental validation. International Journal of Solids and Structures 1998;35:3497.
- [86] Lecomte-Grosbras P, Paluch B, Brieu M, De Saxce G, Sabatier L. Interlaminar shear strain measurement on angle-ply laminate free edge using digital image correlation. Composites Part a-Applied Science and Manufacturing 2009;40:1911.
- [87] Rouquie S, Lafarie-Frenot MC, Cinquin J, Colombaro AM. Thermal cycling of carbon/epoxy laminates in neutral and oxidative environments. Composites Science and Technology 2005;65:403.
- [88] Hu H, Lee CH, Wu CB, Lu WJ. Detection of matrix cracks in composite laminates by using the modal strain energy method. Mechanics of Composite Materials 2010;46:117.

- [89] Gulati P, Katti V, Prabhu SV. Influence of the shape of the nozzle on local heat transfer distribution between smooth flat surface and impinging air jet. International Journal of Thermal Sciences 2009;48:602.
- [90] Woodfield PL, Monde M, Takano T. Heat Transfer Characteristics for Practical Hydrogen Pressure Vessels Being Filled at High Pressure. Journal of Thermal Science and Technology 2008;3:241.
- [91] Woodfield PL, Takano T, Monde M, Asme. Characteristics of heat transfer for hydrogen and wall during filling hydrogen into actual tank at high pressure, 2007.

ANNEXES



Température	Capacité calorifique
(°C)	(J/(kg.°C))
15,035	1386
15,085	1386,12
15,135	1386,23
15,185	1386,35
15,234	1386,46
144,629	2306,7
144,679	2306,93
144,729	2307,16
144,779	2307,38
144,829	2307,62

Annexe 1 : loi capacité	calorifique -	température d	du polyuréthane
-------------------------	---------------	---------------	-----------------