

Caractérisation et modélisation de la relation entre l'endommagement et la perméabilité d'un composite stratifié en condition cryogénique

Tanguy Briand

▶ **To cite this version:**

Tanguy Briand. Caractérisation et modélisation de la relation entre l'endommagement et la perméabilité d'un composite stratifié en condition cryogénique. Matériaux. Université de Bordeaux, 2021. Français. NNT : 2021BORD0016 . tel-03322713

HAL Id: tel-03322713
https://theses.hal.science/tel-03322713

Submitted on 19 Aug 2021

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.

université de BORDEAUX

Thèse présentée

pour l'obtention du grade de

Docteur de l'Université de Bordeaux

École Doctorale

Sciences Physiques et de l'Ingénieur

Spécialité

Mécanique

Par **Tanguy BRIAND**

Caractérisation et modélisation de la relation entre l'endommagement et la perméabilité dans un composite stratifié en condition cryogénique

Sous la direction de : **M. Christophe BOIS**

et le co-encadrement de : **M. Jean-Christophe WAHL**

Soutenue le jeudi 21 janvier 2021

Membres du jury :

M. Christophe BOUVET	Professeur, ISAE-SUPAERO Toulouse, ICA	Rapporteur
M. Damien HALM	Professeur, ISAE-ENSMA Poitiers, PPRIME	Rapporteur
M. Gilles LUBINEAU	Professeur, KAUST Arabie Saoudite, COHMAS	Examinateur
M. Xavier COLIN	Professeur, ENSAM Paris, PIMM	Examinateur
Mme Hortense LAEUFFER	Docteure, Ingénieure, ENS Paris-Saclay, LMT	Examinatrice
M. Christophe BOIS	Professeur, Université de Bordeaux, I2M	Examinateur
M. Jean-Christophe WAHL	Maître de conférences, Université de Bordeaux, I2M	Examinateur
M. Erwann LE GOFF	Docteur, Ingénieur, ArianeGroup	Invité
M. Florian LAVELLE	Ingénieur, CNES	Invité

Remerciements

Premièrement, je tiens à remercier l'Institut de Mécanique et d'Ingénierie de Bordeaux ainsi que le Centre National d'Études Spatiales et ArianeGroup de m'avoir accueilli et permis de réaliser ces travaux de doctorat.

Je remercie vivement Damien Halm et Christophe Bouvet d'avoir rapporté mes travaux avec autant de rigueur et d'intérêt. Mes remerciements s'adressent également à Gilles Lubineau, Xavier Colin et Hortense Laeuffer pour avoir examiné ce travail et pour la pertinence et la richesse des questions et remarques qu'ils ont apportées.

Je tiens à remercier mes encadrants, Christophe Bois, Jean-Christophe Wahl, Erwann Le Goff et Florian Lavelle, pour tout le temps et le soutien qu'ils m'ont apporté mais également pour la richesse de tous les échanges que nous avons pu avoir au cours de ces trois années. J'adresse une reconnaissance très particulière à Christophe et JC pour leur objectivité, leur bonne humeur et pour tout ce qu'ils m'ont apporté d'un point de vue humain et scientifique.

Je remercie les collègues du labo de l'IUT à savoir Stéphane, Olivier, FX, Matthieu, Jean-Marc (Téééééé, ils sont là les plus heureux!!), Catherine, Arnaud, Claire et Éric pour leur bonne humeur et pour tout ce qu'ils ont pu m'apporter pendant ces belles années de thèse. Un grand merci à Béatrice et Catherine pour leur gestion administrative sans faille et pour leur gentillesse.

Mes remerciements vont une nouvelle fois à Jean-Marc et Matthieu mais également à Patrice, Fred, Adrien, Séb et Victor pour leur soutien technique très important dans toutes les manipulations farfelues que j'ai pu faire. Il est clair que sans leur aide et leurs conseils avisés, le travail aurait été bien plus long et fastidieux. Toutes ces belles images de tomographie n'auraient pas été possibles sans l'aide de Jérôme et Gregory que je remercie vivement pour m'avoir accompagné pendant ces années.

Je remercie tous mes amis et collègues doctorants et stagiaires à savoir Paul, Michele, Haythem, Eileen, Jorge, Ernesto, Florian, Jacques, Diego, Damien, Cassiopée, Abir, Yang, Hortense, Dimitri, Antoine, Emmanuelle, Fanny, Quentin et j'en oublie certainement. Chaque rencontre a été très enrichissante humainement, scientifiquement et surtout « apéritivement » ... Je tiens à adresser un remerciement particulier à Paul pour ces trois années d'échanges et de débats fructueux (ou pas...) toujours avec un brin d'humour et de dérision dans une discrétion absolue (Stéphane pourra confirmer !).

Je souhaite remercier tous mes amis proches qui me soutiennent depuis toujours dans les bons comme les mauvais moments et pour m'avoir fait oublier la thèse le temps d'une soirée et un peu plus parfois... Je remercie bien évidemment et tout particulièrement Guillaume, mon colocataire pendant toute la durée de la thèse, pour le soutien important qu'il m'a apporté et pour le coaching nutritif, mental et sportif !

Enfin, je remercie ma grande et incroyable famille pour le soutien qu'ils m'ont apporté durant toutes ces longues années d'études. Je remercie particulièrement Marie-Line et Véro pour la relecture rigoureuse du manuscrit qu'elles ont réalisée. Je souhaite remercier intimement mes parents et mes sœurs de m'avoir supporté, encouragé et soutenu à chaque instant. Je vous aime !

Je terminerai par remercier toutes les personnes qui ont contribué de près ou de loin à ces travaux de thèse. Ce fut une expérience incroyablement enrichissante et notamment sur le plan humain !

Table des matières

Introduction générale **1**

1 Caractérisation expérimentale du matériau de l'étude sous sollicitations thermiques et mécaniques **9**

1.1 État de l'art des essais de l'ambiante aux températures cryogéniques 11
1.1.1 Les composites stratifiés 11
1.1.2 Mécanique et endommagement des composites stratifiés 12
1.1.3 Rôle du chargement thermique sur le comportement des composites 16
1.1.4 Bilan sur le comportement des composites stratifiés à basse température 19
1.2 Matériaux et procédés 20
1.2.1 Description du procédé de fabrication des éprouvettes de l'étude . . 20
1.2.2 Défauts de fabrication liés au procédé 21
1.2.3 Analyse de l'état du matériau 23
1.3 Caractérisation du comportement mésoscopique de l'ambiante à -130 °C . . 25
1.3.1 Objectifs 25
1.3.2 Présentation du protocole et de l'instrumentation 26
1.3.3 Présentation et analyse des résultats 28
1.4 Caractérisation de l'endommagement sous sollicitation transverse pure de l'ambiante à -130 °C 33
1.4.1 Objectifs 33
1.4.2 Présentation du protocole et de l'instrumentation 33
1.4.3 Résultats et analyses 37
1.4.3.1 Traitements des essais 37
1.4.3.2 Influence de l'épaisseur du pli 41
1.4.3.3 Influence de la température 42
1.4.3.4 Microdélaminage en pointes de fissures 44
1.5 Caractérisation de l'initiation et de la propagation des réseaux de fissures 45
1.5.1 Objectifs et démarche 45
1.5.2 Présentation du protocole et de l'instrumentation 46
1.5.3 Résultats et analyses 48

1.5.3.1 Description qualitative des scénarios d'endommagement . 50
1.5.3.2 Analyses quantitatives 54
1.6 Synthèse des travaux expérimentaux sur la caractérisation du matériau . . 58

2 Modélisation explicite de l'endommagement par essais virtuels 61
2.1 État de l'art 63
2.1.1 Représentativité du modèle 63
2.1.2 Méthode numérique pour la modélisation explicite de l'endommagement 65
2.2 Bilan de l'état de l'art et stratégie de modélisation retenue 69
2.3 Présentation et paramètres du modèle cohésif 71
2.3.1 Le modèle cohésif 71
2.3.2 Choix des paramètres de la zone cohésive 73
2.4 Cellule mono-fissure 76
2.4.1 Présentation du modèle 76
2.4.2 Réponse du modèle 77
2.5 Cellule multi-fissurée sans interaction entre les plis 80
2.5.1 Présentation du modèle 80
2.5.2 Choix et validation des distributions aléatoires 81
2.5.2.1 Choix des distributions aléatoires 81
2.5.2.2 Validation des paramètres des distributions 84
2.6 Cellule multi-fissurée avec interaction entre les plis 88
2.6.1 Présentation du modèle et objectifs 88
2.6.2 Extraction et construction d'une cellule élémentaire représentative à partir des essais expérimentaux 88
2.6.3 Conditions aux limites et chargement 91
2.6.4 Confrontation du modèle aux essais expérimentaux 92
2.6.4.1 D'un point de vue qualitatif 92
2.6.4.2 D'un point de vue quantitatif 96
2.7 Bilan sur la modélisation explicite de la fissuration 98

3 Mesure de la perméabilité d'un composite stratifié sur éprouvette tubulaire - Méthodologie et résultats 101
3.1 État de l'art sur les essais mécaniques avec mesure de perméabilité 103
3.1.1 Définition du type d'écoulement considéré 103
3.1.2 Notion de perméabilité et de débit de fuite 105
3.1.3 Moyens de mesure 107
3.1.4 Essais mécaniques et mesure de perméabilité 109
3.1.5 Synthèse de l'état de l'art 114
3.2 Fabrication et caractéristiques des éprouvettes tubulaires 117

3.2.1 Fabrication par placement automatisé de fibres . . . 117
3.2.2 Choix et caractéristiques des tubes . . . 118
3.3 Cahier des charges . . . 119
3.4 Concept et conception des montages . . . 121
3.4.1 Montage pour une sollicitation uniaxiale . . . 121
3.4.2 Montage pour une sollicitation biaxiale . . . 123
3.4.3 Rôle des talons et validation des surfaces utiles pour la mesure de perméabilité . . . 126
3.5 Application et mesure du chargement thermomécanique . . . 129
3.5.1 Le chargement thermique . . . 129
3.5.2 Le chargement mécanique . . . 129
3.6 Mesure de la perméabilité et localisation des points de fuite . . . 130
3.6.1 Mesure de perméabilité sur la totalité de la zone utile (globale) . . . 130
3.6.2 Localisation des fuites . . . 131
3.6.3 Validation des mesures et complémentarité . . . 132
3.7 Protocole d'essai pour la mesure de perméabilité . . . 135
3.8 Résultats des essais . . . 136
3.8.1 Essais sans effet de fond . . . 136
3.8.1.1 Présentation des essais réalisés . . . 136
3.8.1.2 Validation du chargement thermomécanique . . . 136
3.8.1.3 Évolution de la perméabilité en fonction du chargement . . . 138
3.8.1.4 Morphologie d'un chemin de fuite . . . 141
3.8.2 Essai avec effet de fond . . . 146
3.8.2.1 Présentation de l'essai réalisé . . . 146
3.8.2.2 Évolution de la perméabilité en fonction du chargement . . . 147
3.8.2.3 Morphologie d'un chemin de fuite . . . 149
3.9 Synthèse sur la mesure de perméabilité d'un composite stratifié sur éprouvette tubulaire . . . 153

4 Méso-modèle de prédiction des chemins de fuite 155
4.1 État de l'art sur les méso-modèles pour la prédiction de la fissuration et des débits de fuite dans les composites stratifiés . . . 157
4.1.1 Modélisation de l'endommagement . . . 157
4.1.1.1 Approches mono-échelle du type "méso-modèle" d'endommagement . . . 158
4.1.1.2 Approches multi-échelles . . . 159
4.1.1.3 Effet des interactions entre plis endommagés adjacents . . . 159
4.1.2 Prédiction des chemins de fuite et du débit de fuite . . . 160
4.2 Bilan de l'état de l'art et stratégie de modélisation retenue . . . 161
4.3 Présentation du modèle d'endommagement à l'échelle mésoscopique . . . 163

4.3.1 Thermomécanique des stratifiés minces sollicités en membrane . . . 163
4.3.2 Prise en compte des effets de l'endommagement 163
4.3.3 Lois d'évolution du modèle 165
4.3.3.1 Critère énergétique 165
4.3.3.2 Critère en résistance 167
4.3.4 Prise en compte de la mixité des modes de sollicitation 170
4.3.5 Présentation et implémentation de la distribution aléatoire 171
4.3.6 Introduction des phénomènes d'interaction entre les plis endommagés 172
4.3.7 Prédiction des croisements aux interfaces entre plis 174
4.4 Structuration et implémentation du modèle 175
4.5 Validation du modèle sur une cellule sans interaction entre plis 177
4.6 Réponse du modèle sur une cellule avec interaction entre plis endommagés 179
4.7 Phénoménologie des croisements aux interfaces des plis endommagés . . . 180
4.8 Confrontation du modèle à un essai représentatif 182
4.9 Bilan sur le méso-modèle de prédiction des chemins de fuite 183

Conclusion générale **185**

Bibliographie **201**

A Documents complémentaires **I**
A.1 Comportement des jauges de déformation à basse température II
A.2 Traitement d'image de tomographie avec Image-J III
A.3 Influence des conditions d'observation sur la mesure quantitative à partir d'images de tomographie VI
A.4 Choix et montage du joint d'étanchéité X
A.5 Dimensionnement de l'assemblage composite/métal du montage pour la mesure de perméabilité avec effet de fond XII

Table des figures

1 Vue détaillée des différentes parties du lanceur Ariane 5. 2
2 Réseau de fissures dans trois plis endommagés. Schéma et micrographie [Laeuffer, 2017]. 4
3 Stratégie de recherche : construction et enrichissement d'un méso-modèle de prédiction de taux de fuite. 5

1.1 Constitution d'un composite stratifié. Définition des échelles et des repères associés. 11
1.2 Principaux mécanismes d'endommagement d'un composite stratifié [Laeuffer, 2017]. 13
1.3 Seuil d'amorçage de la fissuration transverse en fonction de l'épaisseur de la couche considérée [Leguillon, 2002]. 14
1.4 Dispositif de traction uniaxiale pour la réalisation d'observation in-situ et réseau obtenu par micro-tomographie [Laeuffer, 2017]. 15
1.5 Dispositifs de traction à basse température. 16
1.6 Cyclages thermiques et observations microscopiques [Grogan et al., 2014b]. 18
1.7 Fabrication des plaques de l'étude par placement automatisé de fibres. . . . 21
1.8 Schématisations et observation microscopique des défauts AFP. 22
1.9 Mouvement de matière au niveau d'un "gap" en fonction de l'épaisseur de la couche considérée. 24
1.10 Micrographies des stratifiés pour la caractérisation du pli unidirectionnel. . 26
1.11 Caractérisation des constantes d'élasticité du pli unidirectionnel. 27
1.12 Courbe de comportement d'un essai de traction monotone sur un $[0]_8$. . . . 28
1.13 Courbe de comportement d'un essai de traction monotone sur un $[90]_8$. . . 30
1.14 Courbe de comportement d'essais de charge-décharge sur un $[\pm 45]_{2S}$. . . . 31
1.15 Micrographies des stratifiés croisés de grammage 150 g/m^2 et 75 g/m^2. . . 34
1.16 Schéma du dispositif d'observation sous chargement thermomécanique. . . 34
1.17 Séquencement du protocole d'observation sous charge à basse température. 36
1.18 Tomographie et microscopie sous charge sur un stratifié $[0/90/0/90_2]_S$. Visualisation des fissures transverses dans un pli central d'épaisseur 572 µm. . 37
1.19 Microscopie sous charge de fissures transverses au sein de plis de grammage fin 75 g/m^2 sur un stratifié croisé $[0/90/0/90_2/0/90_2]_S$. 38

1.20 Micrographie d'une zone fissurée au sein d'une stratification croisée $[0/90/0/90_2]_S$ de grammage 150 g/m^2 sollicitée à $\varepsilon_{xx}^{max} = 1{,}15$ %. Observation à $\varepsilon_{xx}^{obs} = 0{,}5$ % en surface et à cœur. 39
1.21 Influence de la longueur d'observation sur l'évolution de la densité de fissures au cours du chargement dans un pli d'épaisseur 572 µm. 40
1.22 Cinétique de fissuration transverse en fonction de l'épaisseur de la couche considérée pour les trois températures d'essai. 41
1.23 Cinétique de fissuration transverse en fonction de la température d'essai pour les quatre épaisseurs de couches considérées. 43
1.24 Micrographie démontrant l'absence de microdélaminage en pointe de fissure pour une couche de 143 et 572 µm. 44
1.25 Micrographie du stratifié $[0/\pm60/90_{0.5}]_S$ étudié en micro-tomographie sous charge. 46
1.26 Dispositif de mise sous charge installé au sein du tomographe. 47
1.27 Zones observées et illustrations des images obtenues selon le moyen d'observation. 49
1.28 Zoom sur des réseaux de fissures créés à température ambiante et à -130 °C. Vues de dessus et en perspective. 50
1.29 Vue dans le plan XY et en perspective de la zone d'intérêt scannée par micro-tomographie pour chaque palier de chargement mécanique à température ambiante. 52
1.30 Vue des plans XY, projetés suivant l'axe Z, de la zone d'intérêt scannée par micro-tomographie pour chaque palier de chargement mécanique à -130 °C. 53
1.31 Évolution du taux de fissuration réduit dans chaque pli d'un stratifié $[0/\pm60/90_{0.5}]_S$ en fonction du chargement thermomécanique. 55
1.32 Évolution du taux de fissuration réduit dans chaque pli en fonction de la déformation transverse dans le pli. Confrontation des cinétiques de fissuration des essais de tomographie à cœur et de microscopie en surface. 56
1.33 Présentation d'un agencement de fissures idéal. 56
1.34 Évolution du taux de croisement réduit à chaque interface d'un stratifié $[0/\pm60/90_{0.5}]_S$ en fonction du chargement thermomécanique. 57

2.1 Motif approché de la microstructure d'un pli unidirectionnel dans un modèle micromécanique périodique. Disposition et volume de fibre variable. . 64
2.2 Extraction d'une cellule élémentaire représentative multicouche [Soni et al., 2014]. 65
2.3 Modélisation d'une cellule représentative d'un pli unidirectionnel élasto-endommageable [Danzi et al., 2017]. 66
2.4 Modélisation du processus de fissuration transverse d'un pli UD à l'aide d'une méthode XFEM [Van Der Meer and Dávila, 2013]. 67

2.5 Maillage avec un seul ou plusieurs éléments dans l'épaisseur du pli unidirectionnel en fonction de la méthode d'amorçage choisie avec la XFEM. . . 68
2.6 Modélisation numérique de l'endommagement d'un composite stratifié par l'utilisation couplée de la méthode des zones cohésives et des éléments finis étendus [Grogan et al., 2015a]. 68
2.7 Définition du comportement cohésif dans une direction de l'espace. 71
2.8 Prise en compte des modes de sollicitations mixtes dans le comportement d'une zone cohésive [Benzeggagh and Kenane, 1996]. 72
2.9 Illustration de l'influence du coefficient de régularisation visqueuse [Van Der Sypt, 2020]. 74
2.10 Description de la "process zone" [Ha et al., 2015]. 75
2.11 Modèle mono-fissure : géométrie et conditions aux limites. 76
2.12 Illustration du développement d'une fissure transverse par la méthode des zones cohésives à travers la variable d'endommagement. 78
2.13 Modèle multi-fissures : géométrie et conditions aux limites. 81
2.14 Illustration de la distribution aléatoire choisie pour la modélisation du processus de fissuration. 82
2.15 Influence du nombre d'échantillons d'un tirage sur l'apparition des fissures d'une même distribution aléatoire représentative de la variabilité du matériau. 84
2.16 Processus de fissuration transverse à température ambiante pour plusieurs épaisseurs de pli. Confrontation entre essais virtuels et expérimentaux. . . 85
2.17 Processus de fissuration transverse à basse température pour plusieurs épaisseurs de pli. Confrontation numérique / expérimental. 86
2.18 Modélisation d'une cellule élémentaire représentative d'un composite stratifié élasto-endommageable à l'échelle mésoscopique. 88
2.19 Méthodologie employée pour l'extraction et la construction d'un VER à l'échelle mésoscopique pour un stratifié $[0/\pm 60/90_{0.5}]_S$. 90
2.20 Schématisation du principe des conditions périodiques. 91
2.21 Visualisation d'un volume élémentaire représentatif de l'endommagement d'un composite de stratification $[0/\pm 60/90_{0.5}]_S$. Confrontation des résultats numériques et expérimentaux à température ambiante. Vue 3D projetée dans le plan XZ. 93
2.22 Cinétique de création d'une fissure courte à partir d'une fissure longue sur un stratifié $[0/\pm 60/90_{0.5}]_S$. 94
2.23 Évolution du champ de déformation transverse au voisinage d'une fissure longue sur un stratifié $[0/\pm 60/90_{0.5}]_S$. 95
2.24 Confrontation des résultats expérimentaux et du modèle sur l'évolution du taux de fissuration réduit dans chaque couche en fonction du chargement mécanique appliqué à la cellule représentative considérée. 96

2.25 Confrontation des résultats expérimentaux et du modèle sur l'évolution du taux de croisement à chaque interface en fonction du chargement mécanique appliqué à la cellule représentative considérée. 97

3.1 Cas d'un écoulement unidirectionnel considéré pour la mesure de perméabilité [Laeuffer, 2017]. 105
3.2 Mesure de perméabilité en immersion dans l'azote liquide [Bechel et al., 2006]. 109
3.3 Illustration des essais de perméabilité sur plaque couplés à un chargement thermique et/ou mécanique en membrane. 111
3.4 Illustration d'essais de perméabilité particuliers. 112
3.5 Fabrication AFP des tubes de l'étude. 117
3.6 Représentation de la sollicitation uniaxiale sans l'effet des fonds. 121
3.7 Schéma du concept de montage sans l'effet des fonds. 122
3.8 Mise en plan du montage sans l'effet des fonds. 123
3.9 Représentation des sollicitations biaxiales. 124
3.10 Schéma du concept de montage avec l'effet des fonds. 125
3.11 Plan du montage avec l'effet des fonds. 125
3.12 Impact des effets de bord sur l'endommagement des éprouvettes tubulaires de stratification $[\pm 30]_3$. 127
3.13 Définition de la zone de perturbation due au montage sans effet de fond sur un tube de stratification $[\pm 30]_3$. 128
3.14 Présentation du dispositif de mesure globale de perméabilité. Contrôle par reniflage global et accumulation à l'aide d'une enveloppe de mesure et d'un spectromètre de masse hélium. 131
3.15 Localisation d'un point de fuite par détection de bulles en immersion dans l'eau et mesure du débit de fuite grâce à un tube à essai gradué. 132
3.16 Évolution du taux de fuite d'un réseau de fissures débouchant sur l'extérieur d'un tube sous pression (figure 3.15). Comparaison des techniques de mesure sur un tube de stratification $[\pm 30]_3$ de grammage 150 g/m^2 pressurisé à l'hélium. 134
3.17 Micrographie de la coupe axiale d'une éprouvette tubulaire de stratification $[\pm 45]_3$ sollicitée sans effet de fond. 136
3.18 Mise en place de l'essai de mesure de perméabilité à l'aide du montage sans effet de fond. 137
3.19 Confrontation du chargement mécanique appliqué sur une éprouvette tubulaire et sur une éprouvette rectangulaire. 137
3.20 Évolution de la perméabilité d'éprouvettes tubulaires sous sollicitation uniaxiale circonférentielle en fonction de la température. 138

3.21 Localisation des endommagements débouchants sur le tube de stratification $[\pm 30]_3$ testé sans effet de fond à température ambiante. 139
3.22 Localisation et visualisation d'un réseau de fissures issu d'un tube de stratification $[\pm 30]_3$ pressurisé à $\varepsilon_{\theta\theta} = 0{,}70$ %. 142
3.23 Observations microscopiques d'un réseau de fissures par polissages successifs dans la direction axiale de l'éprouvette tubulaire. 145
3.24 Micrographie de la coupe axiale d'un tube de stratification $[\pm 60/90]_S$ avant chargement. 146
3.25 Mise en place de l'essai de mesure de perméabilité à l'aide du montage avec l'effet des fonds (AEF). 146
3.26 Évolution de la perméabilité d'éprouvettes tubulaires sous sollicitation biaxiale proportionnelle. 147
3.27 Localisation et analyse des endommagements débouchants du tube sollicité avec effet de fond à -100 °C. 148
3.28 Observation par tomographie d'un point de fuite (PF2 figure 3.27) relevé sur un tube de stratification $[\pm 60/90]_S$ sollicité biaxialement par une pression interne de 4,25 MPa à une température de -100 °C. 150
3.29 Localisation de l'endommagement, orientation et direction des plans d'observations pour l'analyse microscopique du point de fuite numéro 2 identifié sur le tube de stratification $[\pm 60/90]_S$ testé à -100 °C. 151
3.30 Observations microscopiques du réseau de fissures identifié figure 3.29 et obtenu sous sollicitation biaxiale à -100 °C (tomographie en figure 3.28a et 3.28b). 152

4.1 Cellule périodique retenue pour le calcul des effets de l'endommagement sur les composantes du tenseur des souplesses [Huchette et al., 2006]. . . . 164
4.2 Analogie entre la création d'une nouvelle surface fissurée sur deux types d'éprouvettes. 166
4.3 Champ de déformation transverse dans un pli à 90° d'une cellule élémentaire soumise à une déformation homogénéisée $\varepsilon_{xx} = 1{,}6$ % pour un taux de fissuration transverse $\overline{\rho} = 0{,}115$. 167
4.4 Zone d'intégration du calcul du critère non-local pour deux cellules élémentaires ayant des épaisseurs de couche fissurée différentes mais des taux d'endommagement identiques, NB : L_c ne varie pas avec l'épaisseur de la couche [Laeuffer, 2017]. 169
4.5 Identification de la loi du critère adimensionné $\tilde{c}$ pour une couche d'épaisseur 260 µm : valeurs de $\tilde{c}$ calculées par la méthode des éléments finis pour plusieurs valeurs de la longueur caractéristique L_c (symboles $\triangle$) et lois identifiées [Laeuffer, 2017]. 170
4.6 Illustration de la phénoménologie des interactions entre plis endommagés. . 172

4.7 Structure principale du méso-modèle implémentée en Python. 176
4.8 Évolution du taux de fissuration réduit en fonction du chargement appliqué à température ambiante. Confrontation du méso-modèle / expérimental. . 178
4.9 Évolution du taux de fissuration de la couche centrale d'un stratifié [0/90/0] en fonction du chargement thermomécanique. Confrontation méso-modèle / expérimental. 178
4.10 Évaluation des effets d'interaction entre plis endommagés d'un stratifié $[0/\text{-}60/\text{+}60/90_{0.5}]_S$ en fonction du chargement thermomécanique. Confrontation méso-modèle / expérimental. 179
4.11 Identification de la phénoménologie des taux de croisement réduits aux interfaces d'un stratifié $[0/\text{-}60/\text{+}60/90_{0.5}]_S$ en fonction du produit des taux de fissuration réduits des plis considérés. 180
4.12 Évolution du taux de fissuration des plis d'un stratifié $[\text{-}60/\text{+}60/90_2/\text{-}60/\text{+}60]$ en fonction du chargement thermomécanique. Confrontation méso-modèle / expérimental. 182

A.1 Évolution du signal de jauge en fonction du temps de l'essai. II
A.2 Illustration d'un protocole de traitement d'images de tomographie avec Image-J pour l'analyse d'un réseau de fissures obtenu sur un stratifié $[0/\pm 60/90_{0.5}]_S$. V
A.3 Visualisation 2D et 3D de la zone d'intérêt scannée par micro-tomographie entre chaque palier de chargement à température ambiante. VII
A.4 Présentation du joint d'étanchéité choisi et de son insertion dans les montages. XI
A.5 Principaux paramètres dans les assemblages composite / métal et modes de rupture du composite. XIII
A.6 Opération de contre-perçage du tube composite après collage des talons usinés en alliage d'aluminium. XIV
A.7 Visualisation du faciès de rupture d'un tube $[\pm 60/90]_S$ sollicité avec l'effet des fonds. Rupture à p_{int} = 4,25 MPa. XV

Liste des tableaux

1.1 Récapitulatif des grandeurs identifiées pour chaque température d'essai. . . 32

2.1 Modèle cohésif : jeu de paramètres initial issu de la littérature. 76
2.2 Récapitulatif des paramètres identifiés pour la modélisation numérique du processus de fissuration transverse de l'ambiante à basse température à l'aide de la méthode des zones cohésives. 87

3.1 Récapitulatif des principales techniques de mesure par gaz traceur (hélium ou halogène) [NF EN 1779, 1999]. 108
3.2 Ordre de grandeur des principaux résultats de la littérature sur la mesure de perméabilité des composites stratifiés. 115
3.3 Récapitulatif et caractéristiques des stratifications des tubes de l'étude. . . 119
3.4 Cahier des charges de la manipulation. 120
3.5 Confrontation des seuils d'amorçage de l'endommagement (ε_{22}) d'un pli unidirectionnel de 143 µm obtenus avec des essais sur tube ou plaque. . . . 140

4.1 Récapitulatif des paramètres identifiés pour la construction du méso-modèle de prédiction. 181

A.1 Récapitulatif de grandeurs mesurées pour l'analyse de la dispersion sur une mesure par tomographie des zones de 72 à 80 mm^2 (figure A.3). IX
A.2 Récapitulatif des grandeurs identifiées pour chaque température d'essai. . . XIV

Introduction générale

Contexte industriel

Depuis plusieurs années, les matériaux composites occupent une place toujours plus importante au sein des structures du secteur aérospatial comme dans beaucoup d'autres domaines (ferroviaire, automobile, aéronautique, éolien, sport, santé). C'est généralement leur rapport masse-résistance ou masse-rigidité qui en font des solutions intéressantes pour beaucoup de structures. Par ailleurs, les nombreux procédés de mise en œuvre et le nombre important de nuances de matériaux permettent la réalisation de composites très performants qui répondent à de nombreuses exigences. Dans certains cas, des études spécifiques sont nécessaires pour traiter notamment les problématiques d'assemblage composite/ composite ou composite/métal [Hart-Smith, 2004, Le Goff, 2013, Van Der Sypt, 2020], d'impact sur les structures [Bouvet et al., 2009, Kara et al., 2018] ou encore de conditions de service extrêmes (température, pression, hygrométrie) [Fu, 2013, Halm et al., 2017]. C'est également le cas pour les réservoirs cryogéniques des lanceurs spatiaux. Ces derniers permettent le stockage d'ergol liquide pour l'approvisionnement des moteurs tels que l'hydrogène liquide (20 K), l'oxygène liquide (90 K) ou encore le méthane liquide (110 K). Ils représentent une grande partie du volume total d'un lanceur spatial (figure 1). Aujourd'hui et pour la majorité des cas, ces réservoirs sont métalliques et leurs dimensions sont telles que le critère de masse est majeur dans leur développement.

Avec l'arrivée de nouveaux acteurs (SpaceX, Blue Origin), le marché des lanceurs spatiaux est de plus en plus concurrentiel. Le paramètre le plus souvent utilisé pour évaluer le coût d'accès à l'espace est le dollar par kilogramme en orbite [Reed, 2016]. La conception de réservoirs cryogéniques en composite permettrait une réduction très importante de la masse du lanceur et par conséquent une augmentation de la charge utile, et au final une baisse du prix de lancement d'une charge donnée.

La réutilisation des lanceurs permettrait d'accentuer ce gain. La probabilité de pouvoir récupérer la totalité d'un lanceur à son retour de l'espace est faible. Cependant, SpaceX laisse entrevoir cette possibilité avec la réutilisation du premier étage du lanceur Falcon 9 [Post, 2015]. Une autre solution serait de récupérer seulement une partie des éléments les plus couteux du lanceur tels que les moteurs par exemple.

Dans les deux cas, cela implique l'embarquement de technologies supplémentaires permettant le retour sur terre du lanceur ou de certains équipements. La réduction de masse de certaines structures comme les réservoirs cryogéniques pourrait compenser la masse engendrée par l'ajout des technologies nécessaires pour la récupération.

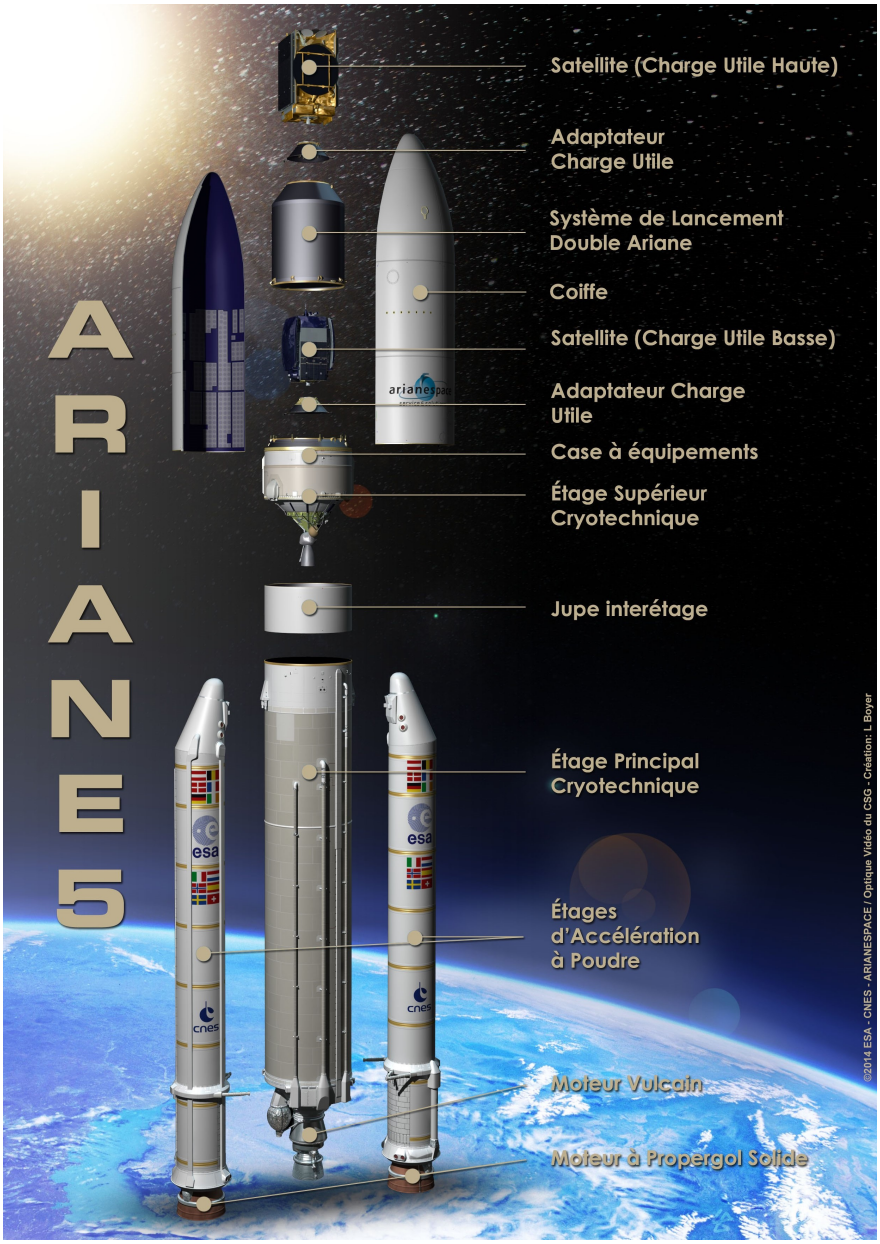


FIGURE 1 – Vue détaillée des différentes parties du lanceur Ariane 5.

Une solution envisagée pour réduire la masse consiste à réaliser des réservoirs composés d'un liner de faible épaisseur assurant l'étanchéité et d'une partie composite bobinée assurant la reprise des efforts de pressurisation et des chargements généraux. Cette solution est déjà employée pour des réservoirs de lanceurs de faibles dimensions et hautes pressions tels que les réservoirs de pressurisation hélium (4 K, pressurisées à 400 bar) ou les réservoirs d'hydrogène hyperbares pour le transport routier ($\simeq$ 20°C, pressurisés à 700 bar) [Perry et al., 2013, Halm et al., 2017].

Cependant, dans le cas du stockage d'ergol liquide pour les lanceurs spatiaux, les dimensions des réservoirs (jusqu'à 30 m de long par 5 m de diamètre) et les pressions de service nécessaires au stockage (aux alentours de 5 bar) amènent à dimensionner des structures de faibles épaisseurs. Aujourd'hui, concernant le liner, en plus de sa masse très préjudiciable pour la structure totale, c'est les technologies de fabrication sur les matériaux métalliques et les polymères qui ne permettent pas de réaliser de telles structures en respectant un coût raisonnable. De fait, le challenge de l'industrie spatiale est de réaliser des réservoirs cryogéniques en matériau composite sans liner, où la partie composite assure à la fois la tenue mécanique et l'étanchéité.

Toutefois, le développement de ces nouvelles technologies pose un certain nombre de difficultés et nécessite des investissements importants. En effet, la réalisation de structures composites sans liner devant répondre à des exigences d'étanchéité a déjà été envisagée sur la navette américaine X-33 entièrement réutilisable et mise au point par la NASA et Lockheed Martin dans les années 1990. La structure sandwich du réservoir conçue par les ingénieurs américains s'est mise à fuir lors des phases de tests de remplissage entrainant une non conformité pour le vol et causant l'abandon du projet par la NASA [Anon, 2000, Ransom et al., 2008].

Problématique

Les réservoirs d'ergol liquide peuvent contenir des fluides cryogéniques allant de 110 K à 20 K. Ces très basses températures couplées aux efforts de pressurisation et aux efforts généraux transitant par le réservoir lors du lancement induisent un chargement thermomécanique important sur la structure. A cause des dilatations différentielles entre les couches anisotropes du composite, la seule mise à froid du réservoir engendre un état de contrainte initial dans le matériau fonction de la stratification. Une sollicitation thermomécanique, même faible vis à vis du niveau de rupture, peut initier et propager des endommagements au sein du matériau. Ces endommagements se traduisent par des mécanismes microscopiques (décohésion fibre-matrice, micro-fissuration, rupture de fibres) et mésoscopiques (fissuration transverse, délaminage en pointe de fissure, rupture de torons de fibres). En fonction de l'architecture du matériau et de la sollicitation appliquée, un scénario d'endommagement se met en place. Au cours de ce scénario, l'état de contrainte dans chaque pli et les phénomènes d'interaction entre les plis induisent un amorçage et une propagation de la fissuration intra et inter-laminaire. La coalescence des endommagements génère alors un réseau de fissures.

Dès lors que ce réseau connecté traverse la totalité de l'épaisseur du réservoir, il devient un chemin de fuite se traduisant par l'apparition d'un ou plusieurs points de fuite observables sur la face extérieure du réservoir (figure 2). Ces points de fuite impactent fortement la perméabilité du réservoir cryogénique.

Cette phénoménologie conduit à introduire un critère en perméabilité qui vient s'ajouter au critère en résistance pour dimensionner un réservoir sans liner. Par ailleurs, ce critère peut être très pénalisant et conduire à une masse très élevée comparativement à une solution répondant uniquement au critère de résistance. Ainsi, une analyse fine des mécanismes conduisant à la perte d'étanchéité est primordiale pour proposer une conception viable industriellement. Le comportement élasto-endommageable du composite est régi par les propriétés mécaniques des constituants du matériau (rigidité et tenue de la matrice, des fibres et des interfaces) mais également par de nombreux paramètres géométriques (épaisseur, position et orientation des couches, agencement des fibres). Le développement d'outils expérimentaux et numériques permettant de caractériser la réponse mécanique du composite s'avère donc indispensable. Au vu du nombre de paramètres influents, l'utilisation d'un modèle peu coûteux en temps de calcul est nécessaire pour permettre une optimisation des nombreux paramètres définissant la stratification du réservoir.

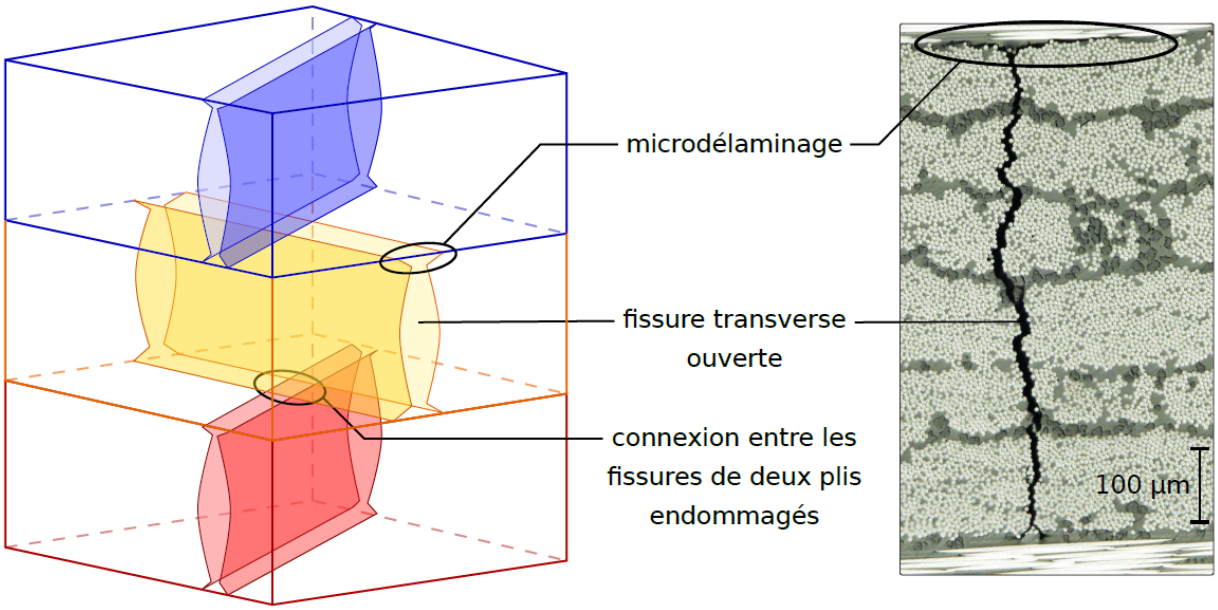


FIGURE 2 – Réseau de fissures dans trois plis endommagés.
Schéma et micrographie [Laeuffer, 2017].

Stratégie de recherche

Ces travaux s'inscrivent dans la continuité des travaux réalisés précédemment dans le cadre d'une collaboration entre l'I2M et le CNES qui se sont concrétisés par deux thèses [Malenfant, 2012, Laeuffer, 2017]. Pour cette thèse ArianeGroup a intégré le partenariat. L'objectif final de ces recherches est de proposer un méso-modèle de prédiction de la perméabilité en fonction du chargement thermomécanique appliqué sur une paroi en composite stratifié. La figure 3 illustre la stratégie de recherche permettant de construire et d'alimenter le méso-modèle prédictif à partir de données issues d'essais expérimentaux et virtuels.

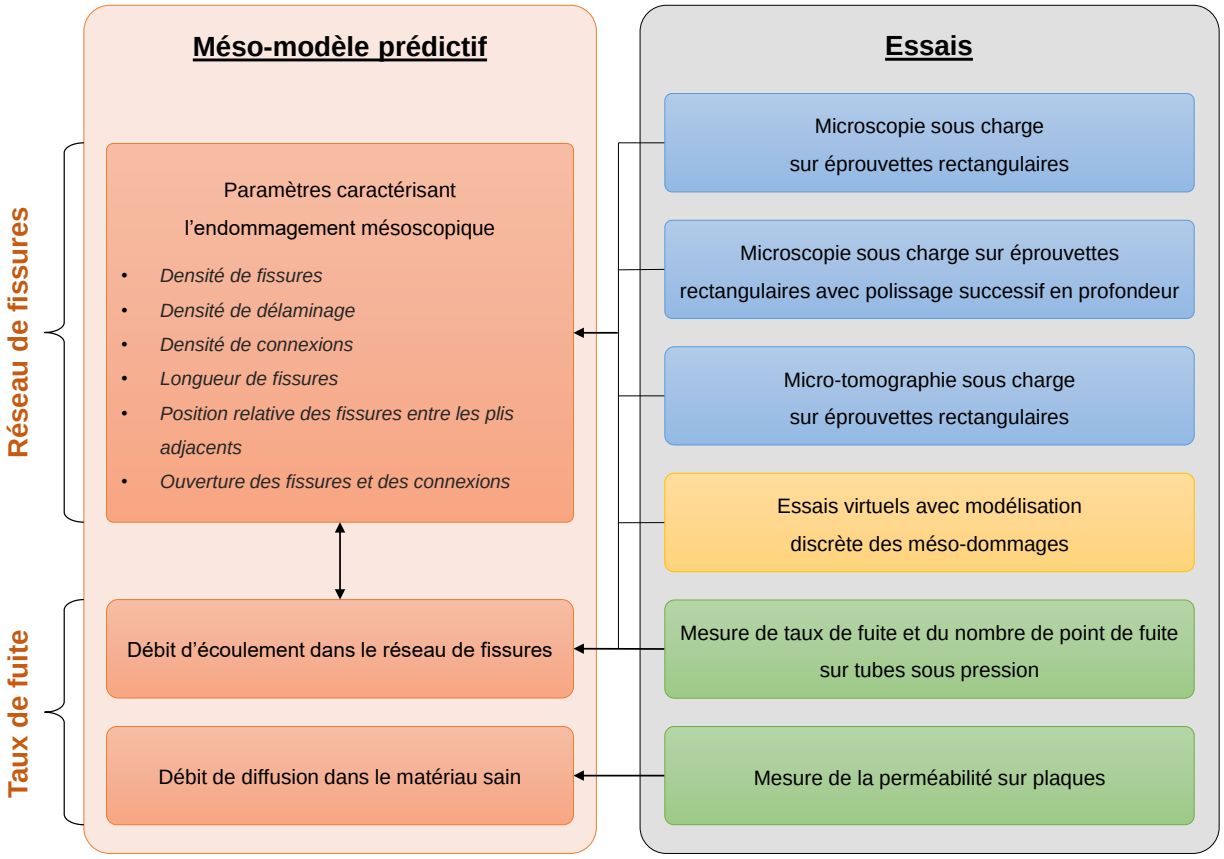


FIGURE 3 – Stratégie de recherche : construction et enrichissement d'un méso-modèle de prédiction de taux de fuite.

La mise en place d'essais sur éprouvettes rectangulaires couplée à des observations microscopiques et par micro-tomographie permettent de caractériser le comportement élastique et les mécanismes d'endommagement d'un pli unidirectionnel ainsi que les scénarios d'endommagement d'une stratification quelconque à température ambiante [Yokozeki et al., 2005b, Huchette et al., 2006, Malenfant, 2012, Laeuffer, 2017]. Aussi, des mesures de perméabilité sur éprouvettes rectangulaires ont permis de caractériser la perméabilité du matériau sain [Malenfant, 2012].

Cependant, les limites des essais sur éprouvettes rectangulaires, notamment à cause du rôle des bords libres sur l'amorçage des endommagements et l'écoulement dans le milieu fissuré, ont orienté les recherches vers le développement d'essais plus représentatifs sur des éprouvettes tubulaires. Ce type d'essai permet d'identifier le lien entre la perméabilité d'un composite stratifié et son chargement mécanique [Arbaoui et al., 2012, Laeuffer et al., 2017]. La construction du méso-modèle prédictif s'appuie sur ces différents essais. Il est basé sur une approche multi-échelles et vise à fournir des quantités moyennes. Au démarrage de la thèse, le méso-modèle était capable de prédire l'évolution de l'endommagement des plis d'une stratification quelconque soumise à un chargement plan à température ambiante sans tenir compte de l'interaction entre les plis endommagés [Laeuffer, 2017]. Le méso-modèle permet également de prédire l'ouverture des fissures transverses [Bois et al., 2014].

Objectifs de la thèse

Ce nouveau partenariat entre l'I2M, le CNES et ArianeGroup vise à exploiter ces recherches pour le développement des futures générations de lanceur telles que Ariane 6.

La finalité recherchée par l'industriel étant de dimensionner des réservoirs sans liner en matériau composite contenant des liquides cryogéniques, le méso-modèle doit être capable de prédire l'endommagement d'un composite stratifié soumis à un chargement thermomécanique. La littérature identifie deux phénomènes principaux à prendre en compte qui sont l'évolution des caractéristiques mécaniques du pli unidirectionnel avec la température et l'impact des dilatations différentielles entre les plis d'un stratifié sur l'évolution des mécanismes d'endommagement lorsque la température diminue. Pour analyser et caractériser ces phénomènes, les protocoles expérimentaux de caractérisation développés jusqu'alors à température ambiante sur éprouvettes rectangulaires et sur tubes doivent être étendus aux très basses températures.

La littérature et les travaux précédents ont démontré l'impact important des interactions entre plis endommagés dans la création des réseaux de fissures. L'observation et l'analyse de ces effets d'interaction qui se déroulent au cœur du matériau sont complexes. Même si le protocole d'observation par micro-tomographie sous charge mis en place lors de la thèse de [Laeuffer, 2017] a apporté des résultats intéressants, il ne permet pas d'appliquer des chargements thermomécaniques et/ou multi-axiaux et sa durée de mise en œuvre ne permet pas de tester un grand nombre d'éprouvettes. La mise en place d'essais virtuels modélisant de manière explicite l'évolution des méso-endommagements d'un stratifié apparait donc comme une solution pertinente. Ainsi, un des objectifs de ces travaux de thèse est de proposer une méthodologie de modélisation discrète des endommagements au sein d'un composite stratifié soumis à une sollicitation plane mono ou multi-axiale. L'utilisation couplée des essais expérimentaux et virtuels permettra d'identifier plus précisément les effets d'interaction afin de les implémenter dans le méso-modèle prédictif.

Les limites des essais sur des éprouvettes rectangulaires, notamment à cause des effets de bord qui perturbent le champ de contrainte et l'évolution des mécanismes d'endommagement dans le matériau, ont été mises en évidence par la littérature et appuyées par les travaux précédents au sein du laboratoire. Les essais sur éprouvettes tubulaires se sont avérés pertinents puisqu'ils permettent de s'affranchir des effets de bord, de mesurer la perméabilité du matériau et d'identifier les réseaux de fissures débouchants. Cependant, le montage existant n'est pas adapté aux essais à très basse température [Laeuffer et al., 2017]. Des objectifs de ces travaux seront donc de développer des montages et des protocoles expérimentaux permettant de mesurer la perméabilité d'un composite stratifié à très basse température sur des éprouvettes tubulaires sollicitées uniaxialement et biaxialement dans leur plan.

Le dernier objectif consistera à intégrer dans le méso-modèle prédictif l'impact de la diminution de la température sur le comportement du matériau ainsi que les phénomènes d'interaction entre les endommagements des différents plis. Afin d'évaluer sa pertinence, le méso-modèle pourra être confronté aux résultats des essais sur les éprouvettes tubulaires.

Organisation du manuscrit

Ce mémoire est organisé en quatre chapitres. Un premier chapitre est dédié à la caractérisation expérimentale du comportement élasto-endommageable du matériau sur éprouvettes rectangulaires de la température ambiante aux basses températures. Les verrous scientifiques et technologiques de ce type de caractérisations sont identifiés par un état de l'art. Un premier protocole permet de caractériser le comportement élastique du pli unidirectionnel. Dans un second temps, le protocole d'observation de l'endommagement sous charge par microscopie développé dans les travaux précédents est étendu aux basses températures afin de quantifier les cinétiques d'endommagement d'un pli unidirectionnel. Enfin, ce protocole d'observation sous charge est complété par des observations par micro-tomographie pour identifier les scénarios d'endommagement incluant des effets d'interaction entre plis endommagés.

Le chapitre deux présente une méthodologie de modélisation pour la mise en place d'essais virtuels. Après un état de l'art des principales méthodes et stratégies de modélisation, nous proposons trois modèles numériques de complexité croissante basés sur la méthode des zones cohésives. Un premier modèle 2D permet de poser un critère de fissuration à partir de la mécanique de la rupture. Le second modèle, 2D également, permet d'identifier la variabilité représentative du matériau nécessaire à la prédiction de la cinétique de fissuration du pli unidirectionnel. Enfin, un volume élémentaire représentatif de la méso-structure d'un stratifié est construit, puis son comportement est simulé avant d'être confronté aux essais expérimentaux afin d'appuyer la stratégie de modélisation et les observations expérimentales.

Dans le troisième chapitre, nous décrivons la mise en place d'un essai permettant de mesurer la perméabilité d'un composite stratifié en fonction du chargement thermomécanique appliqué. Après un état de l'art sur les notions employées et les essais développés dans la littérature, nous présentons les concepts et la conception de deux montages permettant de solliciter uniaxialement et biaxialement une éprouvette tubulaire de la température ambiante à -170 °C. Ensuite, nous présentons des méthodes de mesure de taux de fuite et d'observations des réseaux associés qui permettent de qualifier et de quantifier la perméabilité du matériau en fonction de son état d'endommagement. La démarche complète est validée par plusieurs essais.

Enfin, dans le quatrième et dernier chapitre, nous présentons le méso-modèle prédictif qui est étendu pour les basses températures grâce aux données issues de la caractérisation expérimentale. Les méthodes utilisées pour prendre en compte la mixité des modes de fissuration et les effets d'interaction entre plis endommagés sont présentées. Les essais expérimentaux et virtuels permettent d'identifier les paramètres du modèle. Enfin, le méso-modèle est confronté à un essai représentatif de l'application industrielle réalisé dans le chapitre 3.

Chapitre 1

Caractérisation expérimentale du matériau de l'étude sous sollicitations thermiques et mécaniques

Les composites stratifiés ont un comportement complexe qui résulte de leur microstructure et de leur anisotropie. Ce premier chapitre présente une méthodologie expérimentale pour caractériser les propriétés élastiques du pli unidirectionnel de l'étude sur une plage de température allant de l'ambiante à très basse température. Un protocole est proposé et utilisé pour obtenir la cinétique de fissuration transverse du pli unidirectionnel à basse température. Ce protocole est ensuite étendu pour étudier les interactions entre les endommagements des plis d'un même stratifié et l'impact d'un chargement multi-axial du pli. Les différents moyens d'observations et d'analyses permettront la mise en évidence de l'impact significatif des basses températures sur la réponse mécanique du matériau.

Table des matières du chapitre 1

1.1 État de l'art des essais de l'ambiante aux températures cryogéniques . . . 11
1.1.1 Les composites stratifiés . . . 11
1.1.2 Mécanique et endommagement des composites stratifiés . . . 12
1.1.3 Rôle du chargement thermique sur le comportement des composites 16
1.1.4 Bilan sur le comportement des composites stratifiés à basse température . . . 19
1.2 Matériaux et procédés . . . 20
1.2.1 Description du procédé de fabrication des éprouvettes de l'étude 20
1.2.2 Défauts de fabrication liés au procédé . . . 21
1.2.3 Analyse de l'état du matériau . . . 23
1.3 Caractérisation du comportement mésoscopique de l'ambiante à -130 °C . . . 25
1.3.1 Objectifs . . . 25
1.3.2 Présentation du protocole et de l'instrumentation . . . 26
1.3.3 Présentation et analyse des résultats . . . 28
1.4 Caractérisation de l'endommagement sous sollicitation transverse pure de l'ambiante à -130 °C . . . 33
1.4.1 Objectifs . . . 33
1.4.2 Présentation du protocole et de l'instrumentation . . . 33
1.4.3 Résultats et analyses . . . 37
1.4.3.1 Traitements des essais . . . 37
1.4.3.2 Influence de l'épaisseur du pli . . . 41
1.4.3.3 Influence de la température . . . 42
1.4.3.4 Microdélaminage en pointes de fissures . . . 44
1.5 Caractérisation de l'initiation et de la propagation des réseaux de fissures . . . 45
1.5.1 Objectifs et démarche . . . 45
1.5.2 Présentation du protocole et de l'instrumentation . . . 46
1.5.3 Résultats et analyses . . . 48
1.5.3.1 Description qualitative des scénarios d'endommagement 50
1.5.3.2 Analyses quantitatives . . . 54
1.6 Synthèse des travaux expérimentaux sur la caractérisation du matériau . . . 58

1.1 État de l'art des essais de l'ambiante aux températures cryogéniques

1.1.1 Les composites stratifiés

Les matériaux composites sont des matériaux à hautes performances mécaniques constitués d'au moins deux matériaux de natures différentes qui se complètent. Cette composition mène à un assemblage aux caractéristiques supérieures à celles de ses constituants seuls. On parle de composite à fibres longues lorsqu'une matrice assure la cohésion et le maintien d'un renfort sous forme de fibres continues. Notre étude porte uniquement sur cette famille de composite et plus particulièrement sur les composites stratifiés définis par une séquence d'empilement de plis unidirectionnels constitués eux-mêmes de fibres longues et de matrice. Les stratifiés se décomposent en trois échelles bien distinctes que l'on définit sur la figure 1.1.

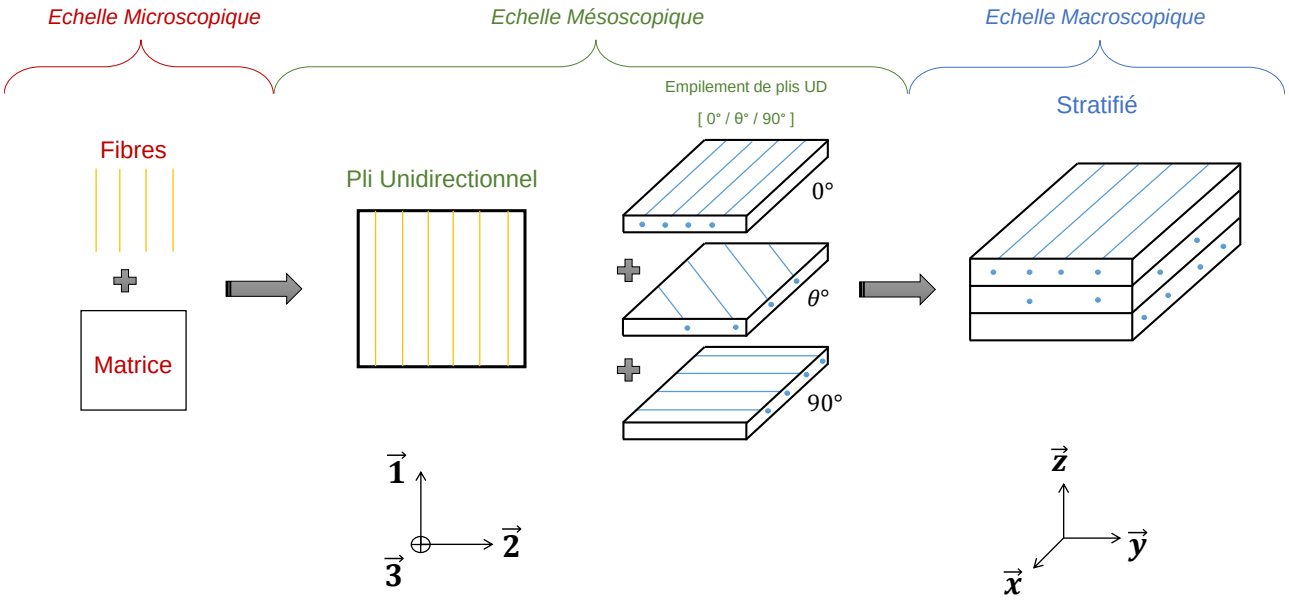


FIGURE 1.1 – Constitution d'un composite stratifié.
Définition des échelles et des repères associés.

L'échelle microscopique est l'échelle des constituants. A ce niveau, on désigne la fibre et la matrice comme deux éléments avec des caractéristiques mécaniques propres à chacun. L'échelle mésoscopique est l'échelle du pli. A cette échelle on peut définir un matériau orthotrope dont les caractéristiques mécaniques résultent d'essais expérimentaux ou de l'homogénéisation des caractéristiques des constituants. On définit un repère pli qui est composé d'une direction longitudinale $\overrightarrow{1}$, d'une direction transverse dans le plan du pli $\overrightarrow{2}$ et d'une direction normale au pli $\overrightarrow{3}$.

Enfin, l'échelle macroscopique est l'échelle du stratifié ou de la structure composite. Le repère cartésien lié à la structure est identifié par une direction longitudinale $\overrightarrow{x}$, une direction transverse $\overrightarrow{y}$ et une direction hors plan $\overrightarrow{z}$. Les caractéristiques mécaniques du stratifié sont obtenues par caractérisation expérimentale ou par homogénéisation des caractéristiques du pli unidirectionnel en tenant compte des orientations, du nombre et de l'épaisseur de chacun des plis. En fonction des besoins, on est amené à étudier le matériau à diverses échelles et réaliser des changements d'échelles à l'aide de méthodes d'homogénéisation.

Le pli unidirectionnel est fortement anisotrope puisqu'il a une direction (sens fibre) privilégiée par rapport aux autres. Les structures stratifiées utilisées dans le milieu industriel sont soumises à des sollicitations complexes et multi-axiales. De ce fait, un composite stratifié est constitué de plusieurs plis unidirectionnels disposés avec des orientations bien définies en fonction du chargement à supporter. Neuf modules d'élasticité et trois coefficients de dilatation thermique sont nécessaires pour définir le comportement thermo-élastique supposé orthotrope [Berthelot, 2012, Gay, 2014].

1.1.2 Mécanique et endommagement des composites stratifiés

Les modules d'élasticité qui régissent le comportement mécanique d'un pli unidirectionnel sollicité dans son plan sont généralement obtenus à la suite d'une campagne d'essais de traction monotone sur des éprouvettes rectangulaires. Les modules d'élasticité (longitudinaux et transverses) sont identifiés sur des empilements unidirectionnels orientés à 0° et 90° par rapport à la direction de sollicitation. Le module de cisaillement peut être identifié à partir d'essais sur stratifié [±45] et/ou [±67.5] [Huchette, 2005]. Le module de cisaillement est une donnée difficile à identifier du fait du caractère fortement non linéaire endommageable d'un stratifié [±45]. Cette réponse mécanique peut être imputée à des endommagements à l'échelle microscopique (décohésion et glissement fibre/matrice, microfissuration) ainsi qu'au comportement non linéaire de la matrice.

Au cours du chargement d'un composite stratifié, on constate l'initiation et la propagation de mécanismes d'endommagement multiples et multi-échelles. A l'échelle des constituants (microscopique), ces mécanismes se traduisent principalement par de la décohésion aux interfaces fibre/matrice. On peut également observer de la microfissuration de la matrice résultant de la coalescence des décohésions ou d'une concentration de contraintes dans une porosité du matériau. Lorsqu'une fissure traverse toute l'épaisseur du pli unidirectionnel, on parle de fissure transverse ou fissuration intra-laminaire à l'échelle mésoscopique (figure 1.2). Ce mécanisme est majeur dans la création d'un réseau de fuite. Le seuil d'apparition de ces fissures transverses dépend fortement de l'épaisseur de la couche considérée [Parvizi et al., 1978, Leguillon, 2002, Huchette, 2005]. Il a été démontré que ce seuil d'initiation est piloté par un double critère en énergie et en résistance [Garrett and Bailey, 1977, Nairn et al., 1993, Leguillon, 2002, Violeau, 2007].

La figure 1.3 décrit la transition du critère pilotant le seuil d'amorçage de la fissuration en fonction de l'épaisseur du pli. Au delà d'une certaine épaisseur de pli critique notée h_c, c'est le critère en résistance qui pilote le seuil de déformation à l'amorçage de la fissuration. Dans ce cas, le seuil d'amorçage n'évolue plus pour une épaisseur supérieure à h_c. Lorsque $h < h_c$, le seuil d'initiation de la fissuration transverse, alors régi par le critère énergétique, dépend de l'épaisseur. La courbe de la figure 1.3 nous montre tout l'intérêt de l'utilisation de plis fins dans une problématique de gestion des seuils de fissuration. Ainsi, la création du réseau de fissures menant à la fuite peut être également repoussée.

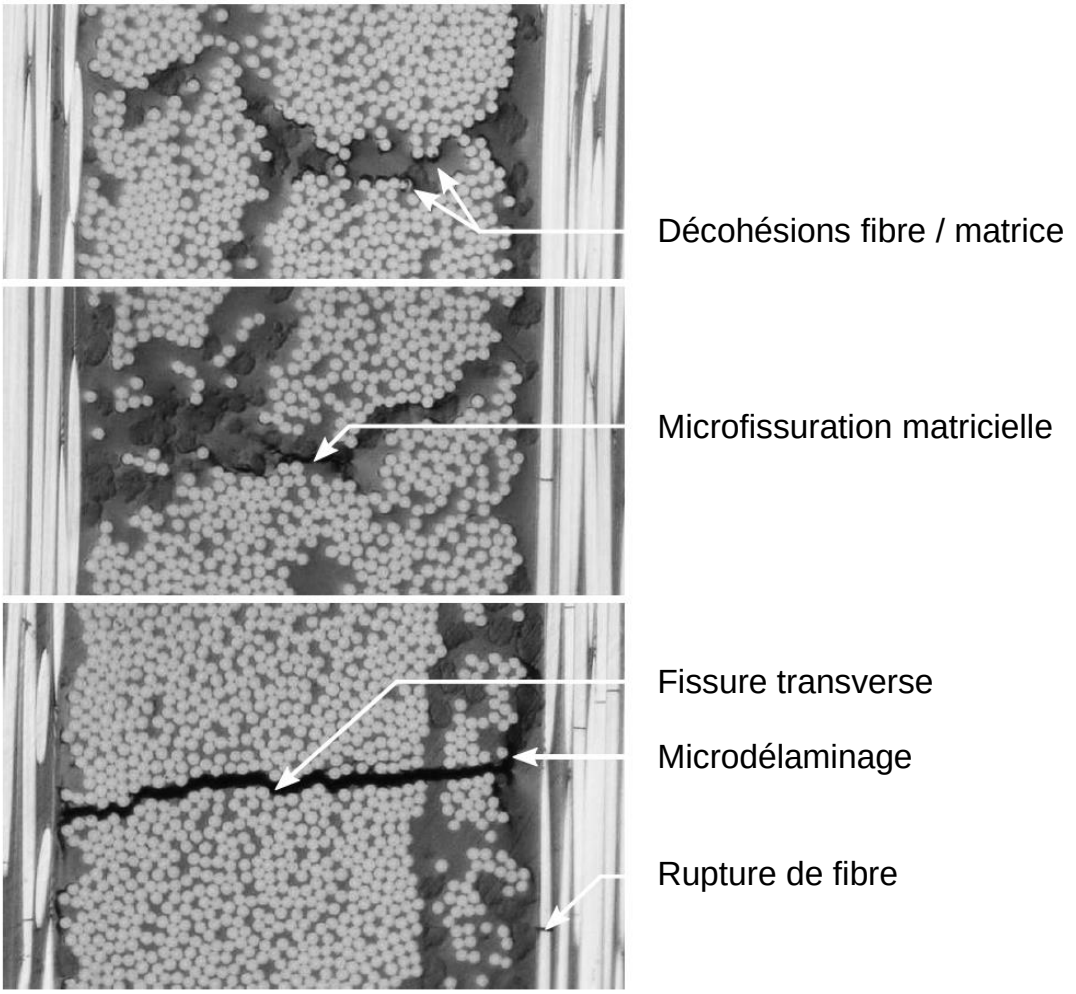


FIGURE 1.2 – Principaux mécanismes d'endommagement d'un composite stratifié [Laeuffer, 2017].

Lorsque la fissure transverse atteint l'interface entre deux plis, une concentration de contraintes est générée ce qui favorise l'apparition d'une fissuration inter-laminaire généralement dénommée micro-délaminage (figure 1.2). Ce type de fissuration empêche le transfert de charge d'un pli à l'autre, augmente la taille de la zone déchargée dans le pli fissuré et limite la création de nouvelles fissures transverses dans cette zone.

Ce mécanisme est difficile à caractériser car il apparait souvent à cause d'effets de bord et disparait à cœur de l'éprouvette [Laeuffer, 2017]. Il est cependant indispensable de l'étudier dans une problématique de chemin de fuite puisqu'il accroit l'ouverture des fissures transverses [Bois et al., 2014] et pilote la connexion entre les fissures des différents plis [Laeuffer, 2017]. Au cours du chargement, l'endommagement intra et inter-laminaire augmente et induit un mauvais transfert de charge entre les fibres et les plis. Il s'ensuit la rupture des fibres les plus sollicitées puis la ruine de la structure.

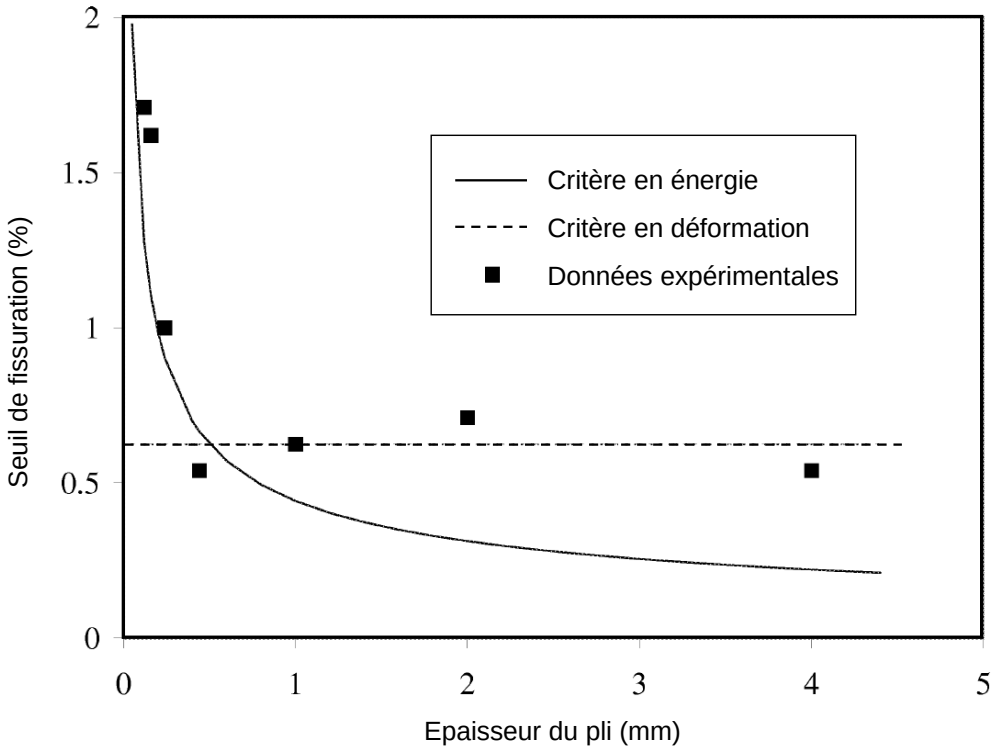


FIGURE 1.3 – Seuil d'amorçage de la fissuration transverse en fonction de l'épaisseur de la couche considérée [Leguillon, 2002].

Un deuxième paramètre régissant le phénomène de fissuration transverse et le scénario d'endommagement du composite stratifié est la séquence d'empilement du matériau. En effet, plusieurs études mettent en évidence l'impact significatif de l'endommagement d'un pli sur les plis qui lui sont adjacents [Yokozeki et al., 2005b, Kim et al., 2006]. Ces études montrent que la création d'une fissure transverse dans un pli engendre la création quasi instantanée de fissures transverses courtes dans les plis accolés [Lavoie and Adolfsson, 2001]. Le critère en résistance est activé localement par la concentration de contraintes générée par la première fissure transverse. Ce phénomène est observé sur plusieurs épaisseurs de pli. On suppose alors que le critère énergétique est également activé localement par une augmentation du taux de restitution d'énergie induit par la modification de l'état de chargement au voisinage de la fissure. Le seuil d'endommagement des plis d'une même stratification peut donc être fortement impacté par ce phénomène d'interaction.

Les phénomènes d'interaction entre plis sont difficilement quantifiables par une méthode classique d'observation microscopique sur les bords de l'éprouvette. De fait, le recours aux rayons X [Yokozeki et al., 2006] et à la micro-tomographie pour avoir accès directement au cœur du matériau est généralement employé (figure 1.4). L'ouverture des fissures est indispensable pour pouvoir les observer et les quantifier. Divers dispositifs de mise sous charge pour la réalisation d'observations in-situ ont donc été réalisés [Germaneau, 2007, Scott et al., 2012, Morandi, 2014, Laeuffer, 2017].

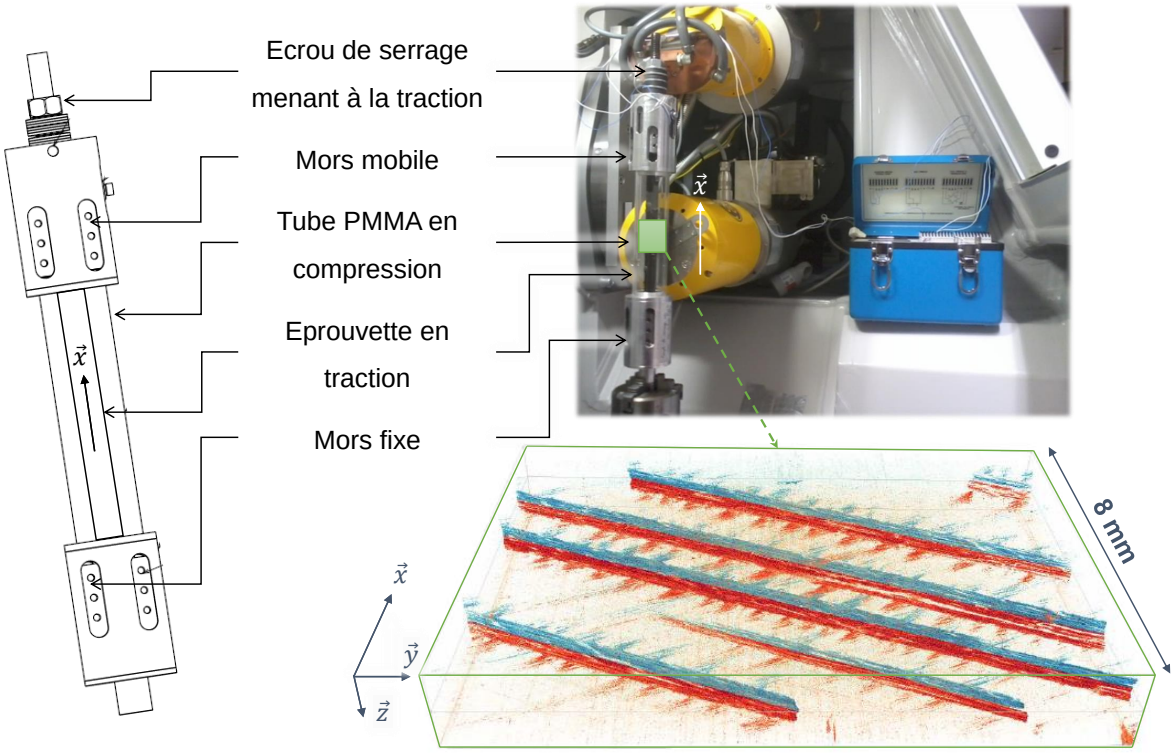


FIGURE 1.4 – Dispositif de traction uniaxiale pour la réalisation d'observation in-situ et réseau obtenu par micro-tomographie [Laeuffer, 2017].

En fonction de la stratification et du type de sollicitation, les plis sont généralement soumis à un chargement mixte (transverse et de cisaillement). L'évolution des deux méso-mécanismes présentés est principalement régie par un mode d'ouverture normale (mode I). En effet, la propagation de la fissuration transverse et du délaminage intervient pour un taux de restitution d'énergie inférieur en mode normal qu'en mode de cisaillement (plan et anti-plan). Plusieurs formulations théoriques ont été proposées pour prendre en compte ces proportions d'énergie dans la description de l'endommagement [Benzeggagh and Kenane, 1996, Vandellos, 2011]. Fort de ce constat, [Laeuffer, 2017] montre expérimentalement que le cisaillement a peu d'influence sur le processus de fissuration transverse.

1.1.3 Rôle du chargement thermique sur le comportement des composites

L'influence de la température sur les caractéristiques du pli unidirectionnel peut être quantifiée en réalisant des essais de caractérisation en environnement contrôlé à l'aide d'une enceinte thermique (figure 1.5a) dans laquelle un liquide cryogénique (azote liquide LN2 ou hélium liquide LHe) est pulvérisé et vaporisé [Liu et al., 2011, Yu et al., 2014]. Cette première possibilité a l'avantage de permettre le contrôle de la descente en température et la réalisation d'essais de la température ambiante aux basses températures ($\simeq$ -150 °C). Une seconde possibilité est de réaliser des dispositifs dédiés à la réalisation d'essais en immersion dans le liquide cryogénique, souvent à 77 K dans l'azote liquide (figure 1.5b). L'avantage est de réaliser des essais à très basse température de manière stable sans consommer trop de fluide cryogénique [Aoki et al., 2001, Li et al., 2016]. En revanche, la difficulté réside dans le fait de contrôler la descente jusqu'à la température du liquide pour éviter les gradients thermiques trop importants et l'endommagement du matériau qui en résulte à cause des dilatations différentielles et des contraintes internes générées.



(a) Environnement contrôlé [Yu et al., 2014]



(b) Immersion LN2 [Li et al., 2016]

FIGURE 1.5 – Dispositifs de traction à basse température.

L'application d'un chargement thermique complexifie le comportement des composites et son analyse. En effet, plusieurs phénomènes sont à prendre en compte [Sápi and Butler, 2020]. Le premier phénomène à étudier est la variation de volume du matériau dès lors qu'on lui applique une variation de température, dénommée dilatation thermique. En fonction de la différence de température et de son coefficient de dilatation, le matériau se dilate ou se rétracte.

La structure d'un composite stratifié et le caractère orthotrope d'un pli unidirectionnel induisent des dilatations différentielles entre les plis qui dépendent de l'empilement. Cela se traduit par l'apparition de contraintes internes au sein du stratifié. Ces phénomènes se produisent aussi à l'échelle micro, mais comme les contraintes engendrées ne dépendent pas de l'empilement, le phénomène est implicitement intégré dans la caractérisation du pli unidirectionnel. En fonction de la vitesse (gradient de température) et de l'intensité du chargement thermique, ces dilatations différentielles peuvent générer de l'endommagement dans le matériau avant même l'application d'un quelconque chargement mécanique. Compte tenu de l'application industrielle et d'éventuelles problématiques de cyclages des réservoirs, certains auteurs se sont intéressés à l'impact du chargement thermique seul sur l'endommagement du matériau [Timmerman et al., 2002, Bechel et al., 2003, Bechel and Kim, 2004, Donaldson et al., 2004, Donaldson and Kim, 2005, Lafarie-Frenot and Ho, 2006, Kim and Donaldson, 2006, Grogan et al., 2014b]. Il ressort de ces essais l'apparition des mêmes mécanismes d'endommagement qu'à température ambiante, qui sont principalement du micro-délaminage et de la fissuration transverse. Sous chargement thermique seul, il est nécessaire de créer des conditions très défavorables pour initier l'endommagement.

Ces études montrent que l'endommagement du matériau apparait lorsque le nombre de cycles thermiques est important et uniquement sur des stratifiés composés de plusieurs plis d'épaisseur intermédiaire (140 µm) regroupés ou de plis épais (600 µm). La variation de température doit être conséquente et brutale. Par exemple, une immersion dans l'azote liquide à partir de la température ambiante ($\Delta T > 216$ °C). Le gradient de température alors généré entre les couches peut entrainer l'amorçage de la fissuration car la dilatation brutale des couches extérieures n'est pas suivie instantanément par le reste des plis. Certains plis sont alors soumis à un état de contraintes important. C'est d'ailleurs souvent les plis extérieurs qui fissurent en premier (figure 1.6). [Grogan et al., 2014b] mentionnent que les scénarios d'endommagement varient en fonction de la stratification comme on a pu l'observer à température ambiante. En effet, une stratification composée de plis très désorientés génère une fissuration inter-laminaire importante (délaminage) en comparaison à un stratifié quasi isotrope (dans le plan) dans lequel s'amorce plus de fissuration intra-laminaire (fissuration transverse).

Le second phénomène important induit par un chargement thermique est l'évolution des propriétés mécaniques et thermiques du matériau lorsque la température diminue. [Ahlborn and Knaak, 1988, Reed and Walsh, 1994, Reed and Golda, 1994, Shi, 2018] montrent que le module d'Young longitudinal est faiblement affecté car ce dernier est piloté par le comportement des fibres qui varie peu avec la température. Dans le sens transverse, c'est le comportement de la matrice qui pilote la réponse mécanique du pli. En fonction des paramètres de sollicitation (vitesse de déformation et température d'essai), la matrice passe d'un comportement ductile-fragile à fragile.

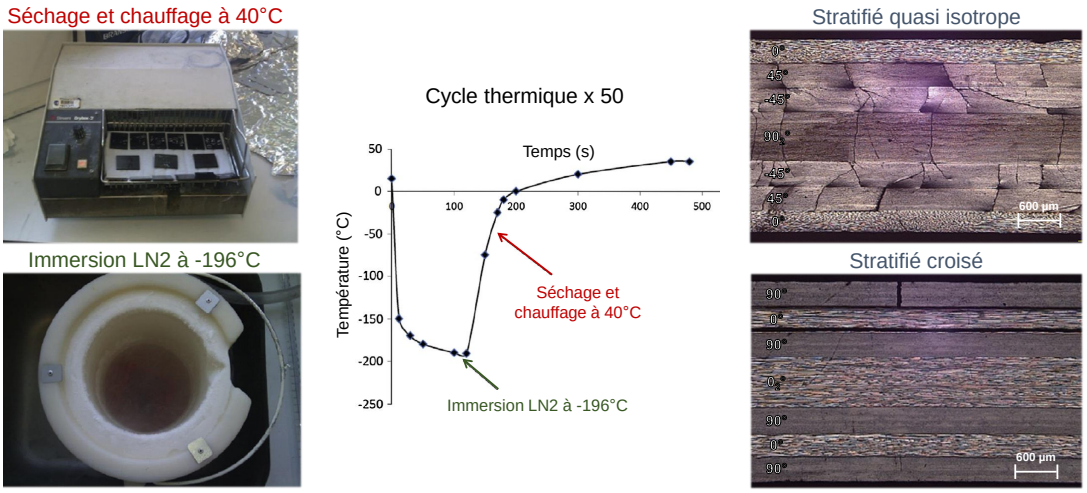


FIGURE 1.6 – Cyclages thermiques et observations microscopiques [Grogan et al., 2014b].

Une température extrêmement basse ralentit le mouvement aux niveaux atomiques et augmente l'énergie de liaison moléculaire interne ce qui favorise un équilibre structurel pur dans tout le matériau. De fait, de la température ambiante aux très basses températures, l'allongement à la rupture diminue, mais la ténacité de la résine augmente. En fonction du type de résine considéré, l'énergie de rupture peut également augmenter lorsque la température diminue. Ces modifications engendrent une rigidification de la résine [Nobelen et al., 2003, Pavlick et al., 2009, Fu, 2013] et donc le module transverse du pli unidirectionnel augmente. Le caractère visqueux de la résine est moins prépondérant à basse température. Aussi, la diminution de la température a pour effet d'atténuer la non-linéarité en cisaillement de la matrice qui se rigidifie [Gates et al., 2012, Boissin et al., 2017]. Cette rigidification agit également sur les interfaces fibre/matrice favorisant le mécanisme de décohésion fibre/matrice [Feng et al., 2014, Li et al., 2016].

Le coefficient de dilatation longitudinal est quasiment nul car les fibres sont peu impactées par la température. En revanche, [Schutz, 1998, Aoki et al., 2000, Kumazawa and Whitcomb, 2008, Wei et al., 2015] montrent que le coefficient de dilatation transverse est atténué de manière significative par la diminution de la température ($\alpha_2 = 25.10^{-6}$ °C^{-1} à 20 °C contre $\alpha_2 = 15.10^{-6}$ °C^{-1} à -150 °C). L'identification du coefficient de dilatation peut être réalisée à l'aide de jauge de déformation si on connait le comportement de la jauge lorsque la température varie. Pour cela, il est nécessaire d'avoir fait le même cycle thermique avec un matériau étalon pour lequel le coefficient de dilatation est parfaitement identifié sur la plage de température visée. En prenant en compte l'évolution de la résistivité de la jauge et sa dilatation thermique, on peut mesurer la dilatation de notre matériau. Une seconde possibilité est d'utiliser un dilatomètre fonctionnant sur la plage de température souhaitée. Le dilatomètre est étalonné à partir d'un matériau étalon, tel qu'un barreau de silice par exemple. Cet étalonnage permet donc de déduire l'évolution de la dilatation du matériau placé au sein de l'appareil de mesure [Wei et al., 2015].

1.1.4 Bilan sur le comportement des composites stratifiés à basse température

La compréhension du comportement mécanique des composites stratifiés sous chargement thermomécanique est indispensable pour le dimensionnement de réservoirs cryogéniques en composite sans liner. Les protocoles de caractérisation des modules d'élasticité et des constantes thermiques régissant l'orthotropie du matériau de l'ambiante aux très basses températures sont connus et maitrisés. Ils ont permis de mettre en évidence la faible variation des propriétés longitudinales des composites à fibre de carbone et matrice polymère lorsque la température diminue. Dans la direction transverse et de cisaillement, les caractéristiques sont pilotées par le comportement de la matrice et sont donc significativement impactées par la diminution de la température en raison de la rigidification de la résine polymère.

Les fuites observées sur les réservoirs cryogéniques étant dues à des réseaux de fissures créés au sein du composite, la quantification de l'endommagement du composite doit être menée parallèlement à la caractérisation du comportement élastique du matériau. Des mécanismes multiples et multi-échelles se développent au sein du stratifié. Les mécanismes présents à basse température semblent identiques à ceux observés à température ambiante. Le scénario d'endommagement dépend des paramètres géométriques de la stratification qui sont l'épaisseur et les orientations de pli. L'endommagement des composites stratifiés est généralement quantifié à l'aide d'observations par microscopie et micro-tomographie.

A température ambiante, les mécanismes et les scénarios d'endommagement sont bien identifiés dans la littérature. En revanche, la difficulté réside dans l'analyse et l'observation de ces phénomènes lorsque la température diminue. Les protocoles existants permettant de mesurer l'impact des conditions cryogéniques sur l'endommagement du matériau composite se font principalement sous chargement thermique seul. Ce seul chargement n'est pas suffisant pour endommager de manière représentative le matériau. De fait, des cyclages thermiques sont réalisés et justifiés par la perspective d'éventuels réservoirs réutilisables. Le besoin actuel des industriels est de concevoir des réservoirs cryogéniques fiables lorsqu'ils sont soumis à un chargement thermomécanique quasi-statique dans un premier temps.

Le manque d'information cible principalement les essais de caractérisation de l'endommagement des stratifiés sous chargement thermomécanique. Les sections suivantes de ce chapitre proposent des protocoles expérimentaux permettant de caractériser le comportement ainsi que les mécanismes et les scénarios d'endommagement d'un composite stratifié sous chargement thermomécanique. Ces protocoles permettront d'identifier l'impact des dilatations différentielles et de l'évolution des caractéristiques du pli unidirectionnel sur les mécanismes et les scénarios d'endommagement lorsque la température diminue.

1.2 Matériaux et procédés

1.2.1 Description du procédé de fabrication des éprouvettes de l'étude

Le matériau de l'étude est un composite stratifié unidirectionnel composé de renforts à fibre longue de carbone de module intermédiaire et d'une matrice de type résine époxy non ductilisée. Plusieurs stratifications ont été choisies pour identifier, de la température ambiante aux conditions cryogéniques, les caractéristiques mécaniques et thermiques du pli unidirectionnel ainsi que les mécanismes et les scénarios d'endommagement. Les stratifications ont été drapées [1] sous forme de plaques carrées de côté 300 mm et de tubes de longueur 500 mm et de diamètre intérieur 100 mm. Deux types de densité surfacique ont été utilisés et ont permis l'obtention de couches allant de 71 µm (1 pli de grammage 75 g/m^2) à 572 µm (4 plis de grammage 150 g/m^2). Ces pièces ont été fabriquées par un procédé de placement automatisé de fibres (AFP pour Automated Fiber Placement, figure 1.7). Ce procédé dépose plusieurs mèches (1/2/4/8/16/32) de 3,175 mm, 6,35 mm ou 12,7 mm de large. Chacune des mèches est issue d'une nappe mère de composite unidirectionnel au grammage défini.

Ce procédé est proche du procédé ATL (Automated Tape Layup) qui consiste à déposer des nappes (format initial du matériau avant le slittage qui consiste à séparer la nappe en plusieurs mèches de fibres) de plus grande largeur (75 mm, 150 mm ou 300 mm). Le procédé AFP a l'avantage de permettre le drapage de forme complexe seulement limitée par le rayon de courbure de la mèche, même si aujourd'hui, certains robots peuvent draper avec une seule mèche offrant alors la possibilité d'atteindre des rayons très petits. La multitude de tête de dépose AFP complète parfaitement les possibilités qu'offre le procédé ATL et ouvre de nouvelles perspectives en terme de fabrication composite industrielle. La fabrication des réservoirs composites était jusqu'alors surtout réalisée par enroulement filamentaire. Ce procédé limite les possibilités de géométrie et de séquence d'empilement. En effet, la séquence d'enroulement se fait soit circonférentiellement soit de manière hélicoïdale ce qui engendre des chevauchements qui peuvent être néfastes au comportement d'une structure de faible épaisseur. Ce moyen est en revanche efficace pour les réservoirs de stockage haute pression de fortes épaisseurs grâce ses grandes vitesses de dépose [Pilato, 2011]. La fabrication de réservoirs possédant un ratio longueur (ou largeur) sur épaisseur très grand pourrait cibler le procédé AFP qui offre plus de possibilités de drapage avec notamment la possibilité d'avoir des variations d'épaisseur et donc de renforcer certaines zones par exemple. C'est pour cela qu'il a été choisi de réaliser les échantillons et structures de l'étude à l'aide de ce procédé.

1. Dans le jargon composite, le terme "draper" désigne le fait de déposer les couches successivement lors de la fabrication du composite stratifié.

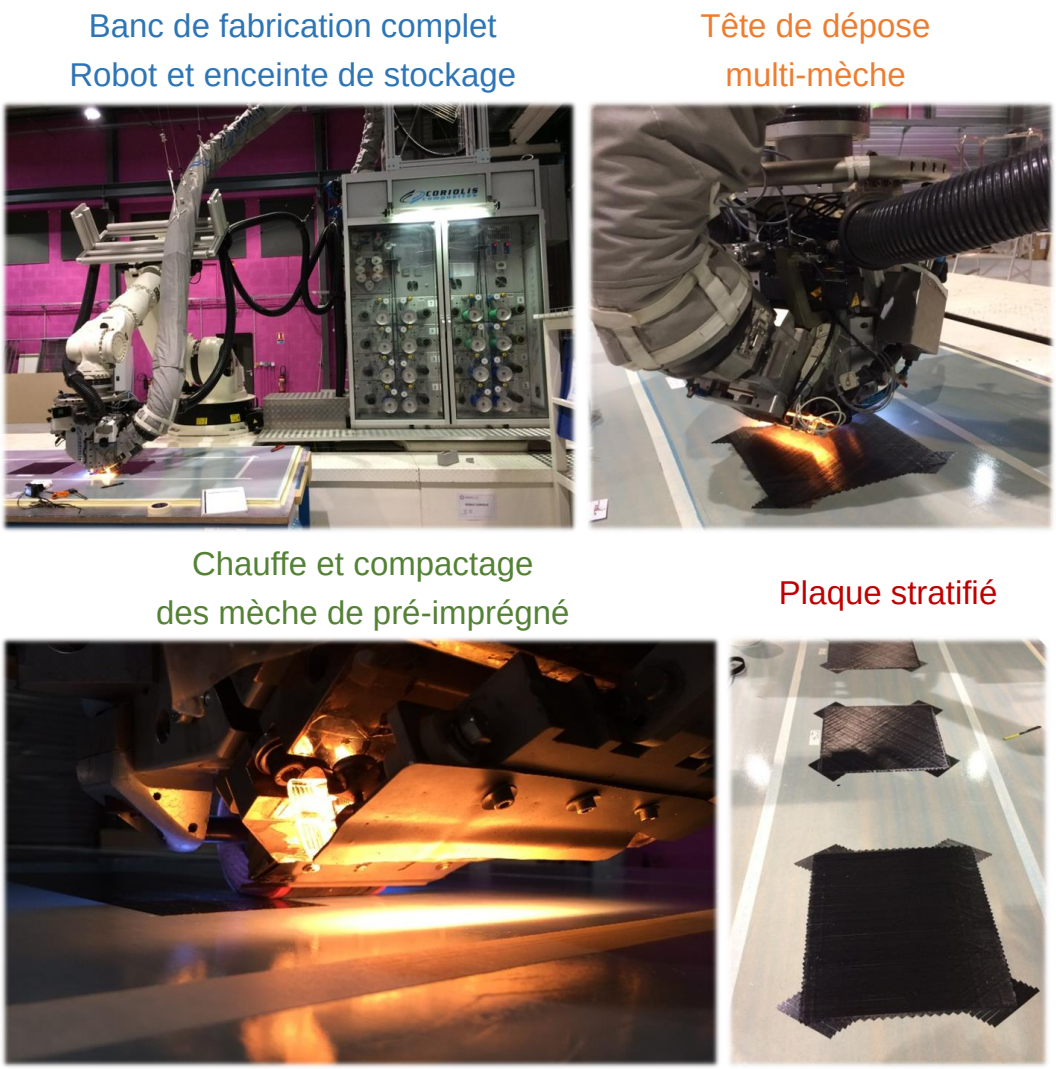
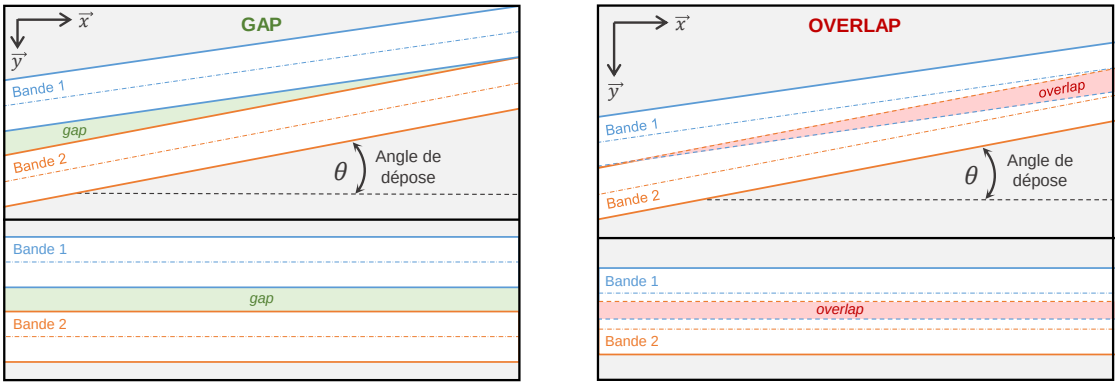


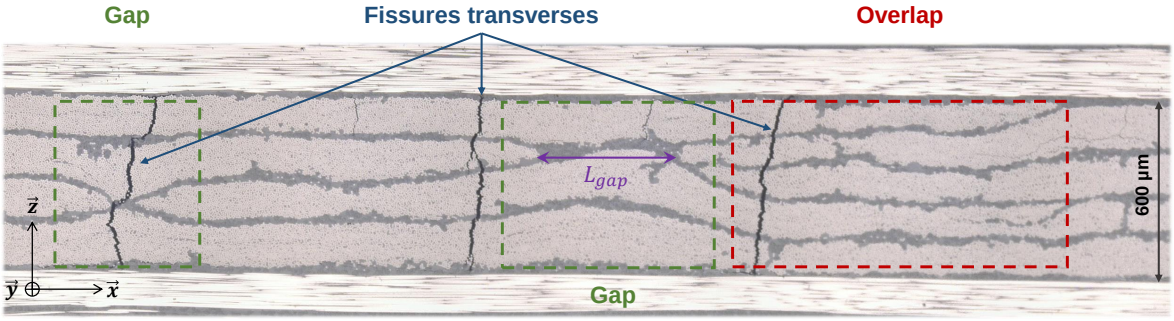
FIGURE 1.7 – Fabrication des plaques de l'étude par placement automatisé de fibres.

1.2.2 Défauts de fabrication liés au procédé

La fabrication par placement automatisé de fibres permet de fabriquer des pièces complexes de manière reproductible et à des cadences industrielles (vitesse de drapage jusqu'à 1,2 m/s). Cependant, des défauts inhérents au procédé sont créés lors de la fabrication. Deux défauts principaux ont été identifiés (figure 1.8a). Un espace entre deux mèches, souvent appelé "gap" peut induire une zone riche en résine. Des zones présentant un recouvrement de deux mèches sont communément appelées "overlap". Ce défaut engendre une zone plutôt riche en fibre. Dans les deux cas, on observe des ondulations de fibres et des variations d'épaisseur de pli. La figure 1.8b est une observation microscopique d'une coupe transversale d'un stratifié $[0_2/90_2]_S$. On y retrouve les deux défauts AFP décrits précédemment et présents initialement dans le matériau. On peut également observer le mécanisme de fissuration transverse apparu dans des zones de défauts et dans une zone nominale après sollicitation du matériau. Des études ont été menées pour quantifier l'impact de ces singularités sur les propriétés du composite [Lan, 2016].



(a) Schématisations des défauts dans le plan du stratifié - Plan XY.



(b) Observation microscopique dans l'épaisseur du stratifié - Plan XZ.

FIGURE 1.8 – Schématisations et observation microscopique des défauts AFP.

L'introduction de défauts locaux volontaires a été réalisée lors de la fabrication. Il est montré que les mouvements de la matière lors de la cuisson induisent une réorganisation de la microstructure locale au sein d'une couche même composée de plusieurs plis de même orientation. Ce phénomène de réorganisation est favorisé lorsqu'une contre plaque est utilisée lors de la cuisson du matériau. Ainsi, l'inter-mèche intégré volontairement est quasiment invisible lors d'observations microscopiques post-cuisson. En revanche, lorsqu'il s'agit d'un stratifié avec plusieurs orientations, les mouvements de matière hors plan ne sont pas possibles et notamment ceux des fibres. Des zones riches en résine sont alors créées. Cependant, les essais montrent une influence négligeable des défauts lorsque l'on utilise une contre plaque qui facilite le phénomène de réorganisation. L'introduction de ces défauts dépend fortement des paramètres de dépose (nombre de mèche, vitesse de drapage, compactage, chauffage de la mèche lors du drapage) et du type de pièces fabriquées (courbure importante). Certaines règles et tolérances ont été mises en place pour limiter l'impact des défauts sur la réponse mécanique macroscopique des pièces composites. Ces règles visent à préférer l'introduction d'espace entre mèches ("gap") au recouvrement. Ces espaces sont généralement limités par une tolérance inférieure 2 mm. Le rayon de courbure dans le plan de la mèche peut également engendrer l'introduction de défauts tels que l'apparition d'un décollement ou d'un plissement local de la mèche. Ce phénomène prend de l'importance lorsque la largeur de la mèche augmente.

En effet, les contraintes de compression dans la partie intérieure de la mèche sont accrues et induisent un décollement. Des travaux expérimentaux et analytiques ont été menés par [Beakou et al., 2011] pour déterminer la charge critique de flambement et le rayon de courbure minimal associé en fonction de la largeur d'une mèche. Pour une largeur de mèche de 6,35 mm comme celle utilisée pour l'étude, certains auteurs préconisent deux rayons de courbures différents. En fait, il a été démontré que ce défaut est fortement dépendant des paramètres de fabrication, notamment de la vitesse de dépose et de la force de compactage choisies.

1.2.3 Analyse de l'état du matériau

Les stratifications choisies pour les essais sur des éprouvettes rectangulaires ne contiennent que des plis unidirectionnels donc aucun décollement ou plissement n'a été relevé au cours de la fabrication.

Pour les stratifications de grammage intermédiaire (150 g/m^2), quelques défauts de type "gap" ont été relevés. L'épaisseur des couches (143 µm minimum) permet des mouvements de matière suffisants pour combler la plupart des espaces générés. Seuls certains "gap" créés en limite de tolérance engendrent une zone riche en résine car les mouvements de matière n'ont pas été suffisants. Si on définit une longueur de défauts comme étant la longueur cumulée des longueurs de "gap" (figure 1.8) et "overlap" dans le plan du pli unidirectionnel, nous pouvons quantifier la présence de défauts dans un pli sur une longueur d'observation. L'étude de l'épaisseur d'une plaque par microscopie indique un ratio longueur de défaut (longueur entre mèche ou de recouvrement) sur la longueur de couche observée (80 mm), L_{defaut}/L_{obs}, inférieur à 0,4 %, valeur que l'on peut supposer peu influente sur le comportement thermomécanique macroscopique de notre matériau [Lan, 2016]. Ce ratio a tendance à diminuer lorsque l'épaisseur de la couche augmente car les mouvements de matière sont plus importants et suffisent à annihiler le défaut. Lors du drapage des plaques de faible grammage (75 g/m^2) et notamment pour les couches simples (71 µm), la matière au voisinage d'un défaut de type "gap" se réorganise difficilement lors de la polymérisation. On peut alors noter un ratio L_{defaut}/L_{obs} allant jusqu'à 1,5 %. Dans le cas des plis fins, il est intéressant de noter que la zone riche en résine logiquement générée à l'endroit du gap n'existe pas. En effet, le compactage et la cuisson sous pression font que c'est la couche adjacente à la couche contenant le défaut qui a tendance à combler l'artéfact (figure 1.9). Cela engendre une ondulation des fibres des couches adjacentes. De manière générale, pour les plaques drapées pour l'étude, nous pouvons noter une épaisseur globale du stratifié relativement stable sur la longueur de l'éprouvette malgré la présence de défauts locaux. Le nombre et la taille des défauts relevés sur nos plaques restent faibles vis à vis des tolérances généralement préconisées. Nous pouvons attribuer ce constat à la simplicité géométrique des plaques fabriquées.

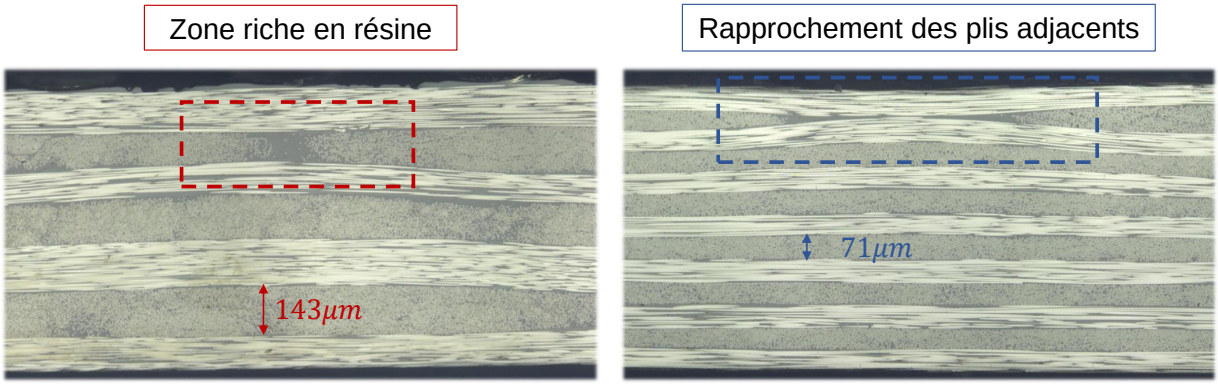


FIGURE 1.9 – Mouvement de matière au niveau d'un "gap" en fonction de l'épaisseur de la couche considérée.

Pour les structures de révolution, tels que les tubes fabriqués pour les essais du chapitre 3, la maitrise de ces défauts est plus complexe. La présence d'une courbure couplée aux angles de dépose choisis pour la stratification nécessite une pré-étude avant la fabrication. On peut identifier deux stratégies principales pour le drapage :

- La première option est d'ajuster les angles de dépose pour que le nombre de mèches le long de la pièce soit entier. Les défauts ("gap") sont alors minimisés mais une attention particulière doit être portée aux angles de dépose ajustés. En effet, les caractéristiques de la stratification (équilibre et symétrie) doivent être maintenues pour ne pas perturber la réponse mécanique de la pièce.
- D'un autre point de vue, il est possible de fixer les angles de dépose par rapport à une réponse mécanique de la pièce exigée. En minimisant aussi le nombre et la taille des défauts, le nombre de mèches théorique ne sera pas forcément entier. De ce fait, la stratégie de dépose sera de favoriser les défauts de type "gap" et de les répartir le long de la pièce de manière homogène dans le but d'avoir un nombre entier de mèches tout en restant dans les tolérances de fabrication.

De manière plus synthétique, soit on choisit d'optimiser les "gap" ce qui implique des contraintes sur la stratification, soit on part de la stratification souhaitée qui induit des "gap" assumés dans le matériau. Pour notre étude, nous avons choisi la deuxième stratégie de dépose en fixant les angles de stratification des tubes. Le nombre de défauts de type "gap" n'est pas significativement supérieur à celui relevé sur les plaques. En revanche, la taille de ces défauts est généralement en limite de tolérance ce qui induit un taux de défaut plus important sur nos éprouvettes tubulaires. Une attention particulière de leur impact sera portée sur les résultats obtenus lors des essais du chapitre 3.

1.3 Caractérisation du comportement mésoscopique de l'ambiante à -130 °C

1.3.1 Objectifs

Cette partie traite de la caractérisation des constantes d'élasticité et des niveaux de rupture du matériau de la température ambiante aux très basses températures. L'idée est de quantifier l'évolution du comportement mésoscopique du pli unidirectionnel lorsque la température diminue. Les caractéristiques pourront ensuite être implémentées dans une modélisation explicite du processus de fissuration et dans le méso-modèle d'endommagement. Elles permettront également de définir le comportement mécanique des différentes stratifications étudiées lors de la suite des travaux à l'aide de la théorie des stratifiés. Les réservoirs cryogéniques sont des structures minces sollicitées principalement en membrane. Les caractéristiques hors plan ne seront donc pas étudiées dans cette partie.

Pour rappel, le comportement dans le plan d'un pli unidirectionnel orthotrope est régi par neuf constantes d'élasticité et trois coefficients de dilatation thermique (cf. sous-section 1.1.1). L'obtention des modules d'élasticité se fait à l'aide d'essais uniaxiaux dans la direction longitudinale et transversale du pli ainsi que sur un stratifié $\pm 45°$ à plusieurs températures. La fabrication de trois stratifications orientées suivant ces directions principales a donc été réalisée par placement automatisé de fibres. Les séquences d'empilement $[0]_8$, $[90]_8$ et $[\pm 45]_{2S}$ sont composées de huit plis de grammage 150 g/m^2 (épaisseur de pli d'environ 143 µm). Les caractéristiques mécaniques seront déterminées à trois températures différentes 20 °C, -80 °C et -130 °C pour permettre d'identifier l'évolution du comportement matériau lorsque la température diminue avec un nombre d'essais raisonnable.

Certaines études mettent en avant la nécessité de prendre en compte la température de polymérisation pour une prédiction précise de l'état de contraintes résiduelle dans le matériau avant même l'introduction d'un chargement quelconque [Lubineau, 2008]. Des contraintes d'origine hydrique sont également présentes dans les composites stratifiés en raison du gonflement de la matrice engendré par l'absorption d'eau après la fabrication. Celles-ci s'opposent à celles créées lors du refroidissement après la polymérisation. Nous avons décidé dans ces travaux de ne pas prendre en compte ces deux effets et de considérer le matériau libre de contrainte à la température ambiante à l'échelle du pli quel que soit la stratification.

Avant la réalisation des essais, des observations microscopiques (figure 1.10) ont été réalisées pour valider la séquence d'empilement et les axes de découpe. À travers ces microscopies, nous pouvons également remarquer que la santé matière est très bonne puisque le taux de porosité est extrêmement faible au sein du matériau.

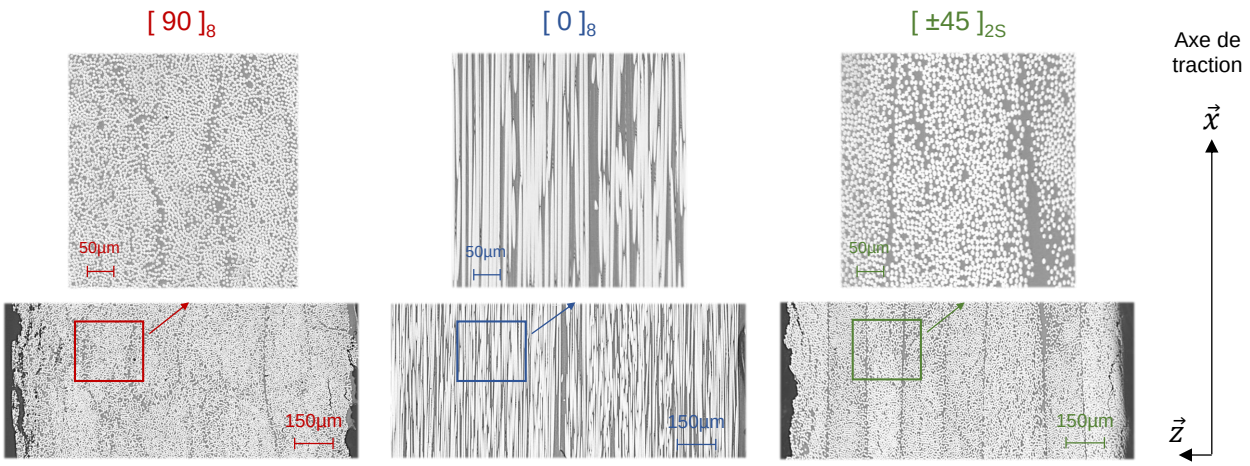


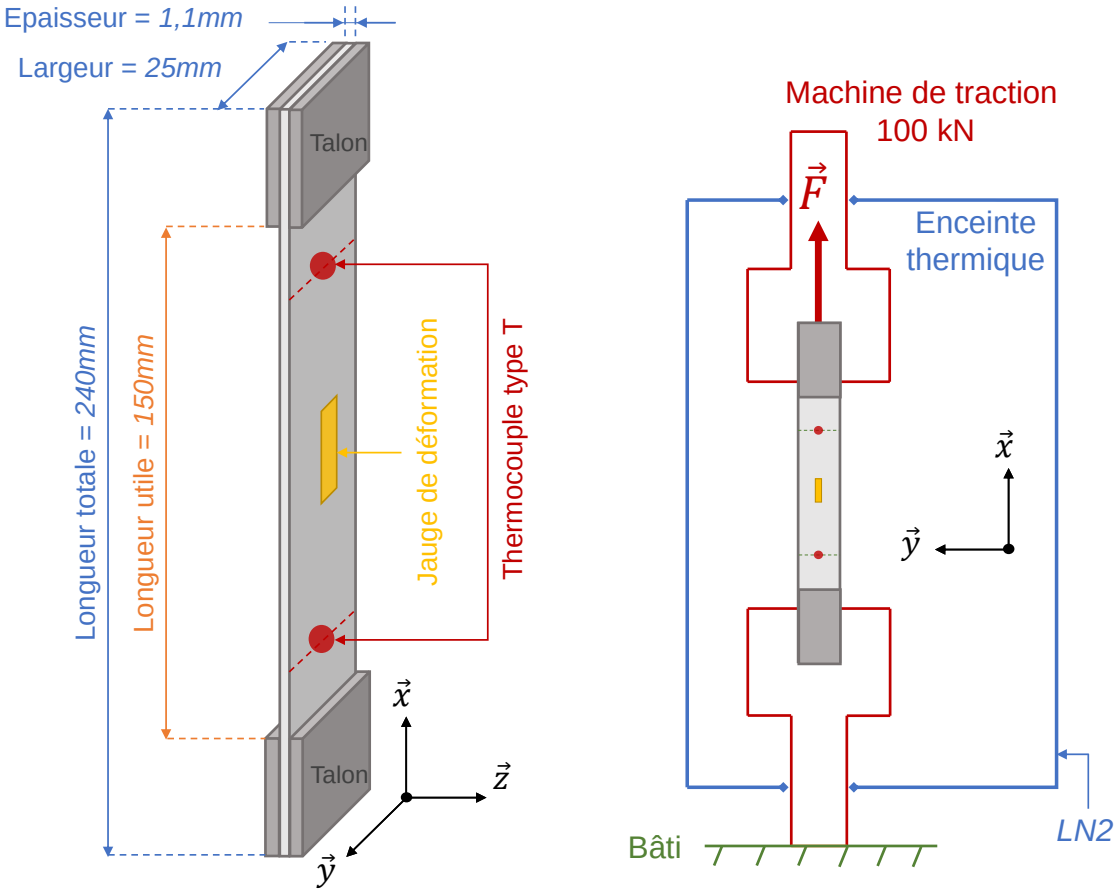
FIGURE 1.10 – Micrographies des stratifiés pour la caractérisation du pli unidirectionnel.

1.3.2 Présentation du protocole et de l'instrumentation

Les éprouvettes, dites rectangulaires, sont découpées aux dimensions souhaitées (figure 1.11a) à la scie diamantée lubrifiée à l'eau. Le chargement mécanique uniaxial est réalisé sur une machine de traction électromécanique ®*MTS* de capacité 100 kN. Des talons en pré-imprégné verre/époxy de stratification $[\pm 45]_5$ sont ajoutés pour éviter les ruptures près des mors de la machine. La déformation des éprouvettes au cours de l'essai est mesurée à l'aide de jauges de déformation collées au centre de la zone utile. Des essais de validation ont permis de démontrer que la mesure de déformation au centre de la zone utile était suffisante pour assurer un bon contrôle de la sollicitation en membrane uniaxiale de l'éprouvette. La colle de jauge (cyanoacrylate), le câble d'acquisition, la soudure étain ainsi que la jauge de déformation sont prévus pour fonctionner de l'ambiante à -196 °C.

Le chargement thermique sera assuré par une enceinte thermique ®*MTS* permettant la réalisation d'essai de 316 °C à -130 °C. Cette chambre environnementale vient s'insérer autour des mors de la machine de traction (figure 1.11b). L'enceinte est monitorée par deux thermocouples type T[2] placés autour de la zone utile de l'éprouvette. La vérification de l'homogénéité de la zone sollicitée en température a été validée au préalable grâce à des thermocouples supplémentaires le long de l'éprouvette. Le refroidissement est assuré par une arrivée d'azote liquide pulvérisé et vaporisé dans l'enceinte. La vitesse de variation de température est de 20 °C/min.

2. Thermocouple composé de cuivre et de Constantan (Cu/Ni) pouvant fonctionner de -250 à 400 °C



(a) Dimensions caractéristiques et instrumentations des éprouvettes.

(b) Schéma du dispositif expérimental.

FIGURE 1.11 – Caractérisation des constantes d'élasticité du pli unidirectionnel.

Avant chaque essai, la température est établie à 20 °C et l'initialisation des grandeurs mesurées est réalisée (mise à zéro des signaux de force et équilibrage du pont de jauges). Une fois la température visée atteinte, un palier de stabilisation de 10 min est réalisé. Ce temps de palier a été déterminé lors des phases de mise au point de l'essai et permet une stabilisation du système (signal de force et de tension de jauge constant). A l'issue de ce palier, au cours duquel l'effort est maintenu nul, une traction de 0,50 mm/min est appliquée jusqu'à rupture de l'éprouvette. Les thermocouples permettent de réguler le chargement thermique tandis que le capteur de force et les jauges de déformation nous permettent de tracer le comportement mécanique.

1.3.3 Présentation et analyse des résultats

L'essai sur la séquence d'empilement $[0]_8$ permet d'obtenir le module d'Young longitudinal du pli unidirectionnel. Pour pouvoir capter la limite à rupture sens fibre et éviter d'aller en limite de machine (capteur 100 kN), la largeur des éprouvettes est redimensionnée à 20 mm. La figure 1.12 présente les courbes de contrainte longitudinale en fonction de la déformation appliquée au stratifié. Pour chaque température, deux essais de traction sont réalisés. Au vu de la faible dispersion entre les essais, nous présentons ci-dessous des valeurs moyennes aux deux essais.

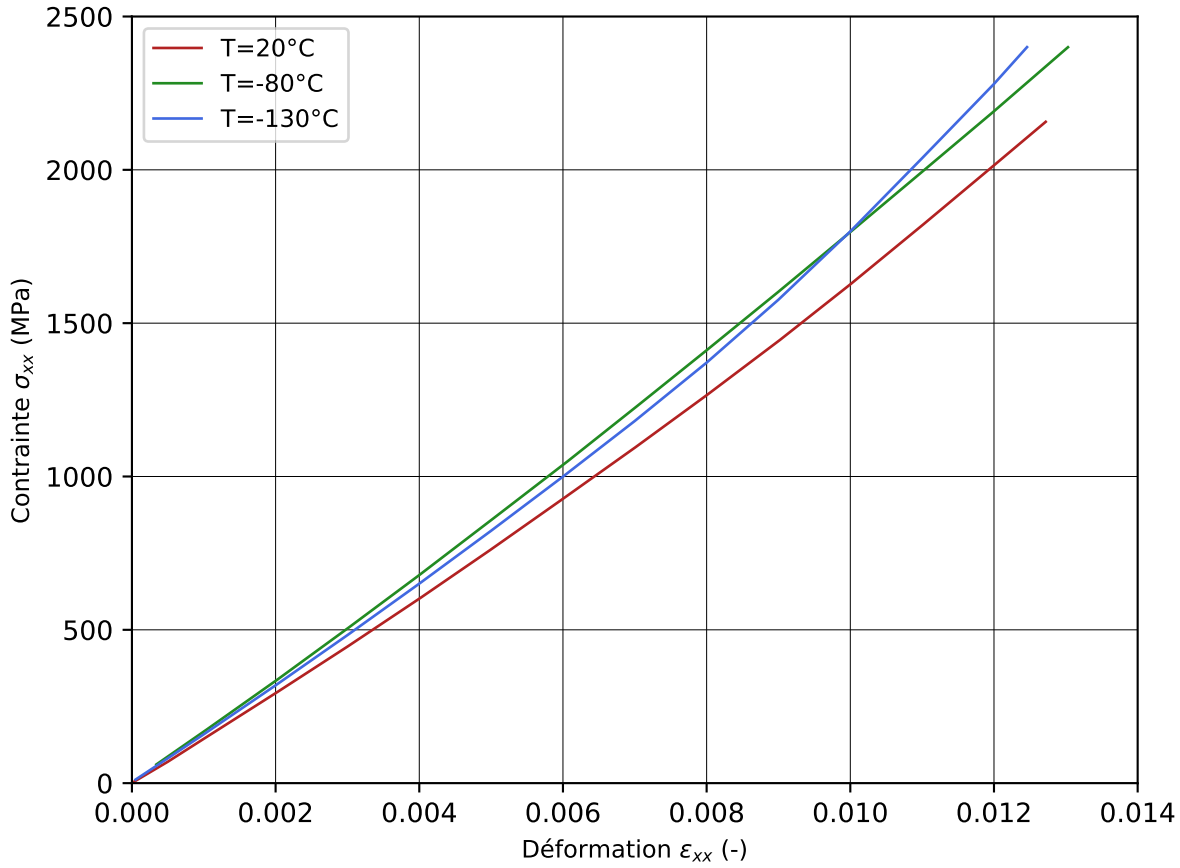


FIGURE 1.12 – Courbe de comportement d'un essai de traction monotone sur un $[0]_8$.

Si on se base sur la première partie de la courbe de la figure 1.12 ($0\ \% < \varepsilon_{xx} < 0{,}5\ \%$), le module d'Young longitudinal $E_{xx} = E_{11}$ du pli unidirectionnel semble être constant. Cependant, lorsque l'on prolonge l'essai jusqu'à rupture, on constate un comportement élastique non linéaire du matériau qui se traduit par une rigidification. D'après la littérature, ce phénomène peut être associé à un réalignement des fibres au cours du chargement. [Vittecoq, 1991, Huchette, 2005, Bois et al., 2007] choisissent de prendre en compte cette non linéarité en définissant un module sécant E^*_{11} du pli sous la forme :

$$E^*_{11} = (1 + \lambda\varepsilon_{11})E^0_{11} \tag{1.1}$$

Cette non linéarité est présente pour les trois températures d'essais. Les micrographies de la figure 1.10 montrent une légère ondulation des fibres par rapport à la direction de traction. Cette observation permet d'appuyer l'hypothèse de réalignement des fibres proposée dans la littérature.

Les courbes de traction à basse température indiquent une augmentation du module de Young sens fibre. De ce fait, les valeurs à rupture sont également impactées par la température, notamment la déformation. La déformation à rupture longitudinale est obtenue par extrapolation à l'aide de la contrainte à rupture (tableau 1.1). A -80 °C, on note une diminution de 3 % de la déformation à rupture et une augmentation de 12,5 % de la contrainte à rupture par rapport à l'ambiante. A -130 °C, la déformation à rupture chute de 10 % tandis que la contrainte à rupture augmente de 11 % en comparaison aux valeurs mesurées à température ambiante.

Les constantes du modèle de description de la non linéarité du comportement sens fibre sont identifiées (équation 1.1) et présentées dans la tableau 1.1 au même titre que les valeurs à rupture relevées.

L'essai sur la séquence d'empilement $[90]_8$ (microstructure présentée figure 1.10) permet d'obtenir le module d'Young transverse du pli unidirectionnel. Le comportement sens transverse du pli en fonction de la température est tracé figure 1.13. Pour chacune des températures, deux essais de traction ont été réalisés. La faible dispersion observée et les ruptures en zone utile permettent de conforter la confiance sur les résultats de l'essai. Les microscopies réalisées avant essai ne permettent pas d'associer la rupture à un défaut majeur présent dans le matériau.

A 20 °C, nous constatons un léger adoucissement au delà de 30 MPa. Nous pourrions attribuer ce phénomène à de l'endommagement diffus à l'échelle microscopique précédant l'apparition d'une fissure transverse ou à des phénomènes visqueux. Cet adoucissement ne sera pas pris en compte pour l'étude car jugé peu significatif. Sur les essais à basse température, cet adoucissement n'est pas perceptible. Ces observations sont une première indication sur la transition de comportement de la matrice lorsque la température diminue. L'analyse suivante est réalisée à partir du module sécant des courbes obtenues, entre 25 % et 75 % de la déformation à rupture de l'essai. Nous pouvons noter un impact significatif de la diminution de la température sur la réponse transverse du pli unidirectionnel. En effet, le module d'élasticité augmente de plus de 20 % à -80 °C et de près de 40 % à -130 °C par rapport à l'ambiante. Il est difficile de noter une variation de la contrainte transverse à rupture avec la diminution de la température. En revanche, on observe une diminution drastique de la déformation à rupture. On retiendra une variation de plus de 30 % à -130 °C par rapport à l'ambiante (tableau 1.1).

L'essai sur la séquence d'empilement $[\pm 45]_{2S}$ (micrographie présentée figure 1.10) permet d'obtenir le module de cisaillement initial du pli unidirectionnel, la perte de raideur en cisaillement ainsi que la déformation résiduelle lors de cycles de charge-décharge.

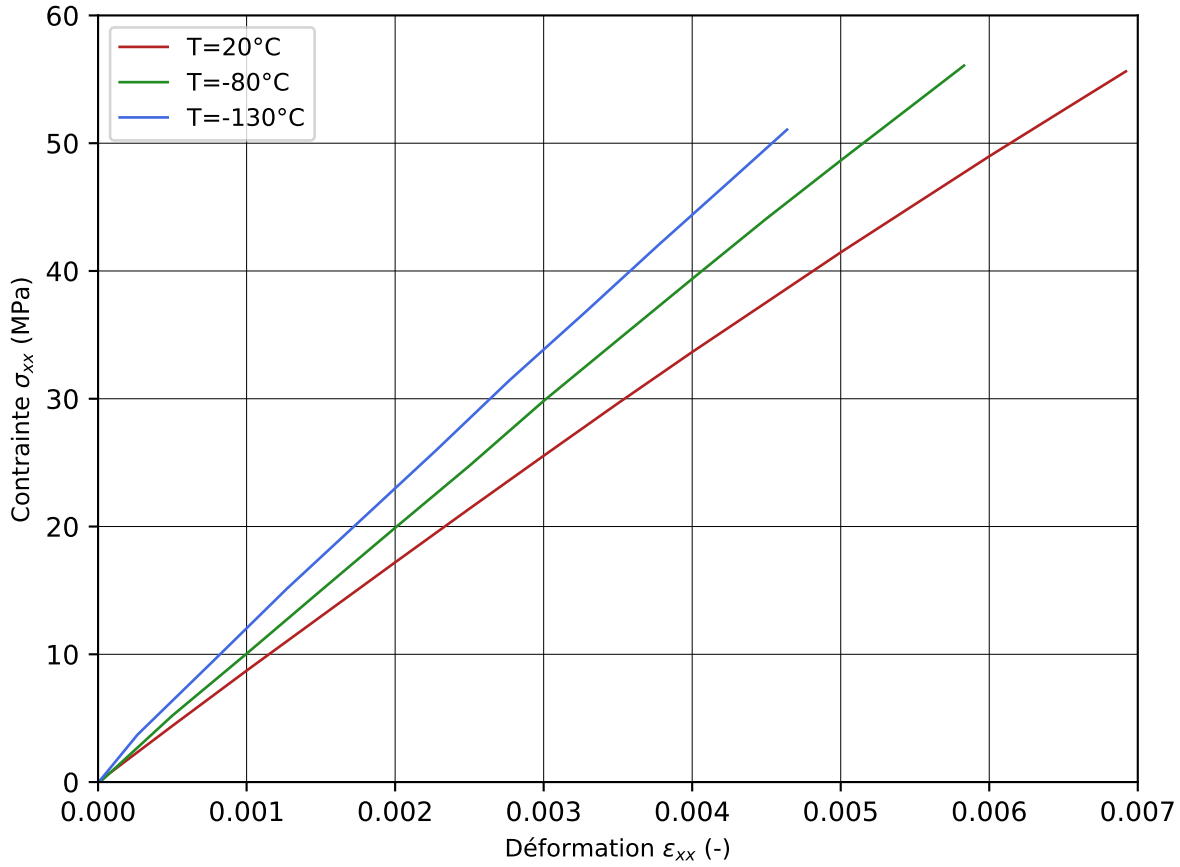


FIGURE 1.13 – Courbe de comportement d'un essai de traction monotone sur un $[90]_8$.

La figure 1.14 présente les essais de charge-décharge menés sur ce stratifié. Là encore, la diminution de la température engendre une modification importante du comportement du composite. Le module de cisaillement initial mesuré sur le premier cycle de charge ($\varepsilon_{xy} < 0{,}25$ %) passe de 4 182 MPa à 6 773 MPa quand la température passe de 20 °C à -130 °C, soit une augmentation de 60 %. Nous pouvons également noter une très forte diminution de la déformation à rupture et une augmentation de la contrainte à rupture.

Aussi, nous remarquons que l'endommagement du pli unidirectionnel à l'échelle macroscopique, se traduisant par un abattement du module de cisaillement sécant au cours des cycles de charge-décharge, est impacté par les basses températures. En effet, à -130 °C, le module de cisaillement avant rupture est abattu de 15 % par rapport au module initial. A -80 °C, cet abattement est d'environ 30 % alors qu'à température ambiante le module de cisaillement passe de 4 500 MPa (à 0,25 % de déformation maximale) à 2 207 MPa (à 4 % de déformation maximale) soit un abattement de plus de 50 %.

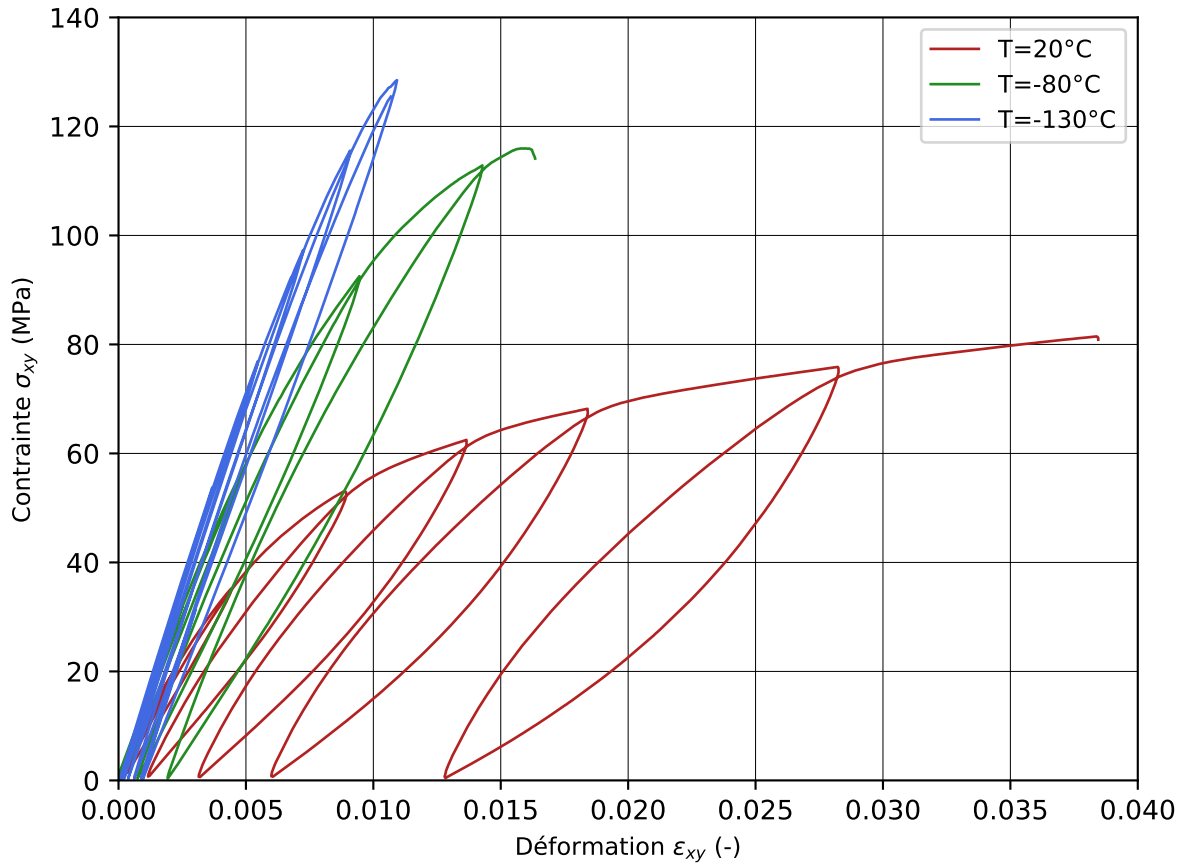


FIGURE 1.14 – Courbe de comportement d'essais de charge-décharge sur un $[\pm 45]_{2S}$.

Ainsi, ces essais de charge-décharge mettent en évidence le passage d'un comportement ductile à un comportement fragile en cisaillement. Comme relevé dans la littérature, cette transition peut être attribuée à la rigidification de la matrice polymère et des interfaces (fibre/matrice et inter-laminaire). Sur ces essais, on constate que la déformation irréversible à chaque cycle de chargement diminue significativement avec la température. Ce phénomène est très marqué sur la courbe à -130 °C de la figure 1.14.

Globalement, ces essais de caractérisation à basse température nous ont permis de mettre en évidence l'impact non négligeable des conditions cryogéniques sur le comportement du pli unidirectionnel (récapitulatif dans le tableau 1.1). Même si le comportement non linéaire dans la direction des fibres semble légèrement impacté, c'est principalement les directions matricielles qui sont influencées par la diminution de la température. En effet, la rigidification de la matrice mentionnée dans la littérature engendre une augmentation importante du module d'élasticité transverse et du module de cisaillement initial. Même si sur certains essais la contrainte à rupture est plus importante à basse température, c'est principalement les déformations à rupture qui sont impactées avec une diminution significative de l'ambiante à -130 °C.

Température d'essai	T	°C	20	-80	-130
Constantes d'élasticité	E_{11}^0	MPa	139 804	162 983	160 360
	λ	(-)	16,5	10,5	13,0
	E_{22}	GPa	8,04	9,73	11,1
	G_{12}^0	GPa	4,182	5,953	6,773
Valeurs à rupture	ε_{11}^r	%	1,39*	1,35	1,25
	ε_{22}^r	%	0,699	0,597	0,470
	ε_{12}^r	%	> 4	1,63	1,06
	σ_{11}^r	MPa	2 232,5	2 509,5	2 460,5
	σ_{22}^r	MPa	52	52	47
	σ_{12}^r	MPa	> 75	106	117

* : valeur obtenue par extrapolation de la déformation à l'aide de σ_{11}^r

TABLE 1.1 – Récapitulatif des grandeurs identifiées pour chaque température d'essai.

1.4 Caractérisation de l'endommagement sous sollicitation transverse pure de l'ambiante à -130 °C

1.4.1 Objectifs

Pour dimensionner une structure composite en raideur ou en résistance, la prise en compte de la perte de rigidité au cours d'un chargement (fatigue ou quasi-statique) est généralement suffisante. Cependant, dans notre cas, la perméabilité du matériau est fortement impactée par la continuité de la microstructure du matériau [Laeuffer, 2017]. Les deux principaux mécanismes d'endommagement régissant la continuité du matériau et notamment la structure d'un réseau de fuite sont la fissuration transverse et le microdélaminage. La caractérisation de ces mécanismes d'endommagement à l'échelle mésoscopique est donc indispensable pour construire et alimenter un méso-modèle prédictif. L'amorçage et le développement de ces mécanismes sont régis par les sollicitations transverses et de cisaillement. Cette section a pour objectif de caractériser les mécanismes et les scénarios d'endommagement d'un pli unidirectionnel soumis à un chargement purement transverse. Nous étudierons l'impact de l'épaisseur du pli et de la température sur la cinétique d'endommagement du matériau.

1.4.2 Présentation du protocole et de l'instrumentation

La fabrication par AFP de plaques de dimensions 300 mm-x-300 mm de stratification croisée[3] a été réalisée. Plusieurs séquences d'empilement de grammage 75 et 150 g/m^2 ont été drapées permettant d'avoir des couches transverses de 71 à 572 µm d'épaisseur (figure 1.15). Les éprouvettes sont découpées aux dimensions présentées sur la figure 1.11a à l'aide d'un disque diamanté refroidi à l'eau.

Les dispositifs de chargement mécanique et thermique sont les mêmes que ceux utilisés pour la caractérisation du pli unidirectionnel. Un chant de l'éprouvette est préalablement poli pour permettre de visualiser la microstructure du matériau sur une longueur d'observation suffisante. Un polissage fin et rigoureux est nécessaire pour analyser convenablement le matériau (figure 1.15). Ce résultat est obtenu après une séquence de polissage sur papier de verre (grains de taille 22, 13 puis 8 µm) puis sur drap de polissage sur lequel nous vaporisons une suspension de particules diamantées de 3 µm.

L'observation de la longueur d'intérêt au cours de l'essai se fait à travers une paroi translucide développée spécialement pour la manipulation (schématisée sur la figure 1.16).

3. Ici, nous désignons une stratification croisée comme une séquence d'empilement de plis à 0° et 90°, le nombre de plis transverses pouvant varier pour jouer sur l'épaisseur des couches

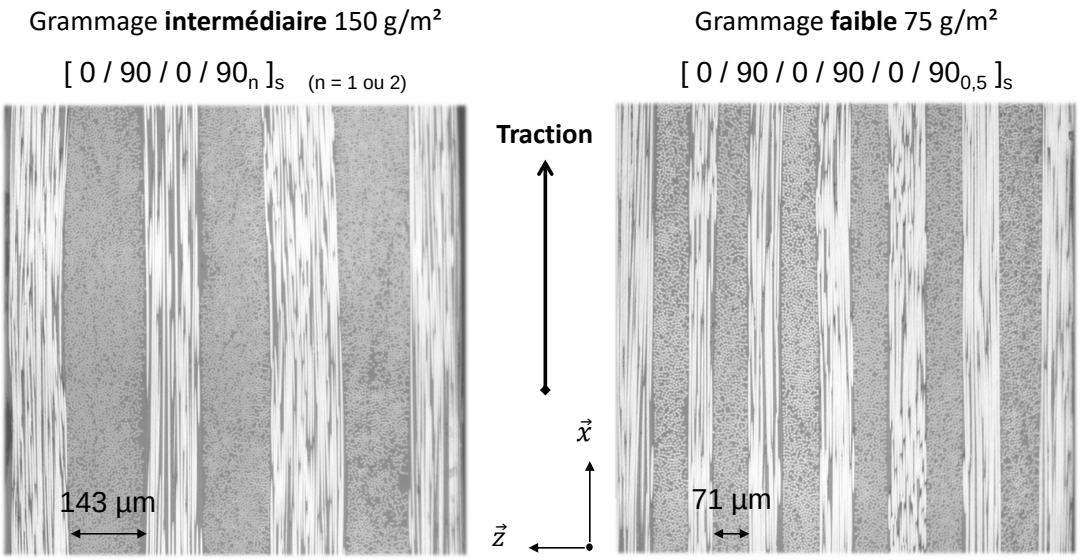


FIGURE 1.15 – Micrographies des stratifiés croisés de grammage 150 g/m^2 et 75 g/m^2.

Nous utilisons un microscope numérique ®Keyence VHX-2000 équipé d'un objectif optique Z100 pour examiner la microstructure du matériau. L'appareil est monté sur une platine de déplacement micrométrique tri-axiale permettant le balayage de la longueur d'observation et la reconstruction d'images de grande résolution (0,9 pixel/µm, figure 1.16).

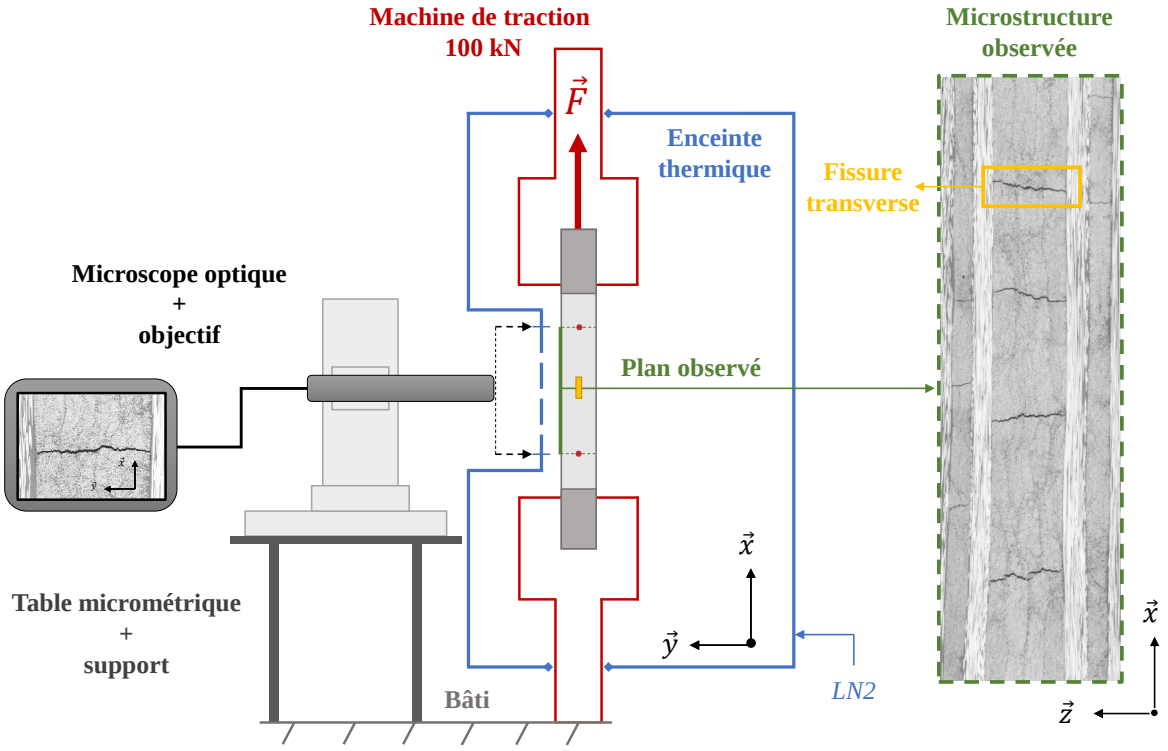


FIGURE 1.16 – Schéma du dispositif d'observation sous chargement thermomécanique.

Pour pouvoir identifier les scénarios d'endommagement sous sollicitation transverse, nous devons séquencer l'essai en plusieurs paliers de chargement. A l'aide des essais de caractérisation du pli unidirectionnel et notamment des déformations à rupture identifiées, nous avons pu définir dix paliers de déformation permettant de capter convenablement la cinétique d'endommagement jusqu'à rupture de l'éprouvette. A chaque palier de chargement, l'éprouvette est sollicitée jusqu'à la déformation souhaitée $\varepsilon_{xx}^{max.^n}$. Elle est ensuite déchargée jusqu'à une déformation de maintien $\varepsilon_{xx}^{main.^n}$ permettant de réaliser des observations microscopiques sans propager les endommagements ou en créer de nouveaux à cause des phénomènes de relaxation du matériau. Cette déformation intermédiaire a été fixée à 80 % de la déformation maximale atteinte au cours du palier. Le séquencement de l'essai est ensuite réalisé comme décrit ci-dessous et schématisé figure 1.17 :

1. Serrage des mors auto-serrants et remise à zéro de l'effort induit ;
2. Mise à T1 = 20 °C de l'éprouvette et remise à zéro de l'éventuel effort induit ;
3. Réglage et initialisation (mise à zéro des signaux) de la jauge de déformation à effort nul ;
4. Descente à la température T2 visée en maintenant un effort nul grâce à l'asservissement de la machine de traction ;
5. Stabilisation de la température et des signaux de mesure pendant 5 min ;
6. Traction de l'éprouvette jusqu'à $\varepsilon_{xx}^{max.^n}$ (n étant le numéro du palier) ;
7. Retour à une déformation de maintien $\varepsilon_{xx}^{main.^n}$ permettant d'éviter la propagation de l'endommagement au cours de l'observation ;
8. Retour à la température T1 pour scanner la zone d'observation ;
9. Balayage et prise d'images sur la zone considérée ;
10. Descente à la température T2 pour le palier de chargement n+1.

La descente en température de T1 à T2 induit un signal de jauge non nul que l'on peut attribuer à la déformation d'origine thermique du matériau couplée à la déformation de la jauge elle-même. La dérive thermique [4] de la jauge en température peut être également en partie responsable de ce signal initial. Cependant, les jauges utilisées sont auto-compensées jusqu'à une température de -196 °C, la modification du signal à cause de la dérive thermique peut donc être considérée comme négligeable. En revanche, la grille dans laquelle est noyée la jauge de déformation est fabriquée avec un matériau différent de notre composite stratifié. Logiquement, il est préférable d'avoir des grilles de jauges réalisées avec un matériau dont le comportement thermique est proche du matériau testé.

4. Par dérive thermique, on entend ici la modification de la résistivité de la jauge et donc du signal de mesure

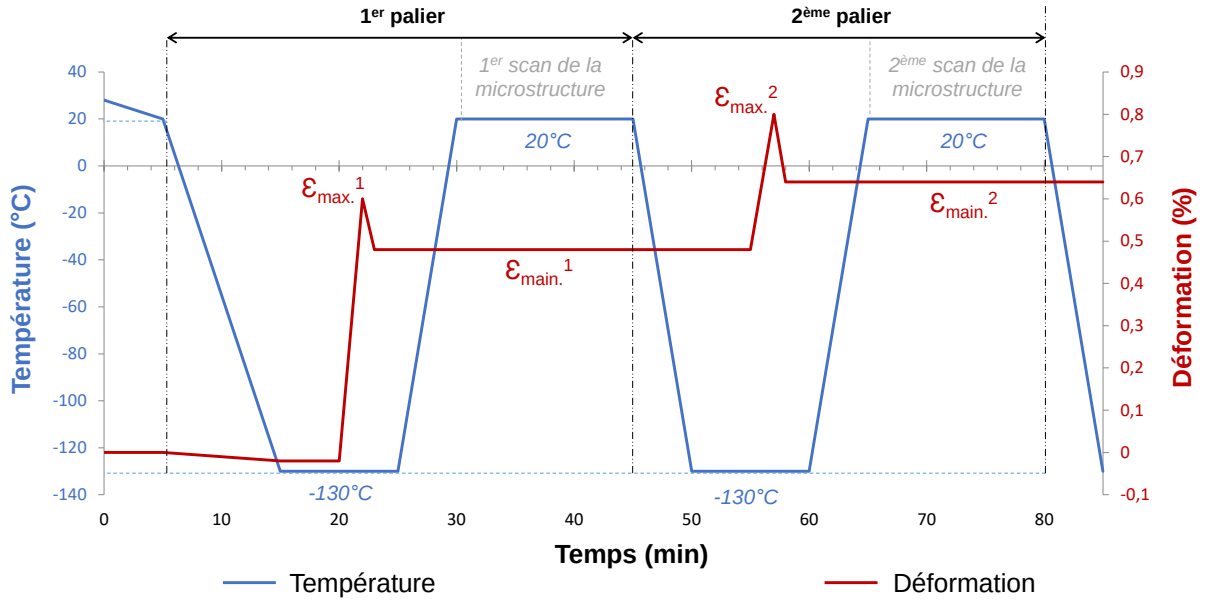


FIGURE 1.17 – Séquencement du protocole d'observation sous charge à basse température.

Cependant, le nombre de stratifications testées dans cette étude nous a poussé à choisir un matériau au coefficient de dilatation intermédiaire ($\alpha_1 \simeq 0,4.10^{-6}$ °C$^{-1} < \alpha_{jauge} \simeq 11.10^{-6}$ °C$^{-1} < \alpha_2 \simeq 20.10^{-6}$ °C^{-1}). De ce fait, le signal mesuré au premier palier sous chargement thermique seul ne peut pas être associé directement au coefficient de dilatation du matériau. Aussi lorsque l'on applique un chargement thermomécanique au stratifié, les dilatations différentielles engendrent un état de chargement particulier. Il est donc important d'analyser l'histoire de chargement. Avant le chargement mécanique, sous chargement thermique seul, le champ de déformation initial à l'échelle du stratifié est différent de celui relevé dans les plis. Nous avons validé la possibilité de lier les déformations mécaniques à l'échelle du stratifié aux déformations mécaniques dans le pli par la théorie des plaques minces ($\varepsilon_{xx} = \varepsilon_{11}^{0} = \varepsilon_{22}^{90}$). En effet, même si les champs initiaux et finaux de déformation du stratifié et du pli sont différents, la variation de déformation d'origine mécanique est la même. Nous choisirons alors de considérer uniquement la déformation mécanique appliquée au stratifié dans le traitement de nos résultats en substituant à la déformation totale mesurée la déformation d'origine thermique identifiée au début de l'essai (équation 1.2). Des mesures présentées en annexe A.1 nous ont montré que la déformation d'origine mécanique était mesurable sur des essais quasi-statiques en négligeant la dérive et la déformation d'origine thermique.

$$\varepsilon_{xx}^{mecanique} = \varepsilon_{xx}^{totale} - \varepsilon_{xx}^{thermique} \tag{1.2}$$

1.4.3 Résultats et analyses

1.4.3.1 Traitements des essais

Le traitement des essais se fait à partir des micrographies de la zone observée. Ces images nous permettent de visualiser les mécanismes d'endommagement au cours de la sollicitation et ainsi d'avoir le scénario d'endommagement du stratifié croisé. Sous sollicitation transverse, il a été montré que pour les plis épais le mécanisme de fissuration transverse est brutal et apparait sur toute la largeur de l'éprouvette dès son initiation [Huchette, 2005, Yokozeki et al., 2006, Laeuffer, 2017].

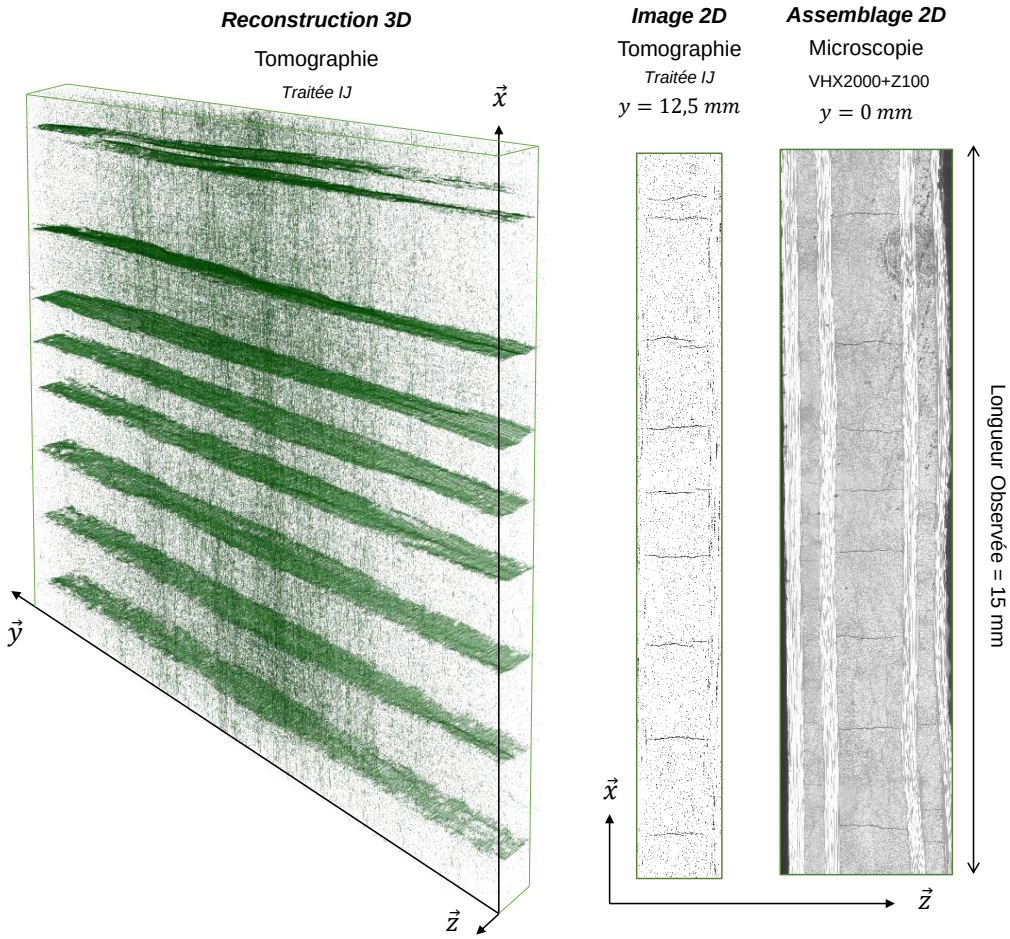


FIGURE 1.18 – Tomographie et microscopie sous charge sur un stratifié $[0/90/0/90_2]_S$. Visualisation des fissures transverses dans un pli central d'épaisseur 572 µm.

La figure 1.18 est le résultat d'observations par microscopie et tomographie sous charge sur un stratifié croisé $[0/90/0/90_2]_S$. On remarque que les fissures créées dans la couche quadruple d'épaisseur 572 µm sont traversantes. L'alignement des fibres n'étant pas parfait, la position de ces fissures peut varier de quelques dizaines de micromètre d'une extrémité à l'autre de l'éprouvette. Le comptage des fissures au bord de l'éprouvette est donc représentatif des endommagements à cœur pour cette épaisseur de pli.

La figure 1.19 présente trois fissures transverses apparues au sein de couches d'épaisseur différente. Après un chargement maximal $\varepsilon_{xx}^{max} = 1{,}5$ %, nous réalisons les observations à une déformation intermédiaire, ici $\varepsilon_{xx}^{obs} = 1{,}2$ % correspondant à un effort de 25 000 N. La fissure de la couche de 71 µm est ouverte d'environ 2 µm, celle de la couche de 142 µm d'environ 5 µm et dans la couche de 244 µm la fissure est ouverte de 8 à 13 µm. Le moyen de tomographie ne permettant de réaliser des observations qu'avec une résolution d'environ 5 µm sous une charge maximale de 20 000 N, il est difficile de visualiser les fissures au sein des couches de 71 à 142 µm.

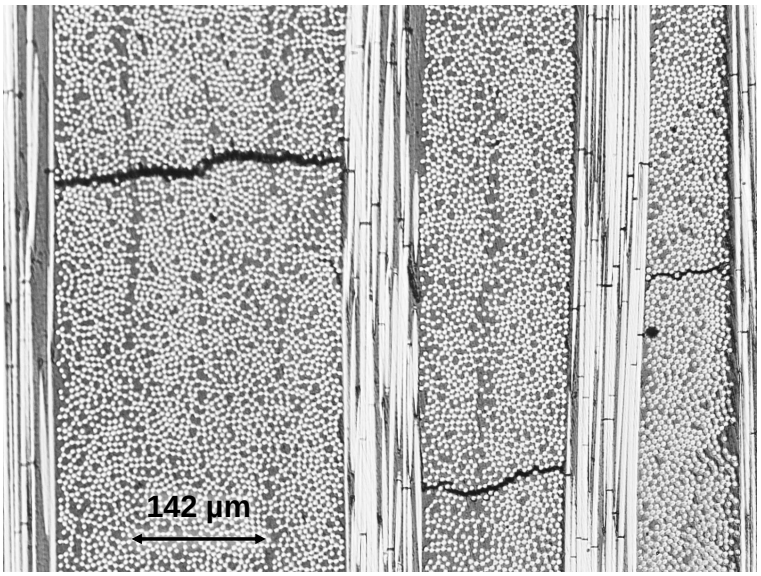


FIGURE 1.19 – Microscopie sous charge de fissures transverses au sein de plis de grammage fin 75 g/m^2 sur un stratifié croisé $[0/90/0/90_2/0/90_2]_S$.

Pour évaluer la pertinence de nos observations en surface pour les différentes épaisseurs de plis, nous avons comptabilisé les fissures transverses sur les deux faces latérales et à cœur d'un stratifié croisé après polissages successifs. L'éprouvette de stratification $[0/90/0/90_2]_S$ et de grammage 150 g/m^2 a été testée jusqu'à une déformation longitudinale $\varepsilon_{xx}^{max} = 1{,}15$ %. Sur une longueur d'observation de 80 mm, nous confirmons les observations de la figure 1.18 puisque sur le pli central de 572 µm nous comptabilisons un nombre de fissures quasi identique à cœur et en surface à une fissure près sur 77 fissures. En revanche, on note une influence significative des effets de bord sur l'apparition des fissures transverses en surface au sein des plis de 142 µm. Les deux extrémités de l'éprouvette affichent un total de 115 fissures alors qu'à cœur du matériau on note seulement 49 fissures transverses, soit un écart de plus de 55 %. Cependant, quelle que soit l'épaisseur de la couche, les fissures observées à cœur du matériau sont présentes en surface (figure 1.20). De ce fait et compte tenu du caractère conservatif de la mesure, nous choisissons de garder l'observation en surface pour obtenir les cinétiques de fissuration transverse du matériau de manière qualitative.

En revanche, cette analyse met en avant les limites des essais sur plaque et tout l'intérêt de développer d'autres types d'essais dans lesquels les effets de bord n'interviennent pas (essai sur tube) pour valider ou affiner les observations des essais sur plaque.

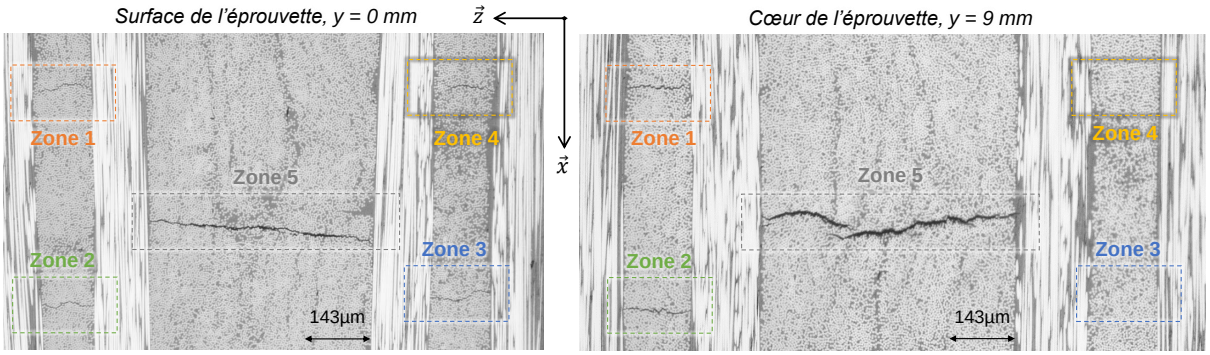


FIGURE 1.20 – Micrographie d'une zone fissurée au sein d'une stratification croisée $[0/90/0/90_2]_S$ de grammage 150 g/m^2 sollicitée à $\varepsilon_{xx}^{max} = 1{,}15$ %. Observation à $\varepsilon_{xx}^{obs} = 0{,}5$ % en surface et à cœur.

Comme proposé dans la littérature, nous définissons des variables d'endommagement ρ et μ [Huchette, 2005]. Pour décrire respectivement le taux de fissuration et le taux de microdélaminage, ρ est calculé en divisant le nombre de fissures par la longueur d'observation et μ est la moyenne des longueurs de microdélaminage mesurées à chaque pointe de fissure transverse. [Ladevèze and Lubineau, 2003, Huchette et al., 2006] définissent ρ et μ comme des variables représentatives d'un motif localement périodique dans l'optique de mettre en place un modèle mésoscopique. On peut alors définir une cellule périodique de longueur L comportant un pli d'épaisseur h présentant une seule fissure centrée régie par les variables adimensionnées (ou réduites) définies par les équations 1.3 et 1.4.

$$\overline{\rho} = \frac{N_{fiss.}}{L_{obs.}}.h = \rho.h \qquad (1.3)$$

$$\overline{\mu} = \mu.\rho \qquad (1.4)$$

Nous nous attacherons donc à présenter les cinétiques d'évolution de ces variables en fonction du chargement appliqué. Les éprouvettes de l'étude ne dépassant pas une épaisseur de 1,5 mm pour une longueur de 240 mm, nous pouvons supposer la déformation homogène dans l'épaisseur du stratifié. De fait, le chargement de chaque couche considérée sera retranscrit à travers la déformation mécanique longitudinale appliquée au stratifié $\varepsilon_{xx}^{mecanique}$ (équation 1.2).

Afin d'obtenir une réponse moyenne représentative des variabilités du matériau, il est nécessaire de réaliser notre étude sur une grande longueur d'observation. [Huchette, 2005, Laeuffer, 2017] ont mis en évidence qu'une longueur d'étude d'environ 80–100 mm est suffisante pour capter correctement la cinétique de fissuration d'un composite stratifié réalisé à partir de pré-imprégné.

Nous validons cette analyse sur un stratifié croisé $[0/90/0/90_2]_S$ de grammage 150 g/m^2 pour la couche centrale ayant une épaisseur de 572 µm. La variabilité du matériau affecte particulièrement l'apparition des premières fissures transverses qui est pilotée entre autre par l'état initial du matériau et notamment par la présence de défauts. La figure 1.21 illustre bien le fait que la longueur d'observation est importante pour capter l'apparition des premières fissures et donc un seuil d'endommagement représentatif ainsi que la lente progression de la densité de fissures observée en suivant.

Sur une structure réelle, tel qu'un réservoir, au delà des défauts inhérent au matériau, la variabilité sera impactée par les défauts liés au procédé AFP. En effet, comme décrit dans la section 1.2, la présence de gap ou d'overlap engendre des variations de taux de fibres, d'épaisseur et d'orientation du renfort qui peuvent affecter la création des fissures transverses. Ces défauts étant dépendant de la géométrie de la pièce et des paramètres de fabrication, les plaques utilisées ici ne peuvent donc représenter que très partiellement la variabilité effective. Ainsi, une caractérisation précise de la variabilité sur ces mêmes plaques n'aurait que peu d'intérêt.

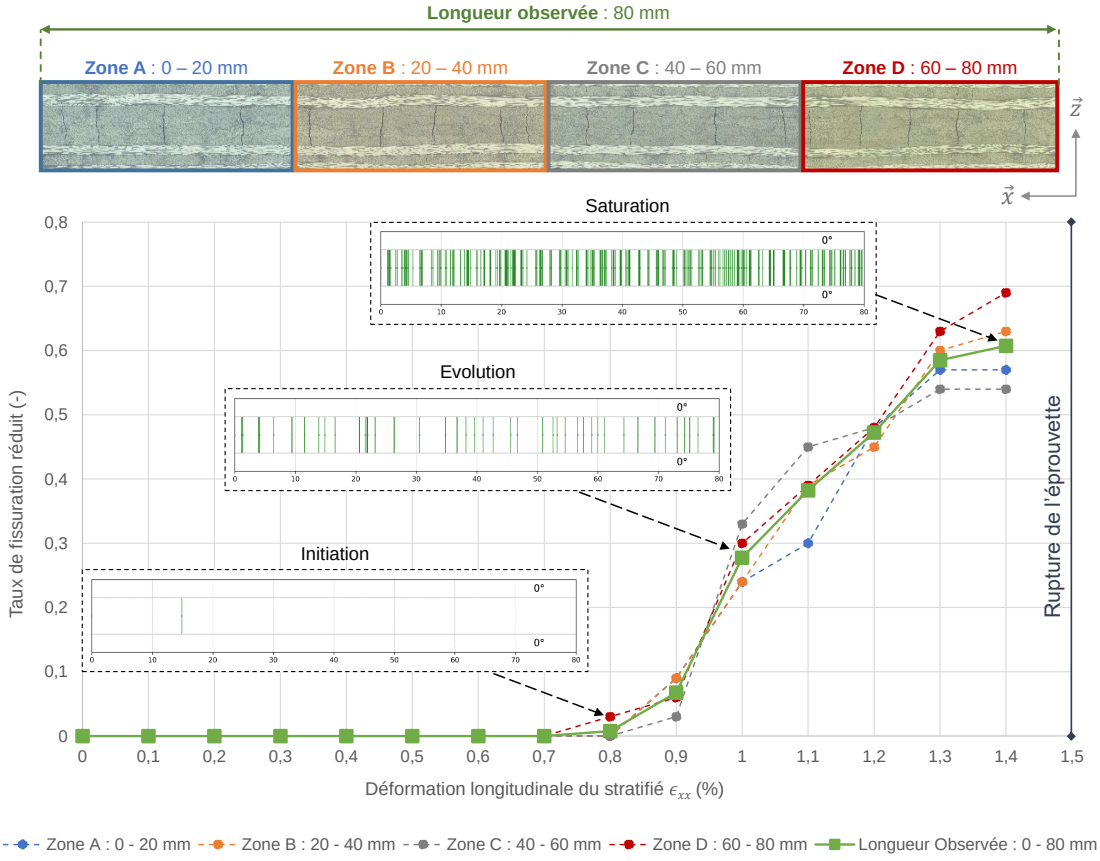
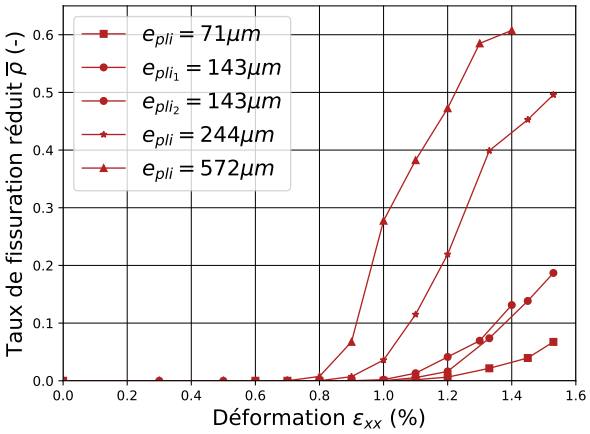


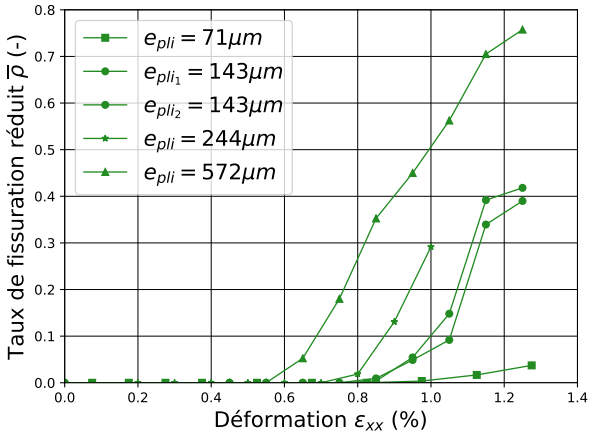
FIGURE 1.21 – Influence de la longueur d'observation sur l'évolution de la densité de fissures au cours du chargement dans un pli d'épaisseur 572 µm.

1.4.3.2 Influence de l'épaisseur du pli

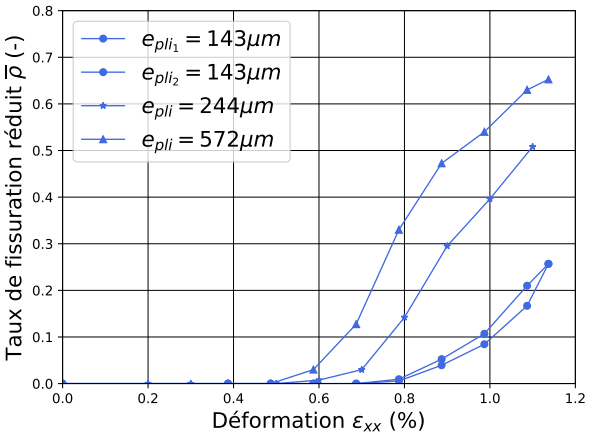
La figure 1.22 présente l'évolution du taux de fissuration réduit en fonction de la sollicitation mécanique appliquée au stratifié pour plusieurs épaisseurs de pli.



(a) Essais réalisés à T = 20 °C



(b) Essais réalisés à T = -80 °C



(c) Essais réalisés à T = -130 °C

FIGURE 1.22 – Cinétique de fissuration transverse en fonction de l'épaisseur de la couche considérée pour les trois températures d'essai.

Pour chaque épaisseur de couche on peut identifier deux phases. Une première qui retranscrit un démarrage progressif du processus de fissuration transverse au cours duquel les fissures apparaissent sur des faiblesses locales du matériau. La seconde au cours de laquelle le taux de fissuration augmente plus linéairement avec le chargement. Une troisième phase dite de saturation est identifiable pour les couches épaisses. Cette saturation apparait lorsque le pli considéré est suffisamment déchargé à cause d'un taux d'endommagement important. A ce stade, le pli ne reprend alors quasiment plus les efforts appliqués à la structure. L'apparition de cette phase pour les plis plus fins n'est pas visible à cause d'un décalage du seuil de fissuration. La phase de saturation est probablement existante sur les plis fins comme le laisse penser certaines courbes affichant une rupture de pente pour des déformations importantes.

Elle reste cependant délicate à capter car elle apparait autour de la déformation à rupture des plis à 0°. Cette difficulté est peu impactante dans notre démarche. En effet, une diminution importante de la perméabilité est observée dès l'apparition des premiers endommagements [Yokozeki et al., 2006, Malenfant, 2012, Laeuffer et al., 2017]. Ainsi, en pratique, la saturation des endommagements ne sera jamais atteinte dans les plis fins.

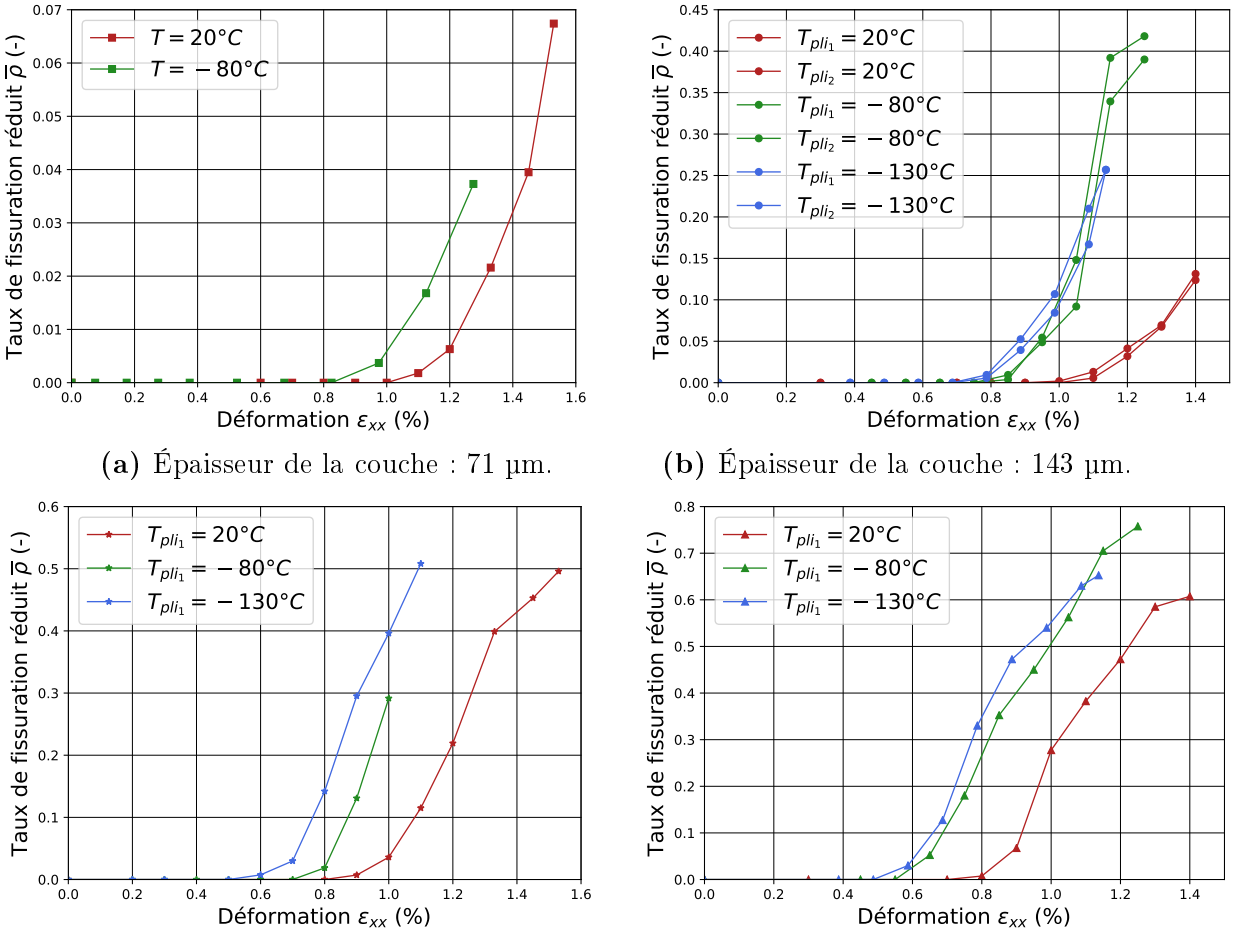
Un autre constat prévisible car mentionné dans de nombreux travaux [Leguillon, 2002, Huchette, 2005, Laeuffer et al., 2018] est le fait que le seuil de fissuration est impacté de manière significative par l'épaisseur de la couche considérée. Le seuil d'endommagement est plus bas lorsque la couche est plus épaisse. On le voit assez nettement pour les couches de 143 à 572 µm. En revanche, passé une certaine épaisseur de pli, ce seuil cesse de croitre. Le seuil de fissuration des plis de 143 µm est très proche de celui des plis à 71 µm. Ces observations corrèlent bien la courbe de la figure 1.3 identifiée par [Leguillon, 2002]. En effet, les épaisseurs de pli étudiées se trouvent autour du niveau pour lequel les critères en résistance et en énergie se croisent. L'utilisation de plis d'épaisseur inférieure à 71 µm n'est donc pas forcément pertinente dans l'optique de diminuer le seuil de fissuration du pli car ce dernier ne semble plus évoluer significativement en dessous 143 µm. De plus, l'utilisation de plis fins nécessite la maîtrise technologique de dépose de ces épaisseurs et la dépose d'un grand nombre de plis pour répondre au dimensionnement en résistance. Leur utilisation seule est donc discutable. En revanche, d'un point de vue dimensionnement en perméabilité, il est intéressant d'imaginer utiliser ces épaisseurs comme plis barrières, qui ne fissurent pas, dans une stratification de réservoir.

La diminution de l'épaisseur du pli engendre également une diminution importante de l'évolution du taux de fissuration réduit au cours du chargement et avant rupture. A première vue ce résultat est logique du fait de l'expression du taux de fissuration réduit qui est adimensionné par rapport à l'épaisseur du pli (équation 1.3). Cependant, il apparait nettement que les taux de fissuration sont inférieurs pour des plis fins et particulièrement pour les plis de 143 µm et 71 µm. Cette observation est d'autant plus vraie si on se rapporte aux observations de la figure 1.20. Le taux de fissuration en surface tend à surestimer le taux de fissuration réel au sein du pli et notamment pour les plis de 143 µm. Il est également intéressant de remarquer que ces constatations sont vérifiées pour les trois températures d'essai.

1.4.3.3 Influence de la température

Cette sous-section vise à identifier l'impact de la température sur la cinétique de fissuration transverse du pli unidirectionnel. La figure 1.23 présente les résultats pour chaque épaisseur de pli séparément afin de faciliter l'analyse des résultats. Ces résultats démontrent l'influence significative de la diminution de la température sur les scénarios d'endommagement de chaque épaisseur de pli.

En effet, quelle que soit l'épaisseur du pli considéré, le seuil d'amorçage en déformation diminue lorsque la température baisse. Ce résultat peut s'expliquer à la fois par la perte de ductilité de matrice lorsque la température baisse, mais aussi par les contraintes d'origine thermique provoquées par le faible coefficient de dilatation dans la direction sens fibre en comparaison de celui dans la direction transverse.



(a) Épaisseur de la couche : 71 µm.

(b) Épaisseur de la couche : 143 µm.

(c) Épaisseur de la couche : 244 µm.

(d) Épaisseur de la couche : 572 µm.

FIGURE 1.23 – Cinétique de fissuration transverse en fonction de la température d'essai pour les quatre épaisseurs de couches considérées.

Aussi, les cinétiques d'endommagement semblent plus rapides à basse température qu'à température ambiante, notamment pour les plis d'épaisseur 143 et 244 µm. De fait, les taux de fissuration au cours du chargement sont globalement plus élevés aux basses températures.

Enfin, on note que le décalage sur les cinétiques de fissuration est moins important de -80 °C à -130 °C que de 20 °C à -80 °C. Cela est dû en partie à la différence de température qui est moins importante dans un cas que dans l'autre. Cependant, il est probable que la diminution du coefficient de dilatation transverse, lorsque la température diminue, ait également un impact.

1.4.3.4 Microdélaminage en pointes de fissures

Le microdélaminage est un des deux mécanismes d'endommagement identifiable à l'échelle mésoscopique et régissant la morphologie d'un réseau de fuite. La présence de ce mécanisme et son intensité dépend du matériau. Ainsi, sur un composite carbone époxy T700GC/M21, [Huchette, 2005] a quantifié la densité de microdélaminage à partir d'observations sur la tranche d'éprouvettes. En revanche, sur le même matériau, [Laeuffer, 2017] a démontré que l'apparition de microdélaminage sous sollicitation transverse pure était due aux effets de bord et donc présent uniquement en surface. Un enlèvement de matière de seulement 15 µm depuis le bord suffisait à faire disparaitre le microdélaminage. Nous avons examiné les pointes de fissures transverses sur le matériau de notre étude. La majeure partie des fissures transverses n'engendre aucun microdélaminage comme le montre la figure 1.24. Un léger microdélaminage très peu ouvert a été observé sur certaines fissures transverses sur les couches les plus épaisses (572 µm). Cependant, comme le laissait imaginer la très faible ouverture du microdélaminage, un polissage en profondeur a permis de démontrer qu'il s'agissait là encore d'effet de bord. L'étude de l'évolution de ce mécanisme sous sollicitation transverse n'a donc pas été menée.

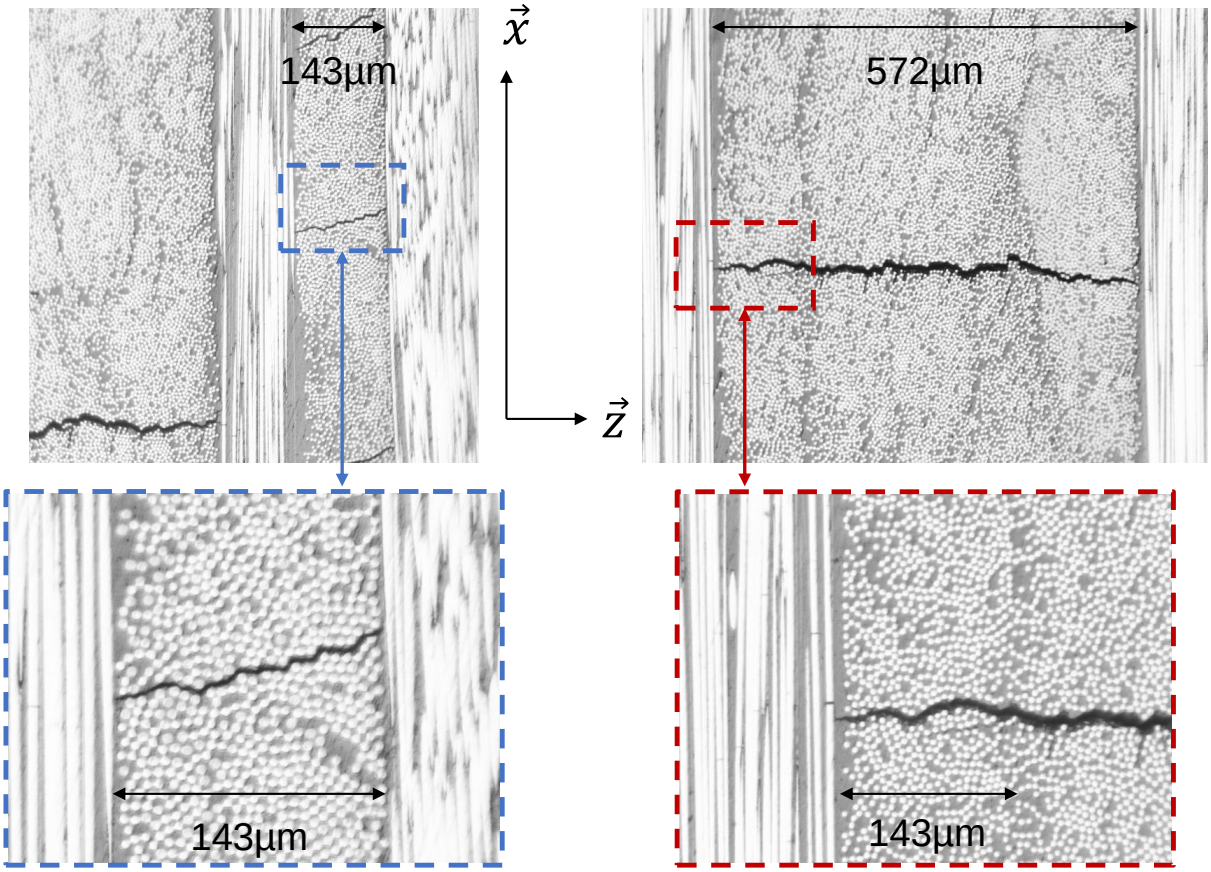


FIGURE 1.24 – Micrographie démontrant l'absence de microdélaminage en pointe de fissure pour une couche de 143 et 572 µm.

1.5 Caractérisation de l'initiation et de la propagation des réseaux de fissures

1.5.1 Objectifs et démarche

Dans cette section, nous allons chercher à analyser l'impact d'un pli endommagé sur les plis qui lui sont adjacents. Plus clairement, il s'agit d'observer comment la création d'endommagement au sein d'un pli, apparition d'une fissure transverse par exemple, va impacter les plis adjacents en terme de mécanisme et de scénario d'endommagement. Pour cela, il est nécessaire de travailler sur une stratification contenant des plis d'orientations différentes ayant des seuils d'endommagement différents afin de pouvoir observer la séquence de fissuration dans l'épaisseur du stratifié.

Pour des raisons de simplicité de mise en œuvre de l'essai, nous avons choisi de réaliser des essais uniaxiaux sur des éprouvettes rectangulaires plutôt que de réaliser des essais biaxiaux sur des éprouvettes cruciformes. Pour éviter une rupture prématurée, il est important de garder des plis orientés dans la direction de chargement. Comme montré dans la littérature par [Laeuffer, 2017], l'interaction entre plis ne peut être analysée et quantifiée par des observations sur la tranche de l'éprouvette. L'essai mécanique sera donc combiné avec un protocole d'observation par micro-tomographie sous charge que nous présenterons dans la section suivante.

Enfin, l'impact de la température sur le scénario d'endommagement sera également étudié. Pour cela nous utiliserons le protocole de création d'endommagement sous sollicitations thermique et mécanique présenté dans la section 1.4.2.

Le stratifié retenu de séquence d'empilement $[0/\pm 60/90_{0.5}]_S$ est constitué de plis de grammage 150 g/m^2 (micrographie sur la figure 1.25). [Laeuffer, 2017] a montré qu'aucune fissure transverse n'apparaissait sur un stratifié $[\pm 45]$ sollicité en traction à température ambiante, ce qui montre que le cisaillement plan participe peu à la fissuration transverse. Nous avons donc choisi une séquence d'empilement avec des plis à $\pm 60°$, qui pour un même chargement axial, seront moins sollicités transversalement qu'un pli à 90°. La fissuration transverse s'amorcera donc dans le pli central. S'ils sont isolés, les plis orientés à $\pm 60°$ ont des seuils d'amorçage d'endommagement supérieurs. Cette stratification nous permettra d'observer en parallèle l'interaction entre des plis ayant des seuils de fissuration différents, mais également entre les plis orientés à $\pm 60°$ qui, s'ils étaient isolés, devraient fissurer en même temps.

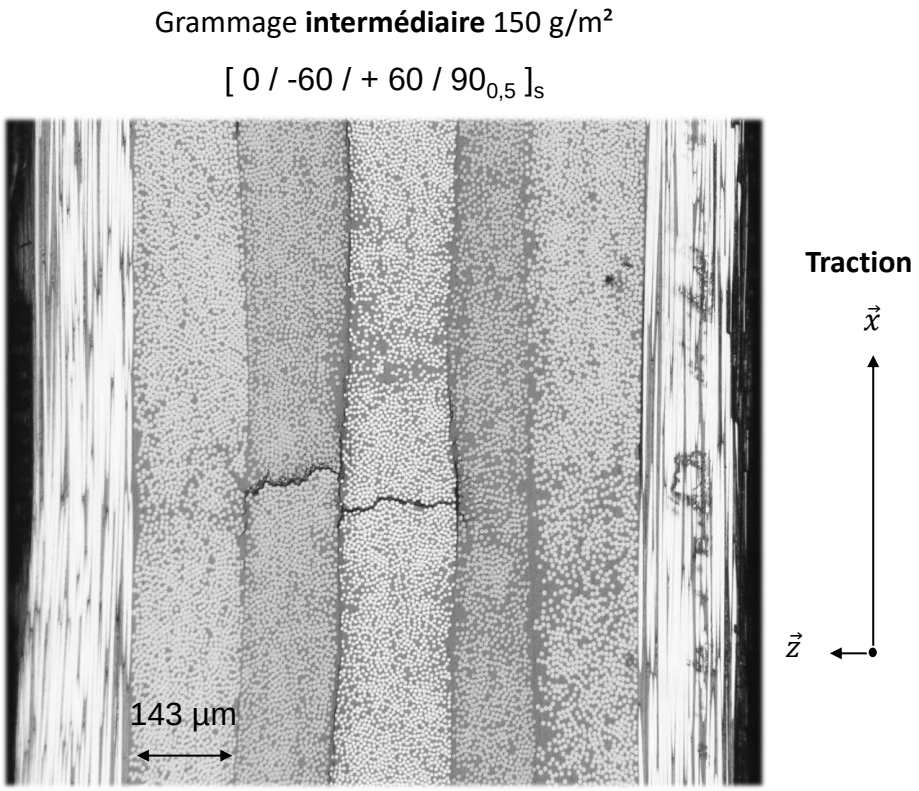


FIGURE 1.25 – Micrographie du stratifié $[0/\pm 60/90_{0.5}]_S$ étudié en micro-tomographie sous charge.

1.5.2 Présentation du protocole et de l'instrumentation

Les éprouvettes sont découpées aux dimensions de la figure 1.11a et polies sur une de leur tranche pour permettre l'observation au microscope du matériau. Une jauge de déformation auto-compensée de la température ambiante à -196 °C est collée au centre de la zone utile de l'éprouvette et permettra de contrôler le chargement appliqué. Les chargements mécaniques et thermiques sont appliqués de la même manière que dans la section 1.4.2 à l'aide du dispositif présenté sur la figure 1.16. Deux températures d'essai ont été testées dans cette partie, 20 °C et -130 °C. Le protocole d'essai est le même que celui décrit par la figure 1.17. Plusieurs niveaux de chargement sont effectués à la température souhaitée jusqu'à la détection d'un quelconque endommagement lors des inspections au microscope réalisées entre chaque palier.

Dès lors qu'un endommagement est relevé par microscopie sur la zone d'observation, l'essai est interrompu. L'éprouvette est alors montée dans le dispositif de mise sous charge présenté sur la figure 1.26. En effet, les observations par micro-tomographie doivent se faire sous charge pour ouvrir les fissures créées auparavant. Lorsque l'éprouvette n'est pas sollicitée en traction les fissures sont ouvertes de seulement 1 à 3 µm alors qu'à environ 80 % du chargement maximal elles s'ouvrent jusqu'à 10 µm pour un pli d'épaisseur 143 µm.

La dimension des éprouvettes et la résolution du tomographe ne permettent pas de détecter les fissures peu ouvertes. En l'absence d'une solution révélatrice, le contraste est trop faible pour les détecter. Ce montage permet de charger l'éprouvette en traction jusqu'à 20 kN et à une déformation intermédiaire à laquelle on ne propage pas l'endommagement préalablement créé. La remise sous charge est pilotée par la jauge de déformation. Aucun capteur de force n'est présent sur le dispositif. Nous pouvons cependant remonter à la force appliquée sur notre éprouvette à l'aide des courbes de la première mise sous charge sur la machine de traction.

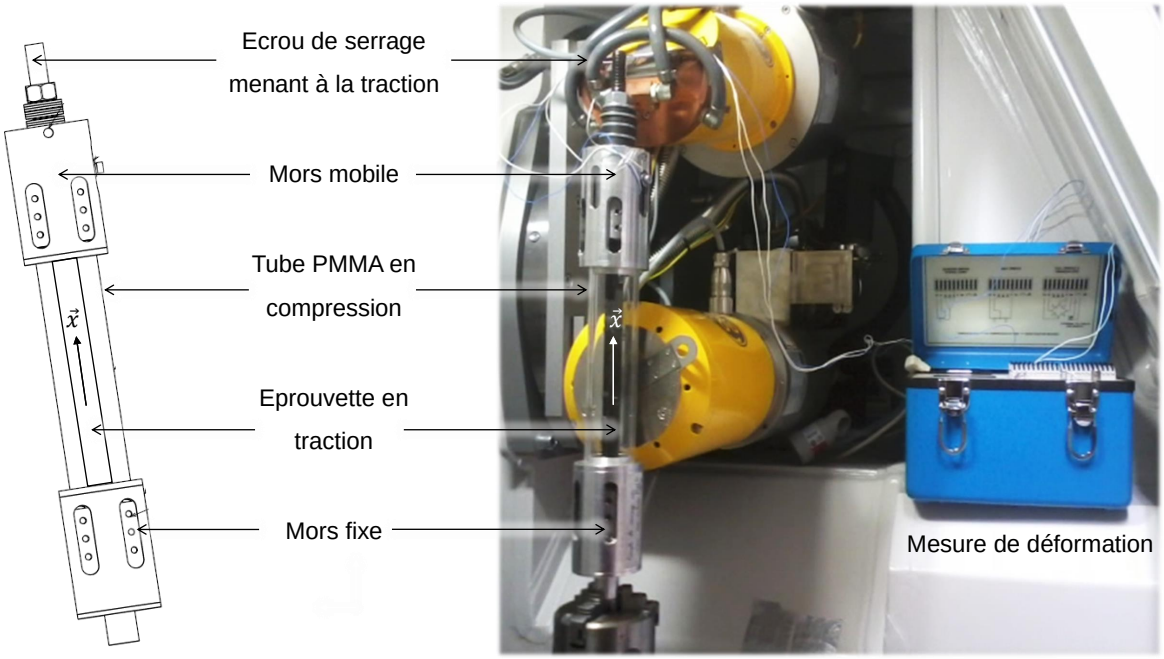


FIGURE 1.26 – Dispositif de mise sous charge installé au sein du tomographe.

Le dispositif de mise sous charge a été conçu au cours des travaux de [Laeuffer, 2017] pour s'intégrer au sein du micro-tomographe Phoenix V/TOME/SX, GE disponible sur la plateforme PLACAMAT. Cet appareil nous permet d'avoir une taille de voxel minimale de 4,9 µm en plaçant la source à environ 25 mm de l'axe de révolution de notre éprouvette. En fonction des niveaux de gris entre les fissures et le matériau ainsi qu'en fonction de la position des fissures et de la discrétisation du détecteur, un coefficient de sécurité plus ou moins important (en fonction du type de mesure : qualitative ou quantitative) est défini entre la taille de voxel et la résolution à choisir pour pouvoir détecter au mieux les endommagements. Ce tomographe fonctionne à l'aide d'une source horizontale fixe. Le montage est placé dans un mandrin qui permet la rotation de l'éprouvette et donc la réalisation d'un scan de 360°. A une résolution de 4,9 µm, la zone d'intérêt observable est d'environ 10-x-10-x-10 mm^3 en réalisant un scan multiple sur la hauteur suivant la direction de traction.

Une fois le scan réalisé, l'éprouvette est à nouveau montée sur la machine de traction pour réaliser un chargement supérieur menant à une propagation de l'endommagement ou à la rupture de l'éprouvette.

Si il y a eu détérioration de l'éprouvette au cours de l'essai, rupture de l'éprouvette par exemple, la solution de réaliser une imprégnation d'agent de contraste sur notre éprouvette a été employée car il n'est alors plus possible de charger l'éprouvette pour ouvrir les fissures. La solution de contraste utilisée a été reprise des travaux de [Schilling et al., 2005] et [Yu et al., 2015]. Elle se compose de 250 g d'iodure de zinc, 80 mL d'eau distillée, 80 mL d'alcool isopropylique et de 1 mL de solution révélatrice Kodak Photoflow. Le temps d'immersion dans le liquide est de 48 h. Ne sachant pas l'impact de ce type de solution sur le comportement mécanique de notre matériau, aucun chargement n'est appliqué après l'imprégnation pour ne pas risquer de faire évoluer l'endommagement préalablement créé.

1.5.3 Résultats et analyses

Au cours de ces travaux, nous avons appliqué ce protocole sur trois éprouvettes de même stratification $[0/\pm 60/90_{0.5}]_S$, deux à température ambiante et une à -130 °C. Dans cette sous-section, les scans 3D seront traités avec le logiciel open-source de traitement d'images $Image-J$. Le recours au scan multiple est nécessaire lorsque l'on souhaite avoir une zone scannée importante en sachant qu'un recouvrement de près de 50 % entre les zones est requis pour la reconstruction du volume complet. Dans cette étude, les zones d'intérêt ont été reconstruites avec trois scans alignés suivant l'axe de chargement $\vec{x}$. Ces multi-scans ont permis l'observation de volumes de 8 à 12 mm de longueur dans la direction de chargement de l'éprouvette. Nous précisons spatialement les zones observées et les interfaces étudiées sur la figure 1.27. On distinguera deux types d'interfaces. Les interfaces B et C séparent le pli central, orienté transversalement, des deux plis adjacents orientés à 60° par rapport à la direction de chargement. Les interfaces A et D séparent les plis à 60° des plis à -60°. Les observations microscopiques ont permis de vérifier le fait qu'aucune fissure transverse n'apparaisse dans les plis orientés à 0° par rapport à la direction de chargement et ce même lorsqu'un pli adjacent est fortement endommagé. Les interfaces entre les plis à -60° et les plis extérieurs à 0° ne seront donc pas étudiées.

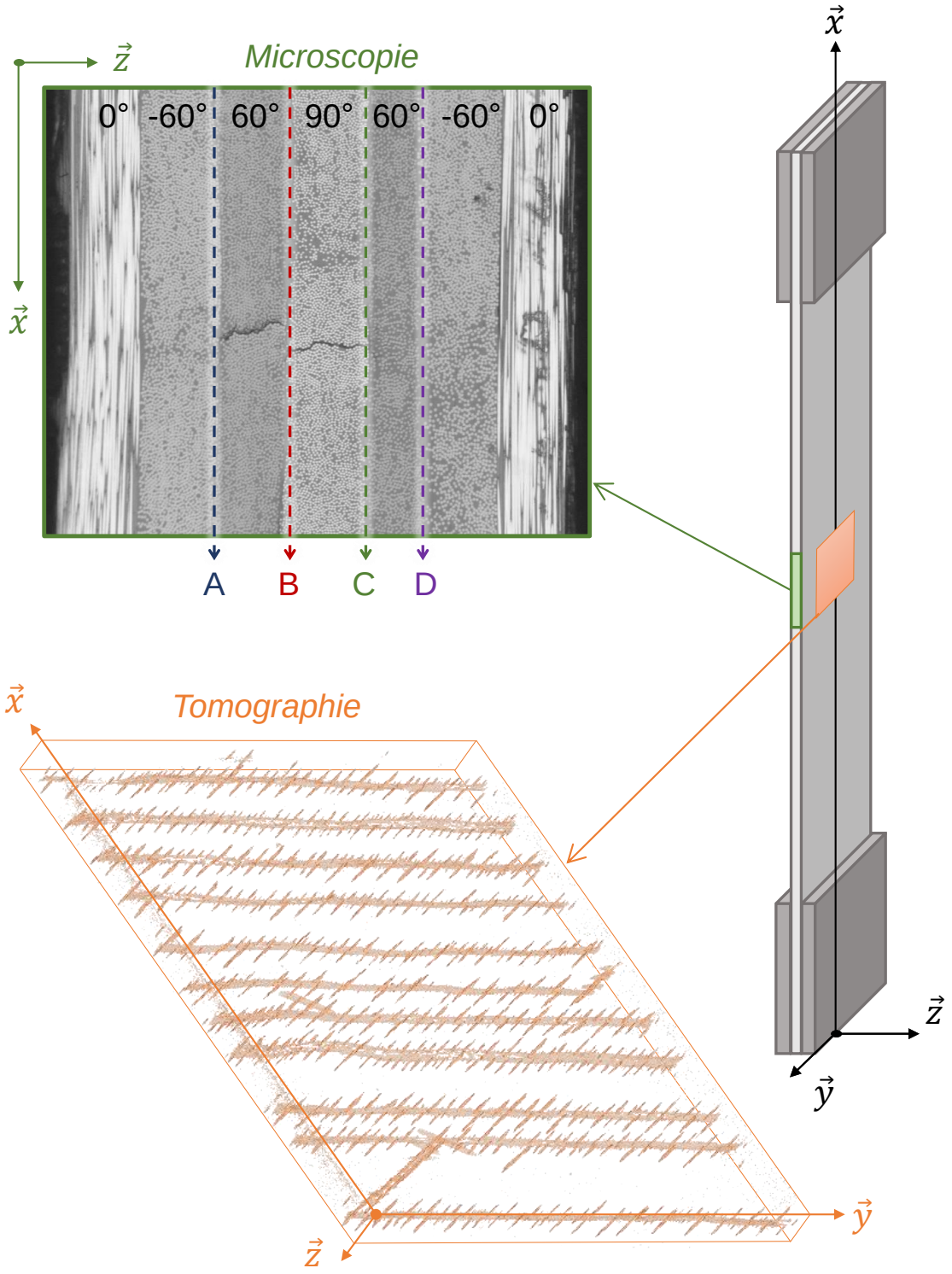
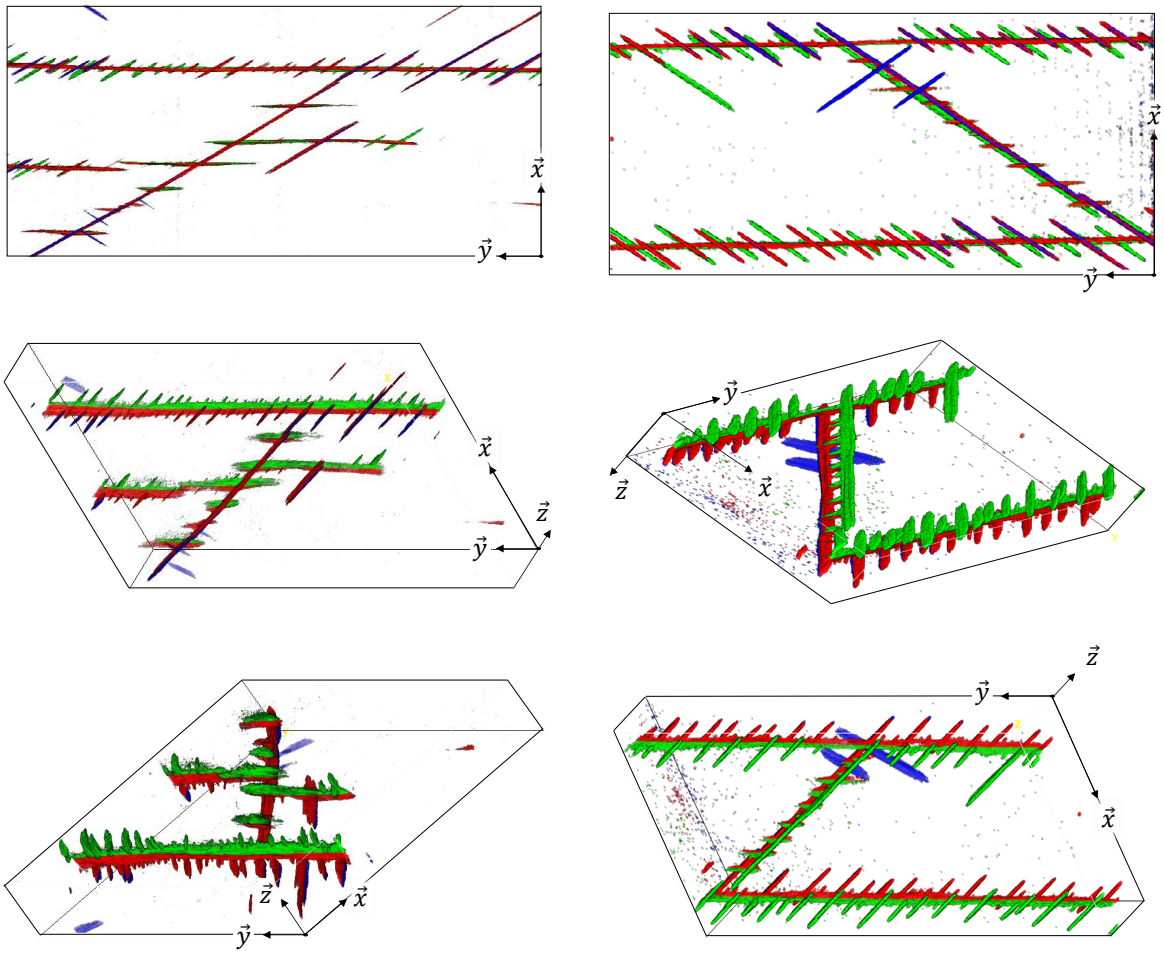


FIGURE 1.27 – Zones observées et illustrations des images obtenues selon le moyen d'observation.

1.5.3.1 Description qualitative des scénarios d'endommagement

La figure 1.28 présente deux réseaux de fissures issus de scans d'éprouvettes respectivement testées à 20 °C et à -130 °C. Ces images ont été traitées selon le protocole présenté dans l'annexe A.2. Les images des figures 1.28a et 1.28b ont subi l'opération morphologique de dilatation ce qui donne des réseaux élargis. Cela facilite la visualisation et donc l'analyse qualitative.



(a) T=20 °C - ε_{xx}^{max}=1,2 % - ε_{xx}^{obs}=0 % Imprégnation d'agent de contraste.

(b) T=-130 °C - ε_{xx}^{rupt}=1,02 % - ε_{xx}^{obs}=0 % Imprégnation d'agent de contraste.

FIGURE 1.28 – Zoom sur des réseaux de fissures créés à température ambiante et à -130 °C. Vues de dessus et en perspective.

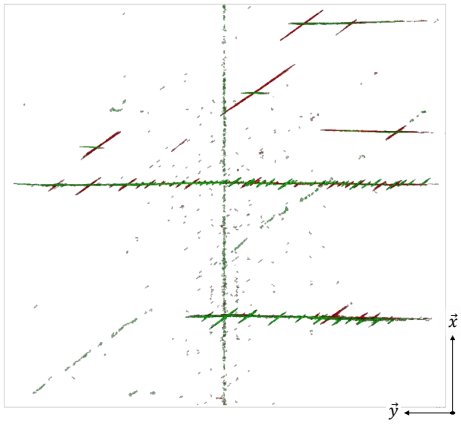
Premièrement, nous ne distinguons pas de microdélaminage aux interfaces entre plis pour les deux éprouvettes testées. La fissuration transverse semble être le seul mésomécanisme d'endommagement présent dans notre matériau et ce, pour les deux températures. La morphologie des réseaux à 20 °C et à -130 °C est similaire. On distingue de grandes fissures transverses dans le pli central. Au voisinage de ces fissures transverses, on observe l'endommagement des couches adjacentes à 60°. Cet endommagement se traduit par l'apparition quasi périodique de fissures courtes. Dans les deux cas, seules quelques-unes de ces fissures courtes semblent s'être propagées. Aux abords de ces fissures longues dans les plis à 60°, nous constatons l'apparition de fissures courtes dans les plis à -60° extérieurs mais également dans le pli central à 90°.

La figure 1.29 présente des vues de dessus et en perspective pour trois paliers de chargement effectués à température ambiante. Pour des raisons de lisibilité, la figure 1.30 présente uniquement des vues projetées suivant l'axe $\vec{z}$ des quatre paliers effectués à une température de -130 °C.

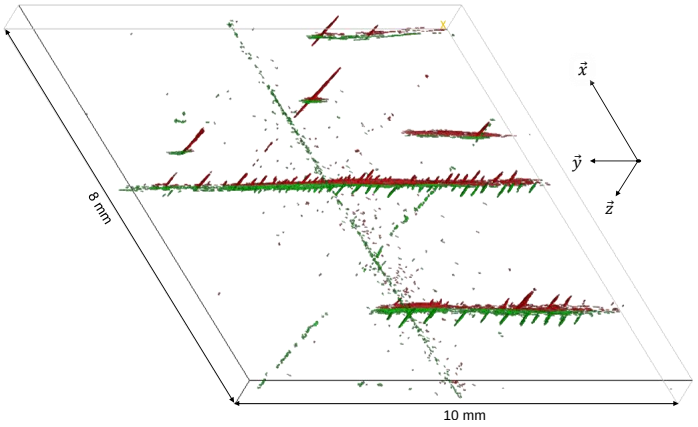
Sur les figures 1.30b à 1.30d, on observe une légère ondulation locale des fibres mise en évidence par l'apparition de fissures transverses dans cette zone. Nous pouvons attribuer cette ondulation à un glissement plan de la mèche de pré-imprégné lors de la fabrication AFP. Il est également probable que cela soit dû à un désalignement local des fibres au sein de la mèche déposée car l'ondulation s'atténue rapidement dans une zone inférieure à la taille d'une mèche (6,35 mm).

Nous constatons que les scénarios d'endommagement sont similaires pour les deux températures. En effet, et comme prévu, c'est le pli central à 90° qui fissure en premier du fait de son mode de sollicitation purement transverse. Les concentrations de contraintes générées au voisinage des grandes fissures transverses induisent l'apparition quasi-périodique de fissures courtes dans les plis adjacents à 60°. Avec l'augmentation du chargement, certaines de ces fissures courtes se propagent et tendent à lier les fissures du pli central pour créer un réseau de fissures connectées en plusieurs points. Les grandes fissures des plis à 60° génèrent à leur tour quelques fissures courtes dans les plis adjacents à -60° et dans le pli central à 90°. Globalement, les figures 1.29 et 1.30 mettent en évidence la densification globale du réseau de fissures dans le stratifié lorsque le chargement augmente. Aussi, d'un point de vue qualitatif, il semble que les seuils d'initiation de l'endommagement soit abaissés à basse température. Cette observation est cohérente avec les analyses de la section 1.4.

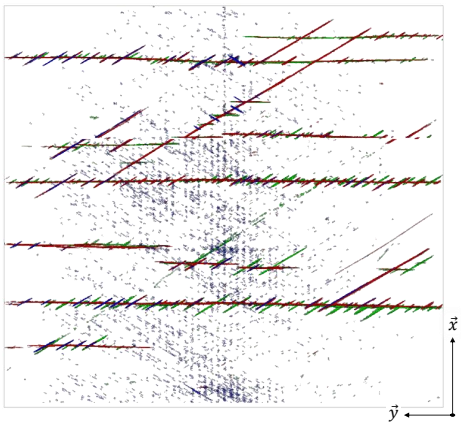
En résumé, ces observations permettent d'appuyer et de préciser les résultats de la littérature sur les phénomènes d'interaction entre plis endommagés. Nous avons également pu noter que les mécanismes et scénarios d'endommagement sont similaires à température ambiante et à -130 °C. Les mesures quantitatives qui suivent vont permettre d'affiner ces analyses.



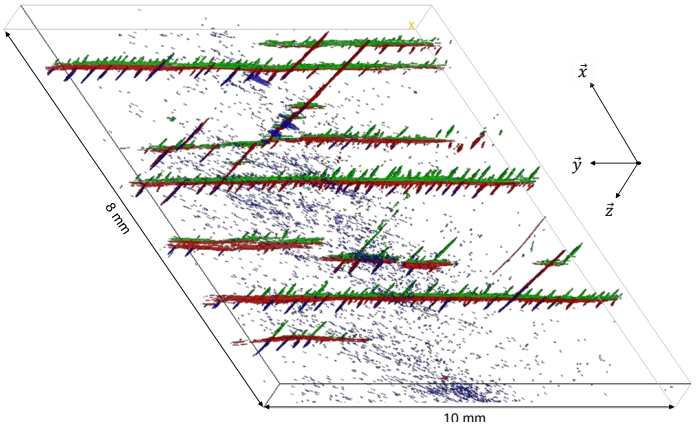
(a) Observation du plan XY
ε_{xx}^{max} = 1,1 % - ε_{xx}^{obs} = 0,9 %.



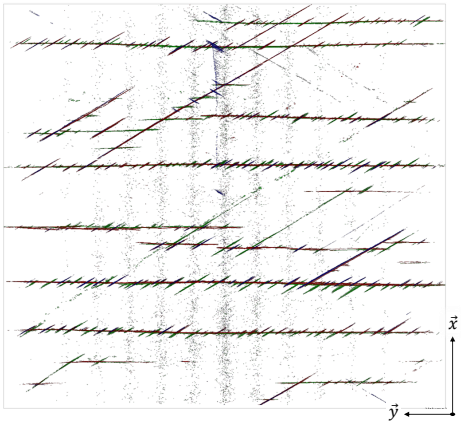
(b) Vue de perspective
ε_{xx}^{max} = 1,1 % - ε_{xx}^{obs} = 0,9 %.



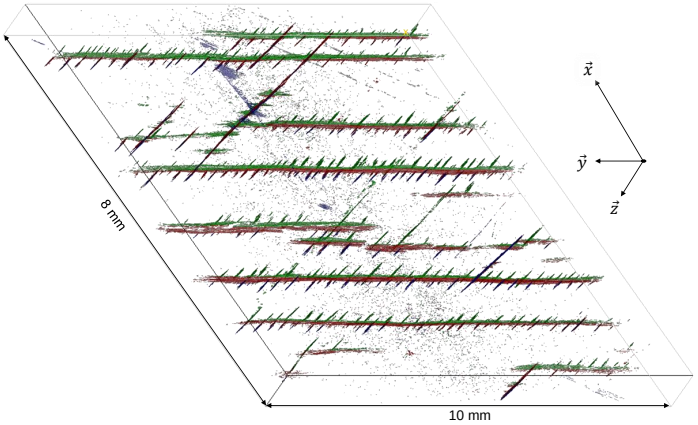
(c) Observation du plan XY
ε_{xx}^{max} = 1,2 % - ε_{xx}^{obs} = 1,0 %.



(d) Vue de perspective
ε_{xx}^{max} = 1,2 % - ε_{xx}^{obs} = 1,0 %.

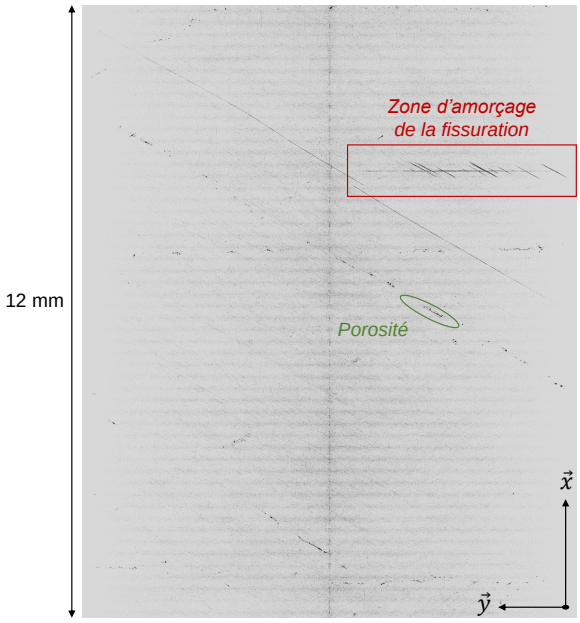


(e) Observation du plan XY
ε_{xx}^{max} = 1,3 % - ε_{xx}^{obs} = 1,1 %.

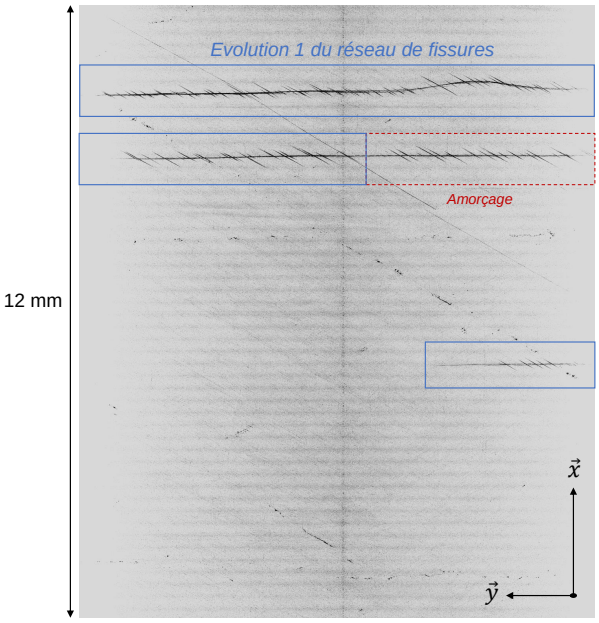


(f) Vue de perspective
ε_{xx}^{max} = 1,3 % - ε_{xx}^{obs} = 1,1 %.

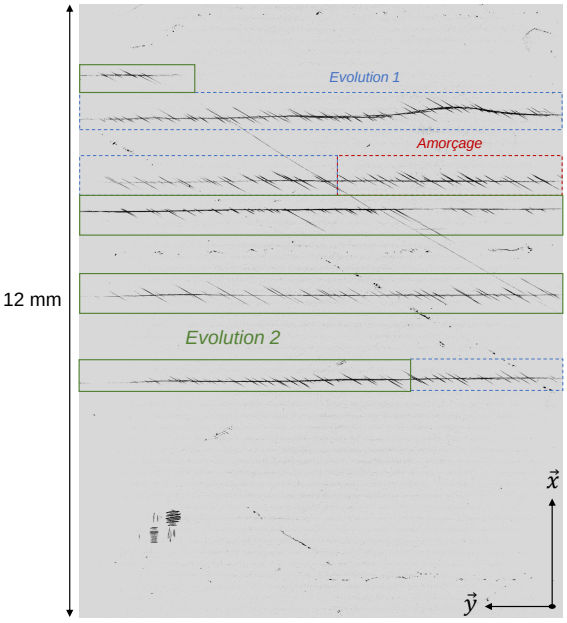
FIGURE 1.29 – Vue dans le plan XY et en perspective de la zone d'intérêt scannée par micro-tomographie pour chaque palier de chargement mécanique à température ambiante.



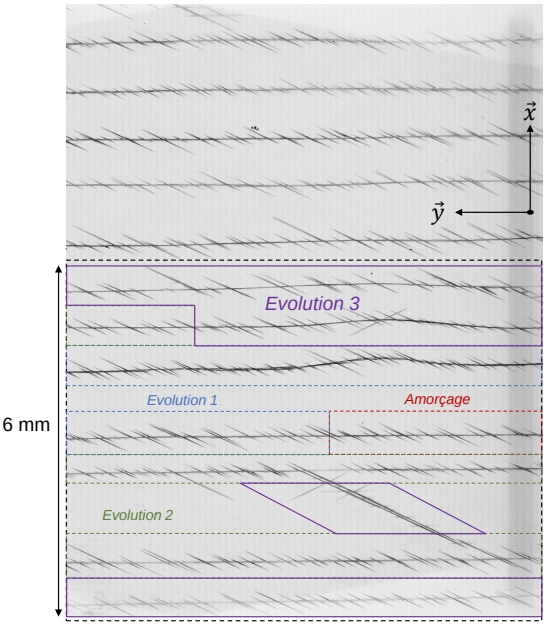
(a) $\varepsilon_{xx}^{max} = 0{,}75$ % - $\varepsilon_{xx}^{obs} = 0{,}65$ %.



(b) $\varepsilon_{xx}^{max} = 0{,}85$ % - $\varepsilon_{xx}^{obs} = 0{,}75$ %.



(c) $\varepsilon_{xx}^{max} = 0{,}95$ % - $\varepsilon_{xx}^{obs} = 0{,}85$ %.



(d) $\varepsilon_{xx}^{rupture} = 1{,}02$ % - $\varepsilon_{xx}^{obs} = 0$ %.
Imprégnation d'agent de contraste.

FIGURE 1.30 – Vue des plans XY, projetés suivant l'axe Z, de la zone d'intérêt scannée par micro-tomographie pour chaque palier de chargement mécanique à -130 °C.

1.5.3.2 Analyses quantitatives

Les observations qualitatives précédentes nous ont permis d'identifier et d'analyser les mécanismes et les scénarios d'endommagement à température ambiante et à -130 °C. Afin de quantifier et d'analyser les cinétiques de fissuration des plis et les phénomènes d'interaction entre plis endommagés, des mesures de taux de fissuration et de taux de croisement ont été réalisées. L'idée première est de valider les observations réalisées jusqu'alors sur l'impact des basses températures sur la fissuration transverse et sur les phénomènes d'interactions entre plis endommagés. Aussi, ces mesures vont permettre de borner les lois d'amorçage et d'évolution régissant l'endommagement au sein d'un stratifié et, ce qui nous intéresse particulièrement, la création de réseaux de fuite. La présence de fissures de différentes longueurs sur un volume représentatif sollicité de manière homogène exige de préciser la définition de la densité de fissure donnée par l'équation 1.3. Comme proposé par [Laeuffer, 2017] dans ses travaux, nous définirons le taux de fissuration transverse ρ comme étant la longueur de fissuration cumulée dans le pli considéré $L_{fiss.}$ rapportée à la surface du pli dans le plan du stratifié observé $S_{obs.}$. Dans ce cas, la surface observée est petite par rapport aux essais sur stratification croisée de la section 1.4 ce qui impacte la représentativité des courbes obtenues. De même que dans la section 1.4, cette grandeur est adimensionnée par son produit avec l'épaisseur h du pli considéré :

$$\overline{\rho} = \frac{L_{fiss.}}{S_{obs.}} h = \rho h \tag{1.5}$$

Le graphique de la figure 1.31 présente l'évolution de ce taux de fissuration réduit dans chaque pli du stratifié en fonction du chargement thermomécanique appliqué au stratifié. Deux essais ont été réalisés à température ambiante et un essai à -130 °C.

Globalement, nous pouvons noter des cinétiques de fissuration similaires à celles observées dans la section 1.4. L'épaisseur des plis étant de 143 µm, considérée comme intermédiaire, il est là encore difficile d'identifier la phase de saturation de la fissuration. Malgré le faible nombre de points sur les courbes, les mesures mettent tout de même en avant, notamment sur l'essai à -130 °C, une première phase progressive pilotée par les défauts du matériau. Une phase d'évolution de l'endommagement quasi linéaire est ensuite identifiable avant la rupture du composite. Cette dernière observation est applicable aux trois éprouvettes testées.

Le phénomène d'interaction entre les plis est nettement mis en évidence sur ce graphique. En effet, lorsque l'on trace le taux de fissuration des plis en fonction de la déformation appliquée au stratifié sur la figure 1.31, on remarque que le pli central et les plis adjacents s'endommagent de manière simultanée alors qu'ils ont des niveaux de déformation transverse différents dans leur repère pli. Un autre point intéressant est le fait que les cinétiques et les taux de fissuration des plis à +60° et à 90° sont très proches malgré un scénario d'endommagement par pli totalement différent (fissures courtes ou longues).

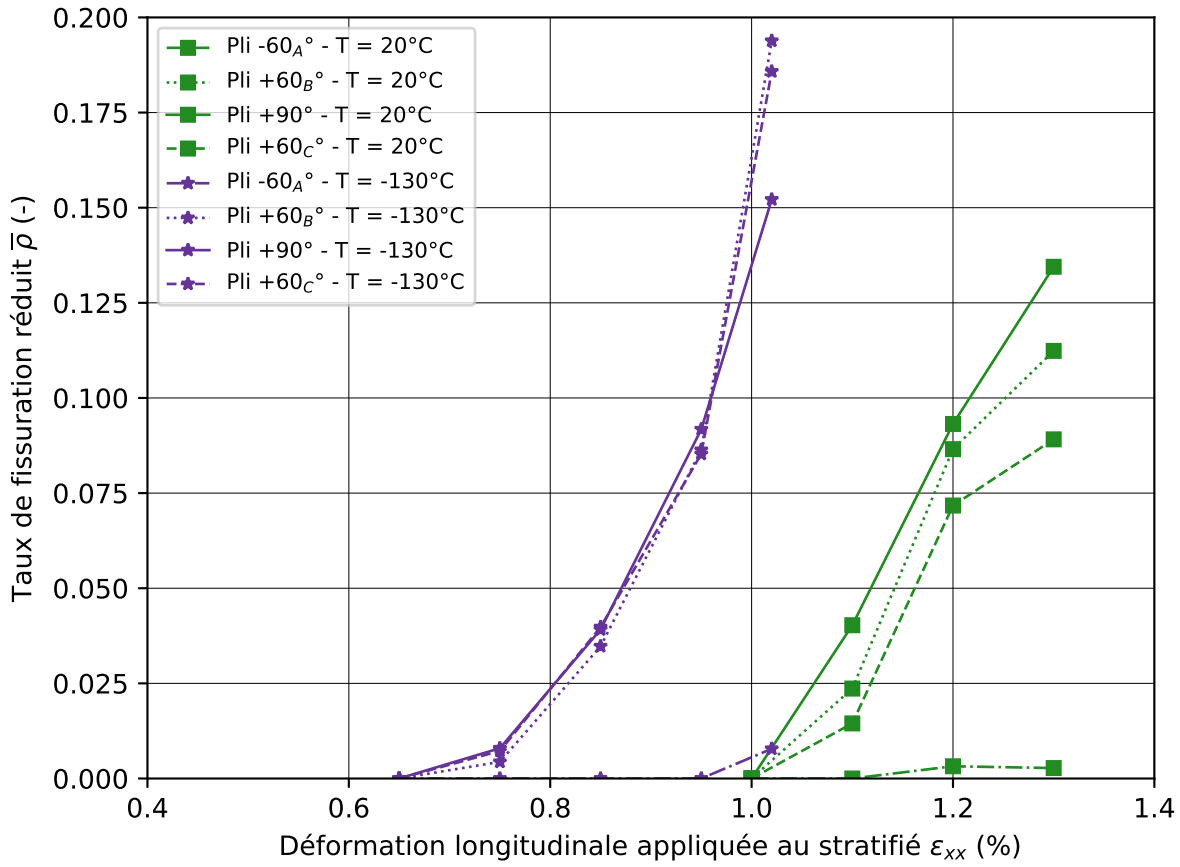


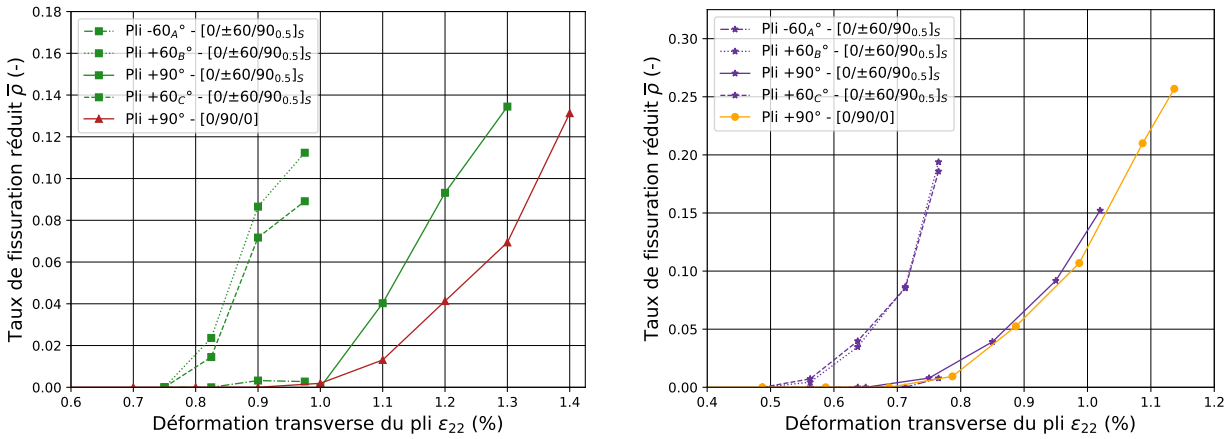
FIGURE 1.31 – Évolution du taux de fissuration réduit dans chaque pli d'un stratifié $[0/\pm 60/90_{0.5}]_S$ en fonction du chargement thermomécanique.

Aussi, si on isole la sollicitation transverse de chacun des plis comme sur la figure 1.32, on remarque que ces derniers ne s'endommagent pas au même niveau. Le pli central sollicité uniquement transversalement s'endommage à une déformation proche de celle identifiée dans la section 1.4. En revanche, les plis adjacents moins sollicités en transverse s'endommagent pour des déformations transverses sensiblement inférieures dès lors que le pli central est endommagé.

La perméabilité du composite stratifié est directement pilotée par le nombre de croisement entre les plis de ce dernier. [Laeuffer, 2017] définit un taux de croisement à l'interface considérée entre les plis i et $i+1$ par l'expression 1.6.

$$\chi_{i,i+1} = \frac{n_{croisement}}{S_{obs.}} \tag{1.6}$$

Dans le cas d'un agencement idéal constitué uniquement de fissures longues, le réseau de croisements entre deux couches est comme présenté sur la figure 1.33. On peut alors déterminer le taux de croisement à partir des taux de fissuration de chaque pli et l'angle entre les plis.



(a) Essais à température ambiante. **(b)** Essais à -130 °C.

FIGURE 1.32 – Évolution du taux de fissuration réduit dans chaque pli en fonction de la déformation transverse dans le pli. Confrontation des cinétiques de fissuration des essais de tomographie à cœur et de microscopie en surface.

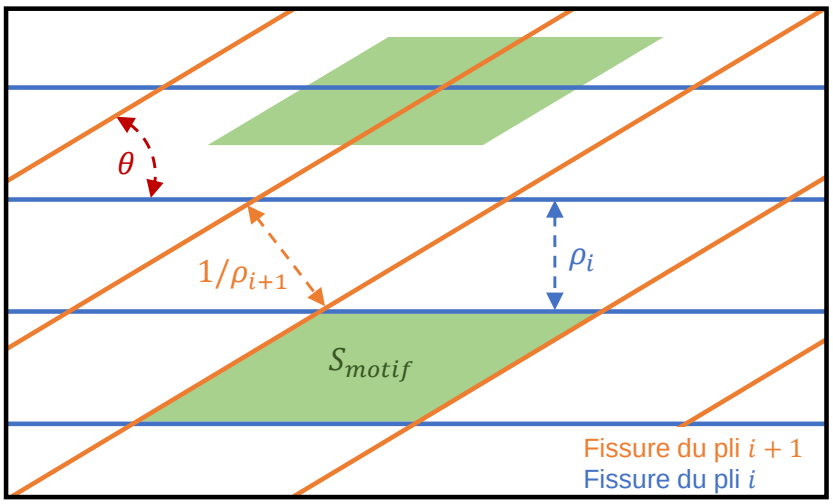


FIGURE 1.33 – Présentation d'un agencement de fissures idéal.

La définition d'un motif contenant un seul croisement devient possible et la surface de ce motif vaut :

$$\chi_{i,i+1}^{fissures\ longues} = \frac{1}{S_{motif}} = \rho_i.\rho_{i+1}.sin(|\theta_{i+1} - \theta_i|) \tag{1.7}$$

Lorsque des fissures courtes sont présentes, l'agencement des fissures peut générer une situation favorable dans laquelle le taux de croisement est supérieur à celui identifié dans le cas idéal où les fissures sont infiniment longues.

L'agencement avec des fissures longues présenté sur la figure 1.33 sera ainsi utilisé comme référence pour adimensionner le taux de croisement. On définit alors le taux de croisement réduit $\overline{\chi}$ tel que $\overline{\chi} \to 1$ lorsque les fissures sont longues :

$$\overline{\chi}_{i,i+1} = \chi_{i,i+1}.S_{motif} = \frac{n_{croisement}}{S_{obs.}}.\frac{1}{\rho_i.\rho_{i+1}.sin(|\theta_{i+1} - \theta_i|)} \tag{1.8}$$

Cette définition nous permet de tracer le taux de croisement réduit pour chaque interface des éprouvettes testées (figure 1.34). A l'amorçage de l'endommagement, l'apparition de nombreuses fissures courtes le long des fissures longues du pli central engendre un grand nombre de connexions. Lorsque le chargement augmente, les fissures se propagent et le réseau tend vers l'agencement idéal de fissures longues ($\overline{\chi}_{i,i+1} \to 1$). Ces observations sont identiques à basse température. Des essais complémentaires permettraient d'affiner cette observation. Globalement, les tendances des courbes de la figure 1.34 sont cohérentes avec les résultats obtenus par [Laeuffer, 2017] sur un stratifié $[0_2/+67.5/\text{-}67.5]_S$ à température ambiante pour lequel les angles et les épaisseurs de plis étaient différents.

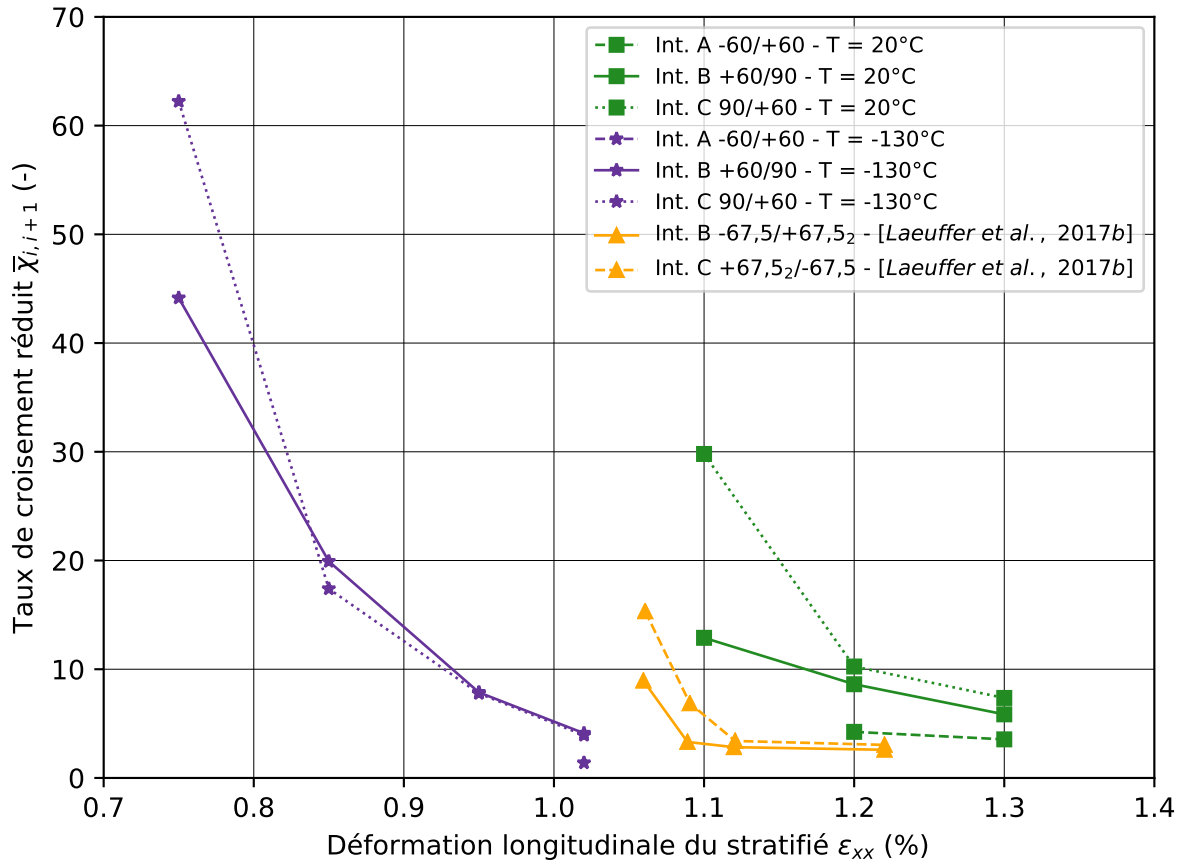


FIGURE 1.34 – Évolution du taux de croisement réduit à chaque interface d'un stratifié $[0/\pm 60/90_{0.5}]_S$ en fonction du chargement thermomécanique.

1.6 Synthèse des travaux expérimentaux sur la caractérisation du matériau

Dans un premier temps, ce chapitre présente un état de l'art des essais disponibles afin d'identifier les verrous scientifiques et technologiques pour la caractérisation du comportement thermomécanique d'un composite stratifié en conditions cryogéniques. Beaucoup d'études sont réalisées sur le comportement macroscopique des composites dans ces conditions, mais peu d'entre elles descendent à l'échelle mésoscopique. C'est en ce sens que la première partie de ces travaux a porté sur la mise au point de protocoles expérimentaux permettant de qualifier et quantifier le comportement élasto-endommageable d'un composite stratifié de l'ambiante aux très basses températures.

Une première partie a consisté à caractériser le comportement mécanique d'un pli unidirectionnel lorsque la température diminue. Un protocole de caractérisation a été mis en place et a permis de quantifier les modules de rigidité du pli unidirectionnel de 20 °C à -130 °C. Nous avons pu confirmer la plupart des résultats de la littérature qui soulignaient une rigidification du matériau lorsque la température diminue. En effet, il s'avère que pour notre matériau les modules de rigidité des directions matricielles du pli unidirectionnel augmentent de 30 à 60 % entre la température ambiante et -130 °C. Cet effet est moins visible sur les caractéristiques sens fibre même si on a pu relever une légère diminution de la déformation à rupture accompagnée d'une augmentation de la contrainte à rupture d'environ 12 % sur la même variation de température.

Afin d'alimenter le méso-modèle initié par [Laeuffer, 2017] avec des données à basse température, nous avons mis en place une manipulation pour caractériser les mécanismes et les scénarios d'endommagement de la température ambiante à -130 °C. Un protocole d'essai associé à ce dispositif permet d'observer la microstructure d'un composite stratifié sous chargements mécanique et thermique. Des stratifications croisées contenant une ou plusieurs couches successives de pli unidirectionnel ont été réalisées via le procédé AFP. Elles ont permis d'analyser l'impact de l'épaisseur du pli sur le scénario d'endommagement d'un pli unidirectionnel sous sollicitation transverse pure.

Suite à la campagne d'essais, beaucoup d'informations ont été relevées. Premièrement, l'épaisseur de la couche considérée joue un rôle primordial dans l'amorçage et la propagation de l'endommagement du pli. Il s'avère que les plis fins, dont la fissuration est pilotée par un critère énergétique, permettent de repousser de manière significative le seuil d'amorçage de la fissuration du pli. A l'inverse, la diminution de la température tend à diminuer le seuil d'amorçage en déformation. Les plis épais ont un scénario identique à basse température. Seul le seuil d'amorçage de l'endommagement est décalé. Pour les plis fins, on note également un décalage du seuil de fissuration. Aussi, pour les faibles épaisseurs de pli, il semblerait que la cinétique de fissuration soit légèrement plus rapide à basse température.

Globalement, on notera que les basses températures couplées aux plis fins tendent à rapprocher le seuil d'amorçage de l'endommagement et la limite à rupture du matériau.

Ces essais de fissuration ont permis de mettre en évidence l'absence de microdélaminage en pointes de fissures transverses en surface comme à cœur de notre matériau. Les observations à cœur du matériau ont démontré le caractère non traversant de certaines fissures pour des épaisseurs de plis intermédiaires. Cependant, au vu du caractère conservatif de la mesure, l'observation en surface a été conservée pour caractériser de manière qualitative notre matériau.

Les observations en surface ont montré leurs limites dès lors que l'endommagement se développe au sein du matériau avec des fissures non débouchantes et/ou visibles en surface mais non traversantes. Le recours à la micro-tomographie par rayon X a été utilisé pour observer l'amorçage et le développement de l'endommagement au sein de stratifications croisées, mais également de stratification plus complexe et ce, pour deux températures d'essai. Un protocole expérimental a été proposé couplant de manière successive le chargement thermomécanique de l'éprouvette et les observations sous chargement intermédiaire en tomographie à l'aide d'un montage dédié.

Ces essais ont validé le fait que les fissures transverses d'un pli à 90° de grammage 150 g/m^2 ne sont pas forcément traversantes dès lors qu'elles apparaissent en surface. Leur propagation est stoppée lorsque le chargement augmente si une zone proche plus fragile s'endommage avant et décharge la zone considérée.

Nous avons pu mettre en évidence les interactions significatives entre les plis endommagés d'un stratifié. L'apparition de fissures transverses dans un premier pli est simultanément suivi de l'amorçage de fissures courtes le long de ces premières fissures dans les plis adjacents. La propagation de certaines de ces fissures apparait lorsque le chargement évolue. Ces dernières tendent à connecter les endommagements des plis adjacents entre eux. Parallèlement, elles génèrent de nouveaux endommagements dans les plis adjacents, propageant ainsi les dommages au sein d'autres couches du matériau. Ce type de scénario a été relevé aussi bien à température ambiante qu'à très basse température.

Enfin, des mesures quantitatives ont été menées afin d'identifier les cinétiques d'endommagement et de croisements entre les endommagements. Ces mesures ont confirmé les observations précédentes et permettent également de remonter au scénario d'endommagement. Il serait intéressant de mener une telle démarche de caractérisation pour plusieurs types de stratification afin d'étudier plus finement ces phénomènes d'interactions entre plis endommagés et notamment le rôle de la multi-axialité du chargement et de l'angle entre les couches. Au vu du caractère complexe des protocoles présentés dans ce chapitre, le développement d'une stratégie d'essais virtuels s'avère indispensable. Le chapitre suivant s'attachera à proposer une telle stratégie et d'évaluer sa pertinence à l'aide de comparaisons avec les essais expérimentaux.

Chapitre 2

Modélisation explicite de l'endommagement par essais virtuels

Le chapitre 1 propose une stratégie de caractérisation expérimentale du comportement élasto-endommageable du matériau de l'étude de la température ambiante aux conditions cryogéniques. Un nombre important de paramètres régit le lien entre la réponse mécanique d'un stratifié et sa perméabilité. Cela nous incite à compléter ces analyses expérimentales par des essais numériques. En ce sens, ce deuxième chapitre présente une stratégie de modélisation permettant la réalisation d'essais virtuels. Les modèles numériques présentés sont basés sur la méthode des zones cohésives dont les paramètres seront étudiés et identifiés à travers une modélisation à complexité croissante. La corrélation entre les résultats des essais virtuels et ceux des essais réels nous permettra d'appuyer la pertinence de la stratégie proposée.

Table des matières du chapitre 2

2.1 État de l'art 63
2.1.1 Représentativité du modèle 63
2.1.2 Méthode numérique pour la modélisation explicite de l'endommagement 65
2.2 Bilan de l'état de l'art et stratégie de modélisation retenue . 69
2.3 Présentation et paramètres du modèle cohésif 71
2.3.1 Le modèle cohésif 71
2.3.2 Choix des paramètres de la zone cohésive 73
2.4 Cellule mono-fissure 76
2.4.1 Présentation du modèle 76
2.4.2 Réponse du modèle 77
2.5 Cellule multi-fissurée sans interaction entre les plis 80
2.5.1 Présentation du modèle 80
2.5.2 Choix et validation des distributions aléatoires 81
2.5.2.1 Choix des distributions aléatoires 81
2.5.2.2 Validation des paramètres des distributions 84
2.6 Cellule multi-fissurée avec interaction entre les plis 88
2.6.1 Présentation du modèle et objectifs 88
2.6.2 Extraction et construction d'une cellule élémentaire représentative à partir des essais expérimentaux 88
2.6.3 Conditions aux limites et chargement 91
2.6.4 Confrontation du modèle aux essais expérimentaux 92
2.6.4.1 D'un point de vue qualitatif 92
2.6.4.2 D'un point de vue quantitatif 96
2.7 Bilan sur la modélisation explicite de la fissuration 98

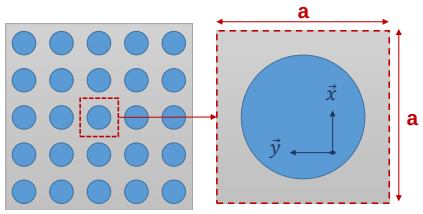
2.1 État de l'art

La performance toujours croissante des machines de calcul rend l'outil numérique de plus en plus attrayant. Ces nouvelles possibilités profitent particulièrement à la méthode des éléments finis pour l'analyse de géométries ou de phénomènes physiques complexes régissant le comportement d'un matériau ou d'une structure. En effet, cette méthode numérique a l'avantage de pouvoir approcher la solution de problèmes mécaniques de manière explicite, phénoménologique et même par l'association des deux. Les composites stratifiés sont particulièrement étudiés à l'aide de cette méthode du fait du caractère fortement anisotrope, multi-échelles et variable de leur comportement.

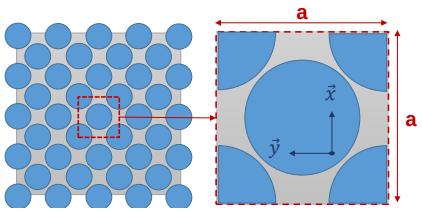
2.1.1 Représentativité du modèle

Quels que soient les grandeurs recherchées ou les phénomènes étudiés, la notion d'échelle est primordiale dans ce type de modélisation. On distinguera encore une fois les trois échelles micro / méso / macro du matériau généralement employées en mécanique des composites. Afin d'être représentatif du comportement global du pli unidirectionnel ou du stratifié, il convient de modéliser un volume suffisamment grand. Lorsque l'on souhaite modéliser de manière discrète certains phénomènes physiques sur un volume représentatif de la variabilité du matériau, le temps de calcul peut devenir très important. Par ailleurs, les conditions aux limites à appliquer au modèle ne sont pas toujours faciles à définir. Généralement, on cherche à définir un volume périodique représentatif du comportement global du matériau, on parle alors de volume élémentaire représentatif (VER). Il est alors possible d'appliquer des conditions aux limites de périodicité au volume modélisé. La difficulté réside donc dans la définition d'un VER périodique et d'une taille permettant de gérer le compromis entre temps de calcul et représentativité des variabilités.

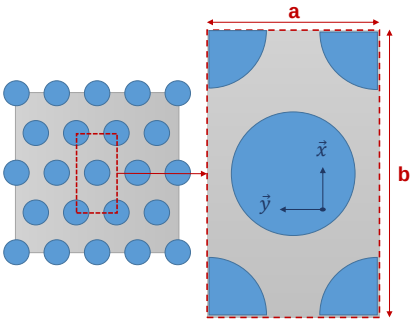
A l'échelle microscopique, à la vue de la dimension des constituants par rapport à celle du pli unidirectionnel, la taille du VER est pilotée par l'agencement des fibres. En ce sens, de nombreuses études ont porté sur la détermination de l'agencement le plus représentatif [Tay et al., 2007]. Les figures 2.1a à 2.1c présentent des agencements simplifiés tels que les structures carrées, diamants ou hexagonales qui permettent de bien encadrer le comportement du pli unidirectionnel tout en utilisant un VER de petite taille. Dans ces cas, l'application des conditions aux limites périodiques est directe. Même si cela conduit à des temps de calcul plus importants, l'extraction d'un VER à partir d'image de microscopie est également une solution largement utilisée (figure 2.1d). Cependant, avec cette méthode il est nécessaire de réagencer les bords du volume pour appliquer des conditions de périodicité. Ces modélisations sont utilisées pour obtenir les propriétés élastiques homogénéisées [Mechin and Keryvin, 2019], mais également pour étudier le rôle des propriétés des constituants (fibre, matrice, interface) sur les mécanismes de dégradation [Danzi et al., 2017].



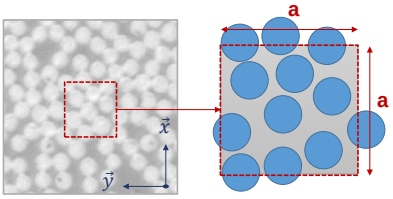
(a) Structure périodique de type carrée.



(b) Structure périodique de type diamant.



(c) Structure périodique de type hexagonale.



(d) Structure issue d'une observation microscopique avant réagencement périodique.

FIGURE 2.1 – Motif approché de la microstructure d'un pli unidirectionnel dans un modèle micromécanique périodique. Disposition et volume de fibre variable.

A l'échelle mésoscopique, la définition d'un volume élémentaire représentatif est plus délicate du fait de la complexité géométrique du stratifié (VER 3D et nombre de configurations de stratification très grand) et des interactions entre plis endommagés. De fait, de nombreux auteurs préfèrent représenter un grand volume de matériau pour tenir compte des variabilités tout en modélisant de manière discrète l'évolution des méso-mécanismes d'endommagement étudiés (fissuration transverse et micro-délaminage) [Grogan et al., 2014a, Flores et al., 2018]. Dans ce type de modèle, les propriétés du pli unidirectionnel sont généralement issues d'une homogénéisation à partir d'un modèle microscopique ou d'une caractérisation à l'échelle du pli. [Soni et al., 2014] génèrent un VER composé de plusieurs plis dont les constituants fibres et matrice sont explicitement modélisés (figure 2.2). Dans le cadre de l'homogénéisation périodique, il étudie le comportement global de deux stratifiés pour identifier l'impact de la stratification sur le comportement des interfaces fibre/matrice et inter-laminaires.

Enfin, d'autres approches basées sur des modélisations multi-échelles permettent de prendre en compte les effets de l'endommagement sur le comportement du matériau. Ce type de modèle homogénéise le comportement du matériau endommagé en réalisant une série de calculs linéaires élastiques dans lesquels un grand nombre de configurations d'endommagement est représenté explicitement [Huchette et al., 2006]. Ces modèles seront décrits plus précisément dans le chapitre 4. Dans ce chapitre, c'est la cinétique d'évolution des mécanismes mésoscopiques d'endommagement qui nous intéresse. Le paragraphe suivant présente donc les différentes approches pour la modélisation discrète de l'évolution des dommages au sein d'un composite stratifié.

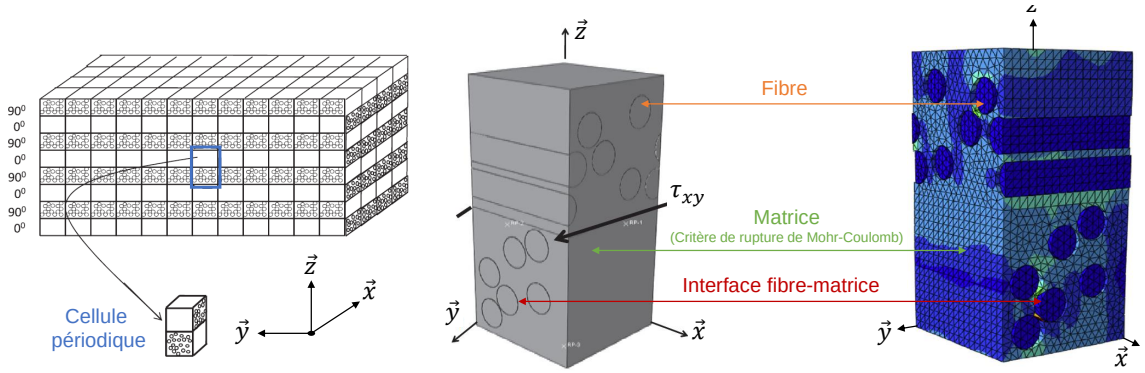


FIGURE 2.2 – Extraction d'une cellule élémentaire représentative multicouche [Soni et al., 2014].

2.1.2 Méthode numérique pour la modélisation explicite de l'endommagement

Pour la modélisation discrète de l'évolution des mécanismes d'endommagement au sein d'un composite stratifié, il existe principalement deux méthodes : les techniques basées sur le principe des zones cohésives et les techniques issues de la méthode des éléments finis étendus (XFEM pour eXtended Finite Element Method).

Les techniques basées sur le principe des zones cohésives consistent à intégrer une loi endommageable de traction-séparation d'une interface entre deux surfaces modélisant une potentielle fissure. Ce type d'approche permet d'introduire dans un schéma de résolution implicite un double critère en résistance (seuil d'amorçage en contrainte) et en énergie (aire sous la courbe contrainte déplacement relatif = énergie de fissuration). Le suivi de l'endommagement au niveau de l'interface permet d'analyser l'évolution de la fissuration. Cette technique nécessite de présupposer les chemins de fissuration. Elle est donc principalement utilisée dans le cadre d'études de fissuration aux interfaces fibre / matrice dans les modèles microscopiques [Segurado and Llorca, 2005] ou de fissuration inter-laminaire (délaminage) [Camanho et al., 2003] pour les méso-modèles. [Zou et al., 2002] proposent d'intégrer des zones cohésives entre tous les éléments de son modèle pour étudier à la fois les endommagements intra et inter-laminaires. Cela permet d'éviter de présupposer la localisation de la fissuration mais engendre des calculs très lourds et des problèmes de dépendance au maillage. Sur un principe similaire, [Bouvet et al., 2009] utilisent une méthode basée uniquement sur un critère en contrainte et un modèle par effet retard, n'intégrant pas les aspects énergétiques, qui permet de modéliser de manière pertinente l'effet des interactions entre plis endommagés dans le cas d'une problématique de dynamique.

Pour la modélisation de la fissuration intra-laminaire, certains auteurs utilisent la XFEM qui ne nécessite pas de présupposer la localisation de la fissuration. A l'échelle microscopique, la XFEM est largement utilisée pour prédire la percolation des décohésions fibre/matrice [Danzi et al., 2017] (figure 2.3). En effet, le chemin de ce type de fissuration est difficile à prévoir. Cependant, il a été observé expérimentalement que l'amorçage se fait généralement à partir d'une décohésion fibre/matrice. De fait, la concentration de contraintes régissant l'amorçage de la fissuration XFEM est généralement introduite à partir de discontinuités discrètes telles qu'une non cohésion partielle d'une interface fibre/ matrice [Danzi et al., 2017].

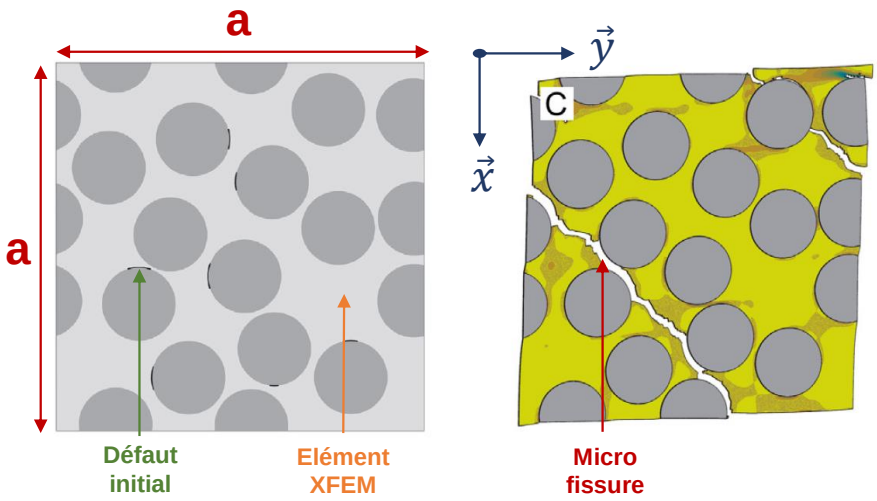
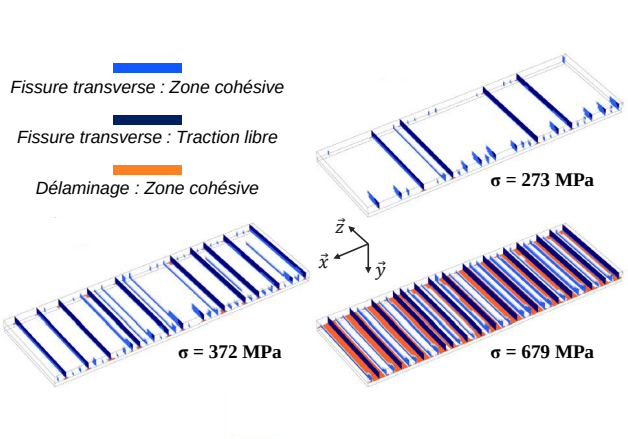
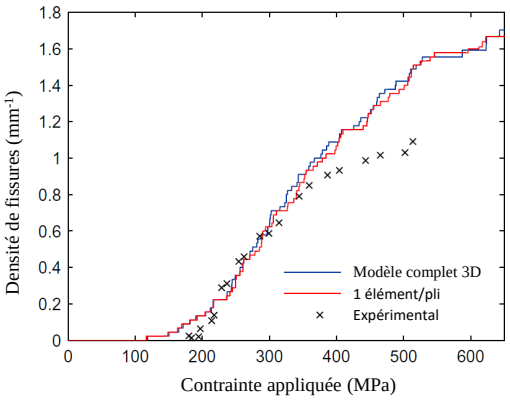


FIGURE 2.3 – Modélisation d'une cellule représentative d'un pli unidirectionnel élasto-endommageable [Danzi et al., 2017].

A l'échelle mésoscopique, la XFEM peut être utilisée pour décrire l'évolution des fissures transverses [Iarve et al., 2011]. Contrairement à l'échelle microscopique, la direction de propagation des fissures transverses est connue puisqu'elles se propagent non seulement dans la direction des fibres mais aussi dans la direction hors plan et ce sur toute l'épaisseur du pli. En revanche, la question est ouverte sur l'amorçage de la fissure. De fait, des variabilités peuvent être introduites par une modification du comportement matériau aux points d'intégrations du modèle par l'intermédiaire d'une distribution aléatoire [Iarve et al., 2011]. [Van Der Meer and Dávila, 2013] choisissent d'intégrer directement des zones faibles localisées aux bords d'une éprouvette pour amorcer la fissuration XFEM. Dans ces travaux, la propagation est régie par un comportement cohésif purement endommageable. Une confrontation des résultats numériques de [Van Der Meer and Dávila, 2013] avec les résultats expérimentaux de [Nairn, 2000] montre la pertinence de la méthode même avec un seul élément dans l'épaisseur du pli (figure 2.4b). Il est également possible d'introduire une discontinuité géométrique traduisant une porosité ou une microfissure préexistante [Abdullah et al., 2017].



(a) Visualisation 3D de l'évolution du processus de fissuration transverse.

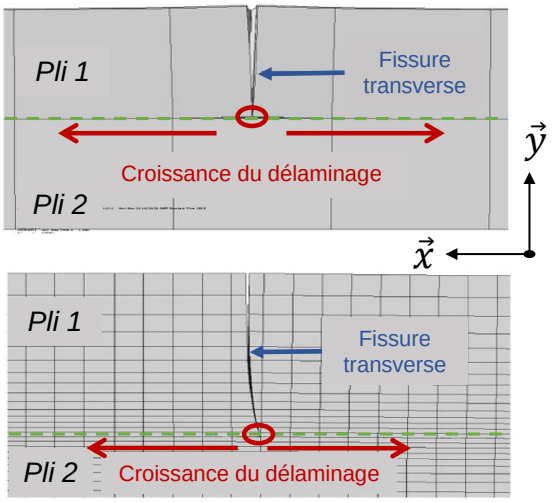


(b) Confrontation expérimental/numérique du taux de fissuration en fonction du chargement.

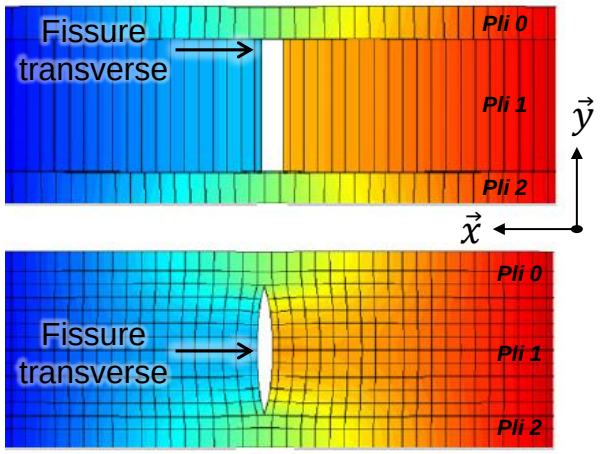
FIGURE 2.4 – Modélisation du processus de fissuration transverse d'un pli UD à l'aide d'une méthode XFEM [Van Der Meer and Dávila, 2013].

Les auteurs qui utilisent la XFEM pour simuler la fissuration transverse modélisent généralement les plis avec un seul élément dans l'épaisseur. En effet, le fait de laisser la possibilité à la fissure XFEM de bifurquer dans l'épaisseur du pli engendre des difficultés numériques. Certains auteurs préfèrent supprimer ces difficultés quitte à utiliser des maillages grossiers. Ces difficultés apparaissent notamment lorsque l'amorçage de la fissuration XFEM se fait sur une distribution aléatoire des propriétés aux points d'intégrations (figure 2.5a). La gestion des directions de propagation de la fissuration XFEM permet d'éviter à la fissure de bifurquer même en présence d'un maillage raffiné (figure 2.5b). Souvent, le choix d'introduire un seul élément dans l'épaisseur est justifié par le fait que la morphologie d'ouverture de la fissure n'impacte pas le comportement macroscopique du matériau. Cependant, les observations expérimentales montrent une ouverture non uniforme de la fissure transverse dans l'épaisseur du pli qu'il semble important de décrire pour analyser finement les interactions entre plis endommagés. De plus, dans le cas de l'étude des réseaux de fissures pour la prédiction de la perméabilité, il a été montré que la morphologie de l'ouverture pilote la taille de la connexion entre les fissures de plusieurs plis et donc le débit de fuite sortant [Yokozeki et al., 2005b, Bois et al., 2014].

Dans le cas des zones cohésives, l'utilisation d'un seul élément dans l'interface modélisant une potentielle fissuration est également discutable car [Turon et al., 2007] indiquent qu'un nombre d'éléments minimal dans la zone en cours d'endommagement ("process zone") est indispensable pour décrire correctement le phénomène de fissuration. Malgré cette analyse théorique de [Turon et al., 2007] pour les zones cohésives, que ce soit pour la méthode XFEM ou celle des zones cohésives, c'est souvent un compromis entre la précision de la description de la fissure transverse et le temps de calcul qui est réalisé.



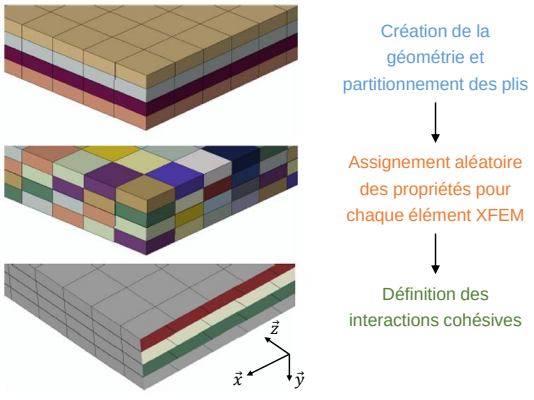
(a) Amorçage sur une distribution aléatoire aux points d'intégration [Grogan et al., 2015a].



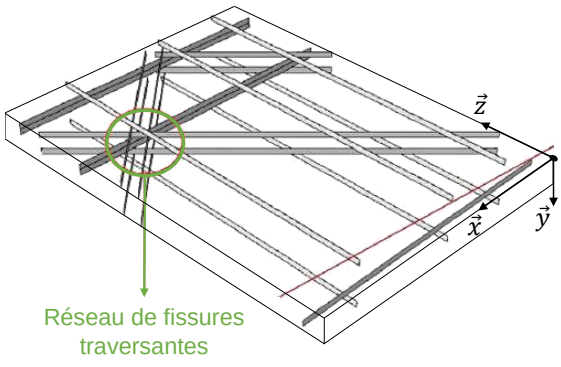
(b) Amorçage sur l'introduction de défauts géométriques [Van Der Meer and Dávila, 2013].

FIGURE 2.5 – Maillage avec un seul ou plusieurs éléments dans l'épaisseur du pli unidirectionnel en fonction de la méthode d'amorçage choisie avec la XFEM.

Si dans la littérature les endommagements intra-laminaires sont modélisés à l'aide de la XFEM ou des zones cohésives, en général les modèles comportent toujours des zones cohésives pour modéliser la fissuration inter-laminaire [Iarve et al., 2011, Danzi et al., 2017, Higuchi et al., 2017, van Dongen et al., 2018]. Dans le cadre d'études sur les réservoirs cryogéniques, [Grogan et al., 2015a] emploient cette stratégie hybride de modélisation à l'échelle mésoscopique pour décrire l'évolution explicite des mécanismes de fissuration transverse et de microdélaminage sur un composite stratifié (figure 2.6).



(a) Méthodologie de construction du modèle.



(b) Réseau de fissures transverses.

FIGURE 2.6 – Modélisation numérique de l'endommagement d'un composite stratifié par l'utilisation couplée de la méthode des zones cohésives et des éléments finis étendus [Grogan et al., 2015a].

2.2 Bilan de l'état de l'art et stratégie de modélisation retenue

La section précédente présente les notions importantes et les méthodes utilisées pour la mise en place d'essais virtuels.

Premièrement, il ressort deux types d'approches concernant le volume de matière étudié pour ce type de modélisation. Certains auteurs cherchent à modéliser un essai existant pour analyser des phénomènes locaux plus précisément. Dans ce cas, c'est généralement l'éprouvette, souvent rectangulaire, qui est modélisée. L'étude sur une grande longueur de matériau permet de prendre en compte la variabilité et d'être représentatif du comportement du matériau. Se pose alors la question de l'impact des conditions aux limites sur l'endommagement du matériau et la représentativité du modèle. D'un autre point de vue, certaines études cherchent à identifier un volume élémentaire représentatif pour s'affranchir des problématiques expérimentales et notamment des effets de bord car la définition d'un VER permet d'appliquer des conditions aux limites périodiques. Cependant, le choix de la taille du VER est déterminant pour être représentatif de la variabilité du matériau à l'échelle considérée. A l'échelle microscopique, l'utilisation d'un VER est courante à partir d'une représentation simplifiée de la microstructure. A l'échelle mésoscopique, il est plus difficile d'identifier un VER car la méso-structure dépend des nombreux paramètres de la stratification (orientations, nombre et épaisseurs des plis).

Aussi, nous avons pu mettre en avant deux techniques de modélisation discrète des mécanismes d'endommagement d'un composite stratifié. La méthode des zones cohésives (ZC) qui est principalement employée pour modéliser les mécanismes de fissuration d'interfaces dont la localisation et la direction de propagation sont identifiées comme la décohésion fibre/matrice ou le délaminage. La méthode des éléments finis étendue (XFEM) est généralement employée pour modéliser la fissuration matricielle intra-laminaire car elle ne nécessite pas de présupposer la localisation et la direction de propagation des fissures.

A l'échelle mésoscopique, la direction de propagation des fissures transverses est bien identifiée expérimentalement. Cependant, c'est l'amorçage des fissures transverses qui est difficile à identifier. De fait, les auteurs proposent plusieurs stratégies pour amorcer la fissuration par la méthode XFEM. La première est d'intégrer des variabilités matériaux sur les propriétés du modèle afin de créer une concentration de contraintes localement et amorcer la fissure. La seconde consiste à insérer des formes géométriques dans le modèle. Elles peuvent être sous la forme de porosités ou de microfissures. Dans ce second cas, les formes géométriques sont généralement orientées dans la direction des fibres. On peut alors s'interroger sur la pertinence d'utiliser la XFEM si on oriente préférentiellement la fissuration.

Enfin, nous avons observé que le maillage est un point sensible avec la XFEM. En effet, un maillage trop raffiné entraine des calculs très lourds du fait des nombreuses instabilités numériques lorsque la fissure traverse les éléments. De ce fait, les auteurs ont tendance à limiter la cinématique de la fissuration XFEM ou à mailler de manière assez grossière. Ces études ne s'intéressent pas à la morphologie de la fissure car celle-ci n'impacte pas significativement le comportement mécanique macroscopique du stratifié. Notre objectif est d'étudier les effets d'interaction entre plis endommagés. Pour cela il faut bien représenter les gradients dans l'épaisseur du pli et la concentration de contraintes engendrée par une fissure dans les plis adjacents.

D'après ce bilan, nous avons opté pour une stratégie de modélisation basée uniquement sur la méthode des zones cohésives. Les différents modèles présentés seront implémentés sur le code de calcul commercial ®*Abaqus*. A partir des résultats expérimentaux du chapitre 1, nous allons définir un volume élémentaire représentatif à l'échelle mésoscopique. Les fissures transverses et le délaminage entre les plis du stratifié seront modélisés discrètement par le biais d'interactions cohésives élasto-endommageables dont les propriétés de résistance et d'énergie seront issues de la littérature et des résultats du chapitre 1. Le VER modélisera chacun des plis du stratifié entre lesquels nous allons insérer des zones cohésives qui modéliseront la fissuration inter-laminaire. Au sein des plis dont l'orientation est différente de la direction de chargement ($\theta > 0°$), des zones cohésives modélisant des fissures transverses potentielles seront insérées. Ce nombre de fissures potentielles sera sensiblement supérieur à la quantité de fissures transverses identifiées expérimentalement à saturation. Des conditions de périodicité seront appliquées par le biais du plug-in *Homtools* développé au sein du LMA Marseille [Lejeunes and Bourgeois, 2018]. Un premier modèle 2D comportant une unique fissure transverse nous permettra de déterminer les paramètres numériques des zones cohésives et de définir un critère de fissuration. Dans un second temps, ce modèle sera étendu à une configuration comportant plusieurs fissures par pli. Ce modèle nous permettra d'identifier des distributions aléatoires sur les paramètres des zones cohésives qui permettront de représenter la variabilité du matériau. L'identification de ces distributions se fera à l'aide des essais expérimentaux sur stratifications croisées présentés dans la section 1.4. Enfin, nous nous attacherons à démontrer la pertinence et à identifier les limites de notre démarche par le biais d'une confrontation entre un essai virtuel et les observations expérimentales sur un stratifié $[0/\pm 60/90_{0.5}]_S$ issues de la section 1.5 du premier chapitre.

2.3 Présentation et paramètres du modèle cohésif

2.3.1 Le modèle cohésif

Sur la base de l'analyse expérimentale du comportement non linéaire d'un front de fissure, [Dugdale, 1960] et [Barenblatt, 1962] ont proposé séparément le concept de zones cohésives. Depuis, cette méthode a été largement utilisée dans de nombreuses applications [Camanho et al., 2003, Turon et al., 2007, Vandellos, 2011, Le Goff, 2013, Van Der Meer and Dávila, 2013, Van Der Sypt, 2020].

La figure 2.7 définit le comportement d'une zone cohésive régie par une loi bilinéaire dans une direction de l'interface. La définition de l'interaction passe par l'introduction d'une raideur initiale K régissant la relation linéaire élastique entre le déplacement relatif δ et la contrainte σ entre les deux surfaces considérées (expression 2.1). Au cours du chargement, les surfaces tendent à se séparer et la contrainte augmente linéairement en fonction du déplacement.

$$\sigma = K.\delta \tag{2.1}$$

La contrainte d'initiation σ_i définit le seuil d'amorçage de l'endommagement entre les deux surfaces. Dès lors que cette contrainte est atteinte, la rigidité K est dégradée linéairement en suivant une évolution basée sur un critère énergétique. En effet, c'est l'énergie de propagation G^c qui définit l'évolution de l'endommagement dans la direction considérée. Lorsque la totalité de l'énergie de propagation est consommée au cours du chargement, la contrainte entre les deux surfaces considérées est nulle pour un déplacement relatif défini par δ_f.

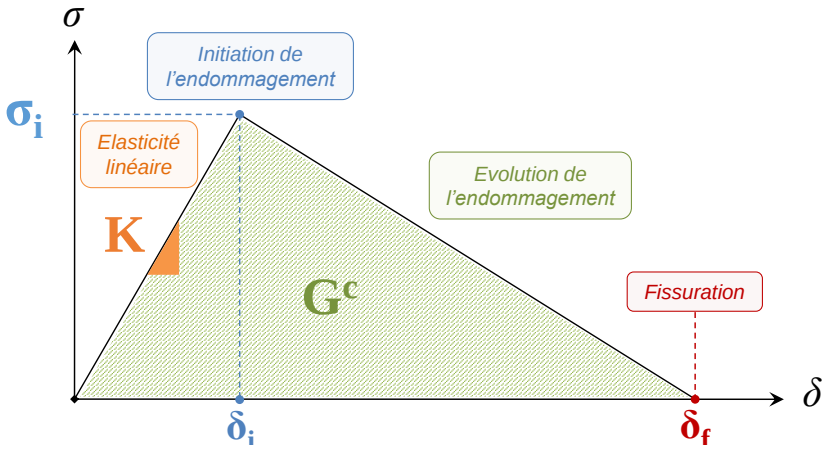


FIGURE 2.7 – Définition du comportement cohésif dans une direction de l'espace.

La définition d'une interface cohésive dont la sollicitation est multi-axiale induit une expression du comportement cohésif qui dépend des directions (normale et tangentielles) de l'interface. Dans ce cas le comportement élastique est défini par la relation 2.2.

$$\begin{pmatrix} \sigma_n \\ \sigma_t \\ \sigma_s \end{pmatrix} = \begin{bmatrix} K_{nn} & 0 & 0 \\ 0 & K_{tt} & 0 \\ 0 & 0 & K_{ss} \end{bmatrix} . \begin{pmatrix} \delta_n \\ \delta_t \\ \delta_s \end{pmatrix} \tag{2.2}$$

où σ_n, σ_s et σ_t sont les contraintes (normale et de cisaillement), δ_n, δ_t et δ_s sont les déplacements relatifs (normal et de cisaillement) et K_{nn}, K_{tt} et K_{ss} sont les raideurs (normale et en cisaillement) dans la zone cohésive.

Le critère d'amorçage choisi dans cette étude est de type quadratique et est appliqué sur les contraintes. Il est défini par l'expression 2.3.

$$\left(\frac{\langle\sigma_n\rangle}{\sigma_n^0}\right)^2 + \left(\frac{\langle\sigma_s\rangle}{\sigma_s^0}\right)^2 + \left(\frac{\langle\sigma_t\rangle}{\sigma_t^0}\right)^2 = 1 \tag{2.3}$$

où σ_n^0, σ_s^0 et σ_t^0 les contraintes (normale et de cisaillement) à l'amorçage de l'endommagement dans la zone cohésive.

La mixité des modes sera prise en compte avec le critère de [Benzeggagh and Kenane, 1996] (expression 2.4). Ce critère est largement utilisé dans ce type d'étude pour sa capacité à bien rendre compte de la physique [Benzeggagh and Kenane, 1996]. Une représentation graphique du comportement cohésif prenant en compte la mixité de mode est proposée sur la figure 2.8.

$$G^c = G_n^c + (G_S^c - G_n^c)\left(\frac{G_S}{G_n + G_S}\right)^\eta \tag{2.4}$$

Avec G_n l'énergie de fissuration en mode I, $G_S = G_s + G_t$ l'énergie de fissuration en mode II, G_n^c l'énergie critique de fissuration en mode I, G_S^c l'énergie critique de fissuration en mode II, G^c le taux de restitution d'énergie global critique et η un paramètre de couplage.

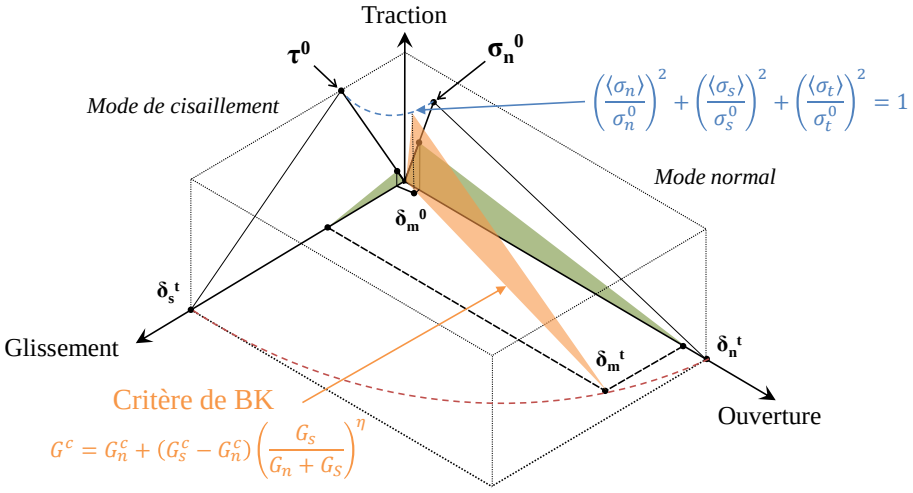


FIGURE 2.8 – Prise en compte des modes de sollicitations mixtes dans le comportement d'une zone cohésive [Benzeggagh and Kenane, 1996].

2.3.2 Choix des paramètres de la zone cohésive

Amorçage et propagation Les valeurs de contrainte d'amorçage et d'énergie de propagation proviennent de la littérature et sont rappelées dans le tableau 2.1 [Iarve et al., 2011]. Comme décrit précédemment, nous utilisons le critère 2.4 de [Benzeggagh and Kenane, 1996] pour décrire la mixité des modes lors de la propagation de l'endommagement. La puissance η de l'expression 2.4 régit le couplage entre les modes et est définie égale à 1 dans ces travaux. Même si la plupart des travaux basés sur la méthode des zones cohésives concernent la fissuration inter-laminaire et que dans ces cas de figure une valeur 1 est jugée satisfaisante, nous avons utilisé cette même valeur pour modéliser la fissuration intra-laminaire. Ce paramètre s'avère peu influent pour les exploitations faites dans ces travaux.

Raideur de la zone cohésive Les auteurs qui étudient la fissuration inter-laminaire identifient des valeurs optimales de raideur comprise entre 10^5 N/mm^3 et 10^8 N/mm^3 [Camanho et al., 2003, Turon et al., 2007, Vandellos, 2011]. Cependant, au delà de définir des valeurs fixes, les auteurs précisent que le plus important est de définir une valeur de raideur qui n'affecte pas la raideur du stratifié initial pour ne pas s'éloigner de la réalité. Pour quantifier ce point, on confronte le modèle avec des zones cohésives non endommageables à un stratifié aux interfaces parfaites et donc infiniment rigides. Pour une raideur dans la direction normale de l'ordre de 10^5 N/mm^3 et une densité de zone cohésive égale à deux fois la densité de fissures observée à saturation expérimentale, la raideur du pli dans la direction transverse avec zone cohésive est abattue de moins de 1 % par rapport à la raideur du pli sans zone cohésive, abattement supposé négligeable comme le précisent [Turon et al., 2007] dans leur étude sur la fissuration inter-laminaire. De fait, nous choisirons une raideur de 10^5 N/mm^3 pour les modélisations de ce chapitre.

Coefficient de régularisation visqueuse La dégradation localisée des propriétés élastiques du modèle entraine généralement des difficultés de convergence dans un schéma de résolution implicite tel que celui utilisé dans Abaqus/Standard. Si la propagation de l'endommagement est instable en raison d'une énergie restituée par la structure plus grande que l'énergie consommée, le schéma de résolution implicite ne peut pas converger. Même si la propagation de l'endommagement est stable, mais rapide, le schéma de résolution implicite conduira à des pas de temps très petits. Lors de la définition de la zone cohésive, il est possible d'introduire un coefficient de stabilisation τ qui consiste à introduire un effet retard sur l'endommagement. Ce coefficient agit comme un coefficient de viscosité que l'on qualifiera dans ce cas de numérique. Il s'exprime en seconde et son formalisme est présenté par [Lapczyk and Hurtado, 2007]. Cette viscosité numérique permet de stabiliser et de ralentir le processus d'endommagement en introduisant une dissipation d'énergie supplémentaire.

Cela permet de régulariser le fait de ne pas modéliser la totalité des phénomènes physiques qui, en réalité, dissipent de l'énergie lors du processus de fissuration instable (phénomène dynamique, frottement, viscosité matériau, etc). Le choix de la valeur de ce paramètre de régularisation doit être défini pour permettre la convergence du calcul tout en gardant une cohérence avec la physique réelle. [Van Der Sypt, 2020] propose une illustration simple de la réponse de la zone cohésive en fonction du coefficient de stabilisation choisi (figure 2.9). On distingue trois cas de figures principaux :

- Coefficient de viscosité petit : la réponse du modèle est fidèle à la loi cohésive théorique implémentée. Cependant, à l'amorçage de l'endommagement, la convergence n'est pas assurée dans tous les cas et les temps de calcul sont importants.
- Coefficient de viscosité modéré : on observe une surcontrainte à l'amorçage de l'endommagement. La réponse du modèle tend à rattraper la loi cohésive théorique avant l'endommagement complet. Le déplacement à la fin de l'endommagement est identique au cas où τ est faible. La convergence du calcul est plus facilement assurée et la réponse du modèle n'est pas significativement impactée.
- Coefficient de viscosité élevé : La surcontrainte à l'amorçage de l'endommagement est grande et le retard pris à l'amorçage n'est pas rattrapé avant l'endommagement complet. L'énergie dissipée par la zone cohésive est fortement augmentée ce qui engendre une réponse du modèle fortement éloignée de la loi implémentée. La convergence est assurée et le temps de calcul est réduit.

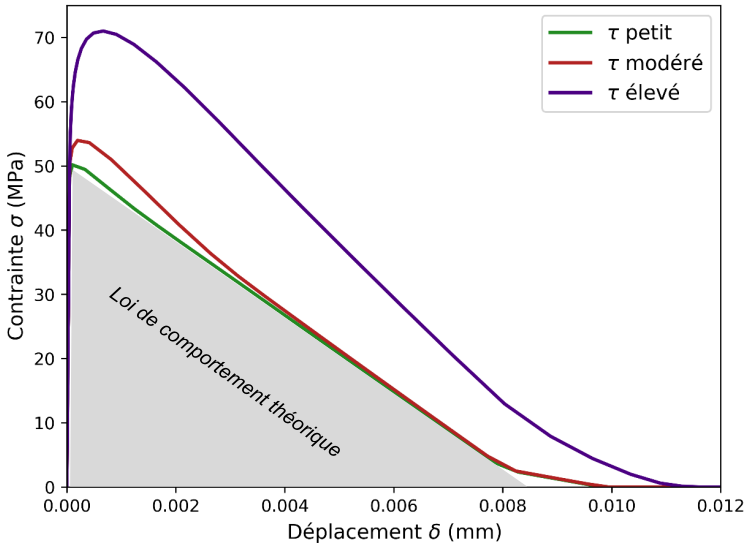


FIGURE 2.9 – Illustration de l'influence du coefficient de régularisation visqueuse [Van Der Sypt, 2020].

Dans notre cas, le paramètre de régularisation a été défini à 10^{-4} s pour une vitesse de chargement de 0,02 s^{-1} dans le cas de la fissuration instable des plis épais pour permettre aux calculs de converger. L'impact de ce paramètre sur la réponse théorique a été contrôlé pour chaque cas d'étude afin d'éviter une mauvaise description du modèle.

Maillage de la zone cohésive Le maillage au sein de la zone cohésive doit être maitrisé pour garantir une bonne description de la progressivité du phénomène de fissuration. La "process zone" ou zone d'endommagement est définie comme étant la distance entre le front de fissure (endommagement égal à 1, repéré par les pointillés bleus sur la figure 2.10) et la zone d'amorçage de l'endommagement (critère d'amorçage égal à 1 et endommagement égal à 0, état repéré par les pointillés rouges sur la figure 2.10). Un maillage grossier de cette zone ne permet pas de représenter correctement la distribution du champ de contraintes au cours de l'endommagement.

[Turon et al., 2007] proposent des relations simples pour déterminer le nombre d'éléments permettant de bien représenter la progressivité du phénomène et de supprimer la dépendance au maillage. Ces relations sont valables pour des études inter-laminaires dans lesquelles la propagation de la fissure se fait sur des distances relativement longues.

Dans le cadre d'études sur la fissuration inter-laminaire, [Falk et al., 2001, Camanho et al., 2003, Turon et al., 2007] identifient un nombre satisfaisant d'éléments dans la "process zone" compris entre 2 et 5. Pour l'étude du mécanisme de fissuration transverse à l'aide des zones cohésives, les longueurs de "process zone" calculées à partir des relations de [Turon et al., 2007] sont supérieures à l'épaisseur des plis considérés. De ce fait, il apparait difficile de définir un nombre suffisant d'éléments sur la totalité de la "process zone" comme le font les études sur la fissuration inter-laminaire. Nous choisissons donc de définir un critère basé sur une variation maximale d'endommagement par élément. Nous conclurons sur ce critère dans la section 2.4.2.

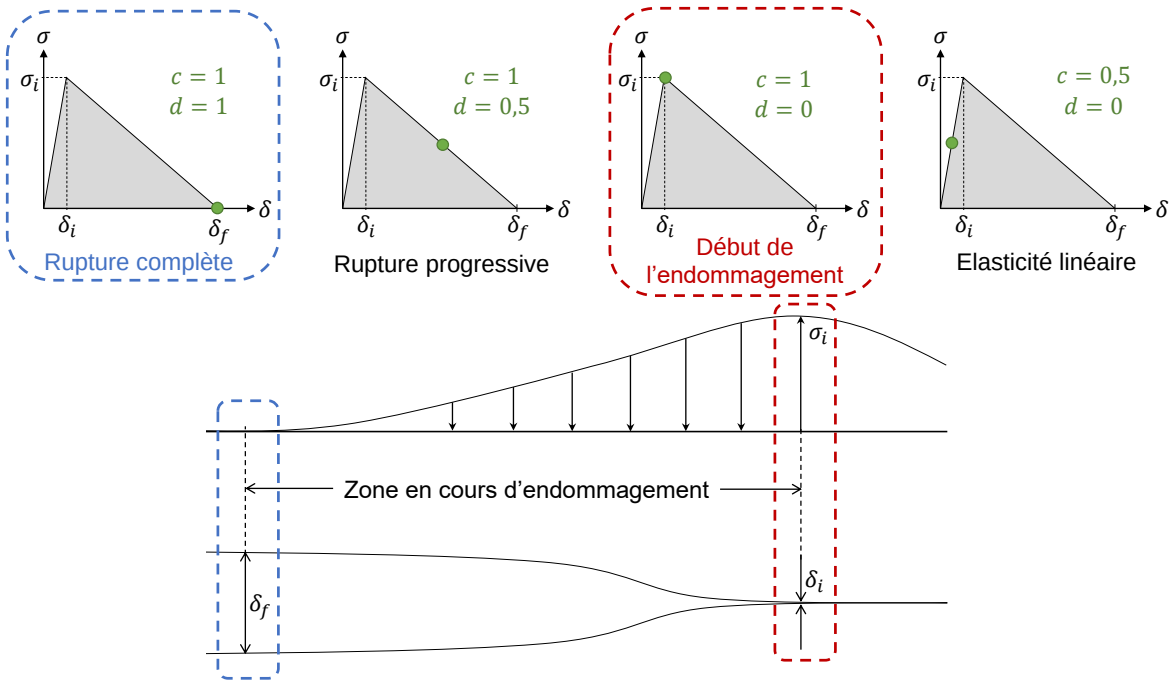


FIGURE 2.10 – Description de la "process zone" [Ha et al., 2015].

2.4 Cellule mono-fissure

2.4.1 Présentation du modèle

Nous proposons un premier modèle représentant une stratification croisée [0/90/0]. La modélisation sera effectuée avec un seul élément volumique en profondeur. Les dimensions de la cellule sont présentées sur la figure 2.11. L'objectif est d'analyser le développement d'une fissure transverse modélisée avec la méthode des zones cohésives et de définir un critère de fissuration. Afin d'étudier l'effet de l'épaisseur du pli sur la création de la fissure, nous réalisons deux calculs avec une épaisseur de pli central de 143 µm et 572 µm. Les caractéristiques matériaux sont issues du chapitre 1.

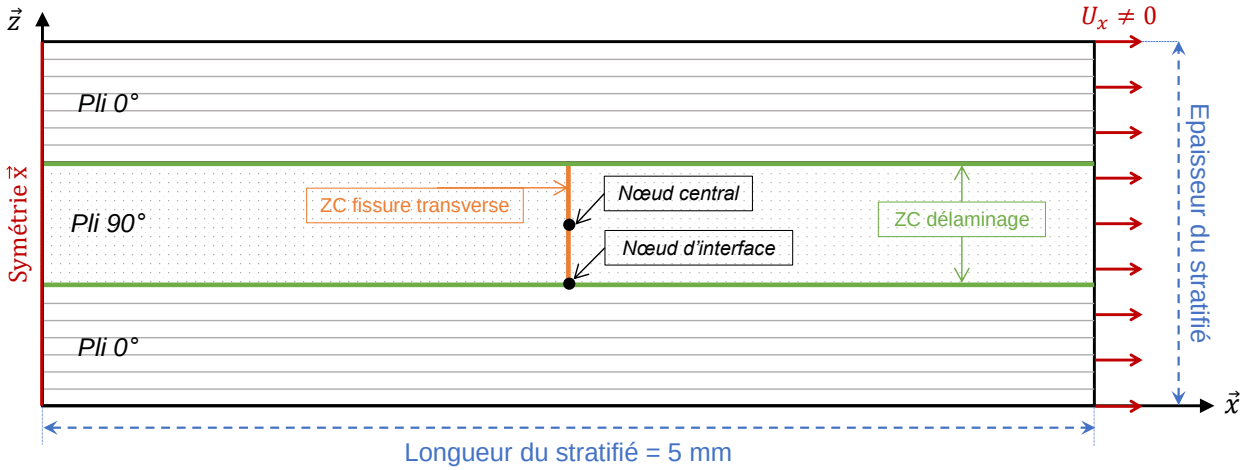


FIGURE 2.11 – Modèle mono-fissure : géométrie et conditions aux limites.

Le pli central à 90° est divisé en deux parties liées entre elles par une zone cohésive. Cette zone cohésive représente une fissure potentielle dans le pli central. Les paramètres de la zone cohésive sont issus de la littérature [Iarve et al., 2011] et récapitulés dans le tableau 2.1. Le choix de ces paramètres est discuté dans la section 2.3.2.

Kn	Ks	Kt	σ_n	σ_s	σ_t	G_n	G_s	G_t	η	τ
$N.mm^{-3}$			MPa			$mJ.mm^{-2}$			-	sec.
10^5	10^5	10^5	50	80	80	100	500	500	1	0.0001

TABLE 2.1 – Modèle cohésif : jeu de paramètres initial issu de la littérature.

Même si nous n'avons pas observé de délaminage dans le premier chapitre, nous choisissons d'intégrer des zones cohésives endommageables entre les plis à 0° et les plis à 90°. Les zones cohésives inter-laminaires sont paramétrées selon des valeurs issues de la littérature [Turon et al., 2007].

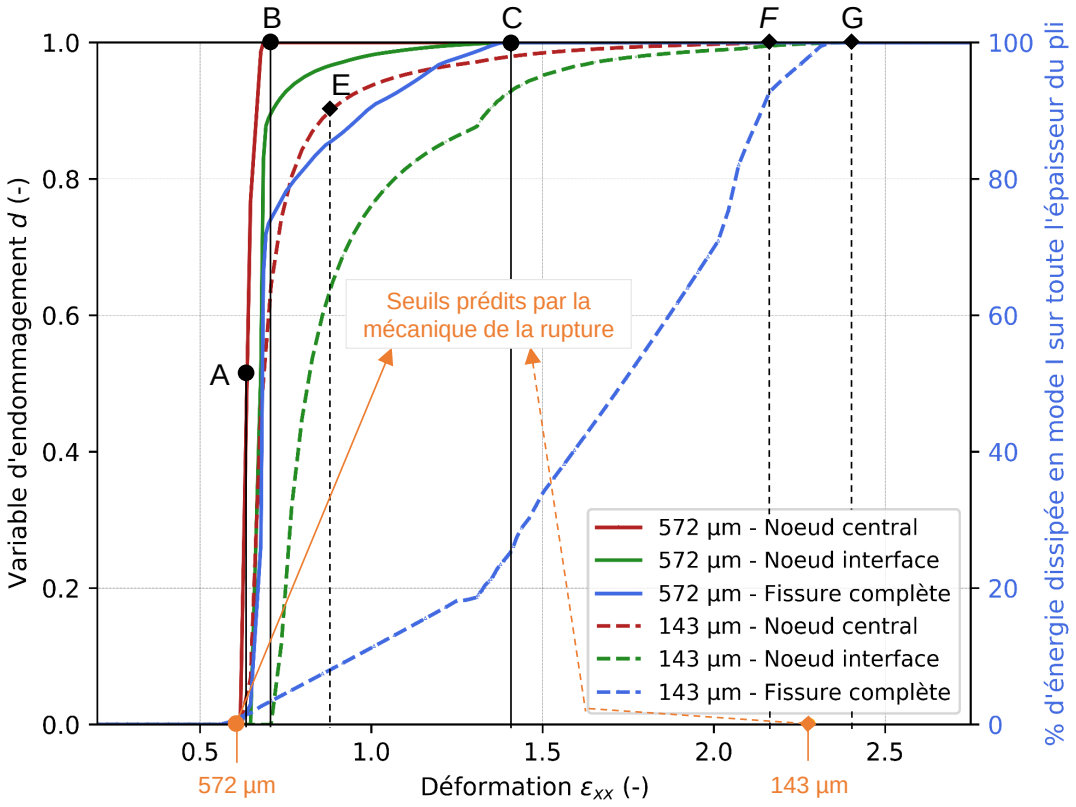
Des conditions de symétrie sont appliquées sur les deux faces dans le plan XZ (figure 2.11). On néglige ainsi les effets de bord en représentant un stratifié de largeur infinie et donc une fissure également infiniment longue dans le pli central. Dans cette première approche où nous souhaitons observer et analyser le développement d'une seule fissure transverse, nous nous plaçons dans un cas où le taux de fissuration est très faible (fissures distantes les unes des autres). La zone cohésive représentant la fissure transverse potentielle est donc suffisamment loin des extrémités sur lesquelles sont appliquées les conditions de chargement. Nous choisissons d'appliquer des conditions de symétrie sur une extrémité du stratifié et d'appliquer une condition de déplacement sur l'autre extrémité du plan ZY. Pour éviter les mouvements de corps rigides, nous bloquons les déplacements d'un nœud sur une face dans le plan XY.

2.4.2 Réponse du modèle

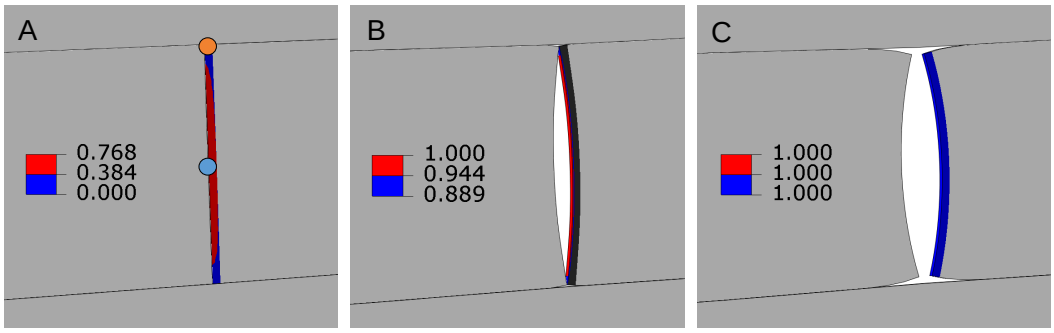
Pour illustrer la réponse du modèle numérique, nous proposons de présenter l'évolution de la variable d'endommagement au nœud central et au nœud d'interface (définis figure 2.11) de la fissure transverse potentielle ainsi que l'énergie dissipée sur la totalité de la fissure en fonction du chargement mécanique appliqué à la cellule (figure 2.12).

Qualitativement, sur les figures 2.12b et 2.12c, la fissure transverse semble se développer de la même manière pour les deux épaisseurs de pli. Localement, les conditions aux extrémités de la fissure limitent son ouverture au niveau de l'interface entre les plis. La fissure a donc tendance à s'ouvrir plus au centre du pli unidirectionnel. La différence d'ouverture entre le centre du pli et l'interface entre plis est moins importante sur les plis fins. Les observations expérimentales appuient cette première analyse qualitative.

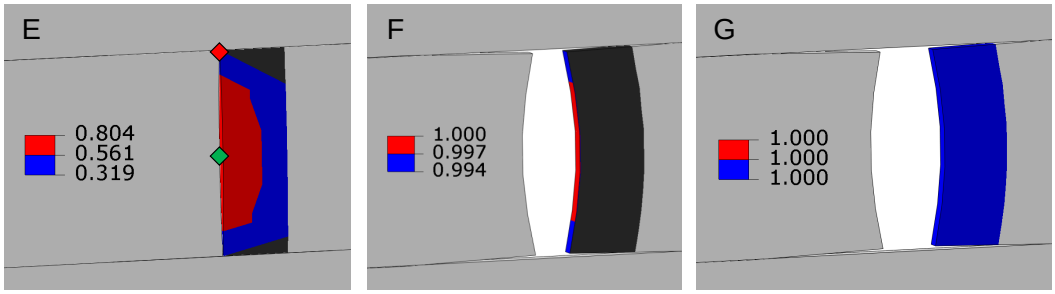
Malgré la mise en place de zones cohésives endommageables pour décrire le délaminage, l'endommagement inter-laminaire n'est pas activé sur le modèle ce qui confirme les observations expérimentales du premier chapitre. L'ouverture que l'on peut voir sur les figures 2.12b et 2.12c correspond uniquement à la souplesse du comportement élastique des zones cohésives inter-laminaires et du facteur d'amplification (x10) appliqué sur la déformée de la cellule pour faciliter les observations qualitatives.



(a) Évolution de la variable d'endommagement des nœuds au centre et à l'interface entre plis en fonction du chargement appliqué à la cellule.



(b) Visualisation de la réponse du modèle sur un pli central d'épaisseur 572 µm.



(c) Visualisation de la réponse du modèle sur un pli central d'épaisseur 143 µm.

FIGURE 2.12 – Illustration du développement d'une fissure transverse par la méthode des zones cohésives à travers la variable d'endommagement.

D'un point de vue quantitatif, on remarque deux types de propagation entre le pli épais et le pli fin. Le nœud central du pli épais s'endommage très rapidement dès lors que le critère en résistance est atteint. Il passe d'un état sain (d=0) à un état complètement endommagé entre 0,65 et 0,68 % de déformation longitudinale. D'après l'image B de la figure 2.12b, nous pouvons noter que la quasi-totalité de la zone cohésive est complètement endommagée dès lors que le critère en contrainte est atteint au centre de la ZC. Les nœuds aux interfaces commencent à s'endommager à 0,68 % de déformation mais ne se trouvent complètement endommagés qu'à une déformation longitudinale de 1,38 %. La fissuration du pli épais est donc instable et se fait sur la quasi-totalité de l'épaisseur du pli. Nous remarquons que plus on s'éloigne du centre du pli plus l'endommagement est progressif. L'ouverture de la fissure transverse selon l'épaisseur et la loi cohésive implémentée sont à l'origine de cette progressivité de l'endommagement entre le centre et l'interface du pli.

Pour le pli fin, le scénario est différent. Le critère en contrainte est atteint rapidement et tous les nœuds de la fissure potentielle commencent à s'endommager aux mêmes niveaux que les nœuds du pli épais. En revanche, le nœud central du pli fin s'endommage de manière progressive puisque l'ouverture au centre du pli est moins importante que sur le pli épais pour un même chargement global du fait de la faible épaisseur. Nous ne pouvons considérer le nœud central complètement endommagé qu'à partir de 2,16 % de déformation. De la même manière, les nœuds aux interfaces s'endommagent progressivement mais atteignent un état complètement endommagé un peu plus tard (ε_{xx} = 2,40 %).

La réponse du modèle montre que la progressivité induite par la loi endommageable ne permet pas de reproduire un processus de fissuration fragile comme il a été observé expérimentalement. Ainsi, afin de savoir à quel moment nous devons considérer la zone cohésive intra-laminaire comme une fissure transverse, il est nécessaire de définir un critère à partir de la valeur de l'endommagement sur la totalité ou une partie de la zone cohésive. Expérimentalement, dans le chapitre 1, nous avons observé que les fissures, dans leur quasi-totalité, traversent l'intégralité de l'épaisseur du pli dès lors qu'elles apparaissent. Nous avions donc choisi de ne pas comptabiliser les fissures qui ne traversent pas toute l'épaisseur du pli.

Afin de positionner notre modèle cohésif par rapport à la mécanique de la rupture, nous avons réalisé des simulations pour les deux épaisseurs de pli, une simulation avec une fissure totalement créée et une simulation sans fissure dans la cellule. La définition de l'énergie libre de Helmholtz et l'application du critère de Griffith nous permet d'identifier le seuil d'apparition de la fissure transverse qui est de 0,60 % pour le pli épais et de 2,26 % pour le pli fin. Ces seuils sont proches des seuils auxquels les nœuds centraux des zones cohésives atteignent un endommagement total. Ainsi, nous choisissons comme critère pour l'apparition d'une fissure transverse l'atteinte au nœud central d'un endommagement total (d=1).

La définition de ce critère de fissuration va nous permettre d'introduire la variabilité du matériau afin de décrire le caractère progressif du processus de fissuration transverse sur une cellule multi-fissurée.

Enfin, une étude de sensibilité sur le maillage dans l'épaisseur du pli a mis en évidence la nécessité d'avoir une variation maximale d'endommagement de 0,7 sur trois éléments. Ce critère sera contrôlé pour chaque cas d'étude.

2.5 Cellule multi-fissurée sans interaction entre les plis

2.5.1 Présentation du modèle

Dans la modélisation du processus de fissuration transverse d'un composite stratifié, la difficulté réside dans la description de la progressivité du phénomène pilotée par l'état initial du matériau et notamment par la présence de défauts. Ces effets statistiques sont généralement modélisés par une approche probabiliste. Ce second modèle a pour objectif d'identifier les grandeurs physiques du modèle à savoir la distribution aléatoire des contraintes d'amorçage et des énergies de propagation de l'endommagement. Les paramètres seront validés à partir des essais expérimentaux du chapitre 1 sur plusieurs épaisseurs de pli et pour les trois températures d'essai (20 °C, -80 °C, -130 °C). La cellule modélisée représente un stratifié croisé [0/90/0]. Les propriétés élastiques du matériau sont celles identifiées expérimentalement. Un suivi par corrélation d'images sur une des faces d'une éprouvette dans le plan XY nous a permis de valider que la zone d'observation n'est pas perturbée par les mors au cours de l'essai (figure 2.13).

Les conditions aux limites sont identiques au premier modèle mono-fissure et décrites sur la figure 2.13. La longueur du stratifié modélisé est identique à la longueur d'observation expérimentale de la section 1.4.

L'introduction de plusieurs zones cohésives nous permet de modéliser de possibles fissures transverses dans le pli à 90°. Nous choisissons d'introduire un taux de zones cohésives (taux de fissures transverses potentielles) deux fois supérieur au taux de fissures transverses réduit à saturation identifié expérimentalement dans le chapitre 1 pour être certain de capter l'intégralité du processus de fissuration transverse. Ce choix a été appliqué pour chaque épaisseur de pli. Les fissures potentielles sont réparties de manière régulière le long du pli. Les délaminages entre les plis sont régis de la même manière que dans le modèle mono-fissure.

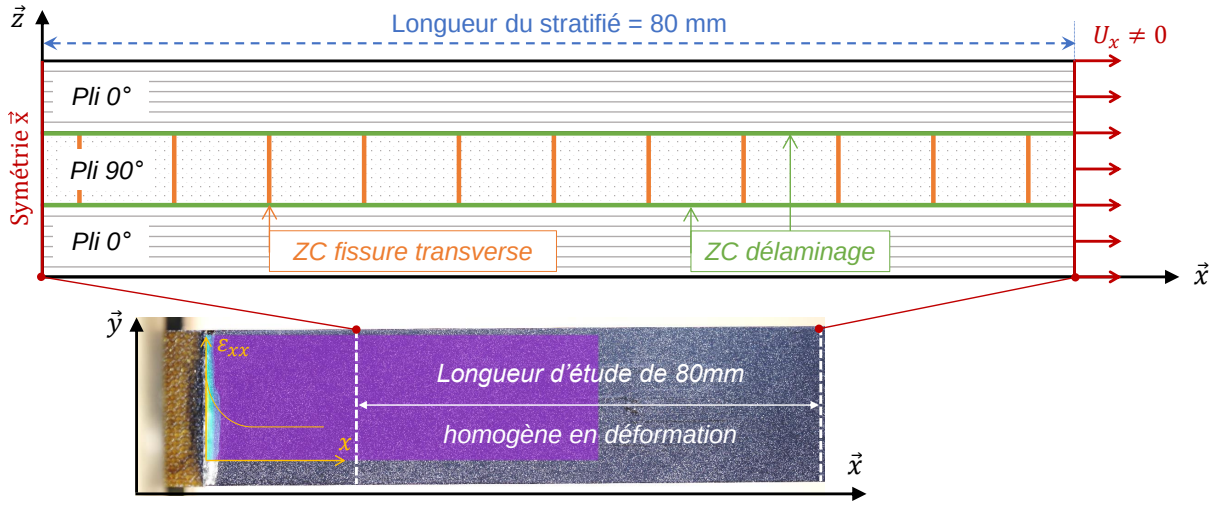


FIGURE 2.13 – Modèle multi-fissures : géométrie et conditions aux limites.

2.5.2 Choix et validation des distributions aléatoires

2.5.2.1 Choix des distributions aléatoires

Les variabilités se présentent généralement sous forme de défauts et ont tendance à abaisser localement les propriétés nominales du matériau. L'utilisation d'une loi probabiliste asymétrique est récurrente dans la littérature pour modéliser des phénomènes de rupture fragile tels que la fissuration [Lu et al., 2002, Iarve et al., 2011, Grogan et al., 2015a]. Nous choisissons donc une distribution asymétrique comme celle définie dans les travaux de [Laeuffer, 2017].

En pratique chaque fissure transverse se développe instantanément sur l'épaisseur de la couche et sur une longueur importante le long des fibres, ce qui moyenne la valeur de l'énergie de rupture et l'effet des variabilités présentes dans la microstructure. L'étude précédente sur une cellule mono-fissurée a montré qu'une énergie de propagation nominale avait tendance à surestimer fortement le seuil de fissuration d'un pli fin. En effet, selon le critère de fissuration défini dans la section 2.4.2, la fissure transverse dans un pli fin (143 µm) apparait pour une déformation longitudinale appliquée au stratifié de 2,16 %, ce qui est bien supérieur à la déformation à l'amorçage de 1,1 % relevée expérimentalement sur cette épaisseur de pli (figure 2.12). Il est donc possible que l'énergie de fissuration nominale issue de la littérature soit surestimée.

Pour le cas des plis fins, nous avions observé expérimentalement que les fissures ne se propagent pas forcément sur des longueurs aussi importantes que dans le cas des plis épais. Une autre source d'incertitude pourrait donc être que la longueur de propagation n'est pas suffisante pour moyenner l'effet de l'énergie et annihiler l'effet des variabilités dans le cas des plis fins. Pour le cas des plis épais (572 µm), c'est le critère en résistance qui pilote la fissuration.

Aussi, d'après les observations expérimentales, c'est principalement un mode de sollicitation transverse qui induit le processus de fissuration. Nous choisissons donc d'appliquer la variabilité sur la contrainte normale (σ_n) et l'énergie de propagation en mode I (G_n) des zones cohésives. Les valeurs régissant le comportement en cisaillement des zones cohésives sont issues de la littérature et ne sont pas affectées par la variabilité [Iarve et al., 2011].

La distribution choisie est définie à partir de quatre paramètres. La densité de probabilité ou la probabilité cumulée est définie par l'expression 2.5. La fonction de répartition nommée $P(x)$ est obtenue par intégration de la densité de probabilité sur l'intervalle considéré.

$$p(x) = \frac{(x - x_0)^{\alpha}.(x_1 - x)^{\beta}}{A} \tag{2.5}$$

$$\text{avec } A = \int_{x_0}^{x_1} (x - x_0)^{\alpha}.(x_1 - x)^{\beta}.dx \tag{2.6}$$

où x est la propriété normale (σ_n ou G_n), x_0 et x_1 les propriétés encadrant les distributions, α et β deux réels positifs qui pilotent la dissymétrie des distributions et A une constante de normalisation décrite par l'équation 2.6.

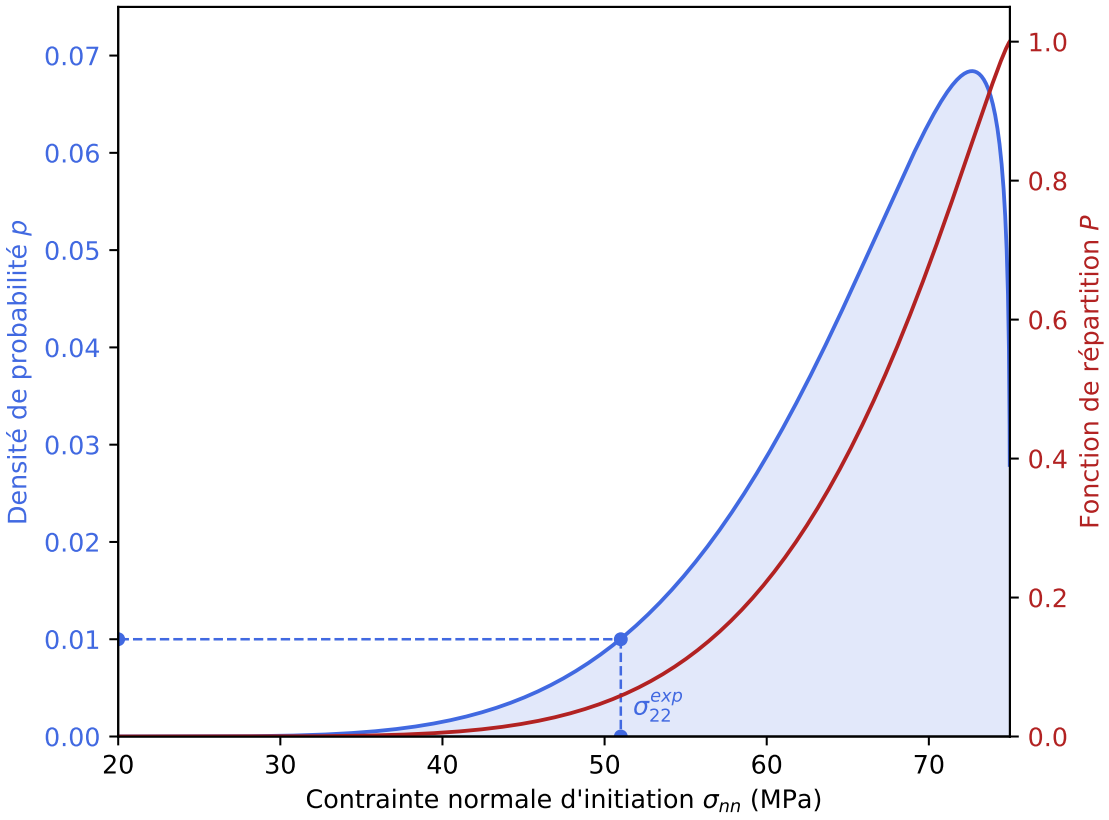
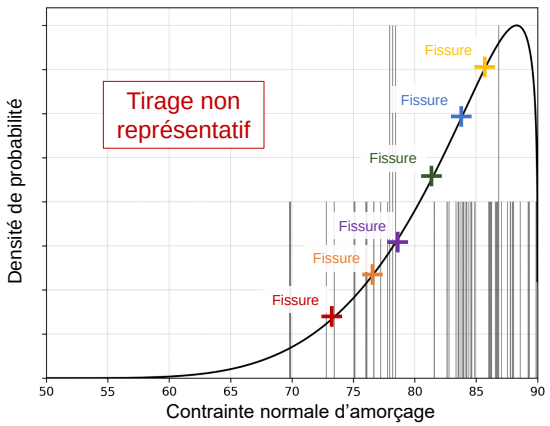


FIGURE 2.14 – Illustration de la distribution aléatoire choisie pour la modélisation du processus de fissuration.

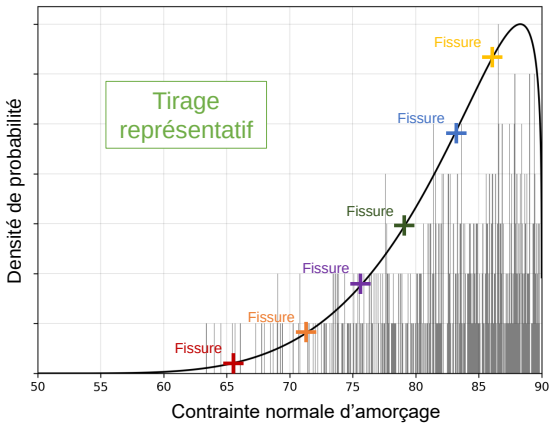
La figure 2.14 illustre les expressions théoriques qui régissent la distribution choisie. La contrainte d'amorçage correspondant au pied de la distribution sur les contraintes normales d'amorçage est identifiée à partir du seuil de fissuration en déformation d'un pli épais dont l'évolution de l'endommagement est pilotée par le critère en résistance.

Cependant, le pied de la distribution défini théoriquement par $\sigma = \sigma_0$ a une probabilité égale à 0 et la longueur observée expérimentalement n'étant pas infinie, on ne peut pas l'associer directement à la contrainte déterminée expérimentalement. De ce fait, nous choisissons de recaler les paramètres de la distribution sur la contrainte normale à partir des cinétiques de fissuration identifiées sur le pli épais (572 µm) afin que la progressivité du processus de fissuration soit bien représentée pour cette épaisseur de pli. Les paramètres de la distribution sur le taux de restitution d'énergie en mode I sont identifiés à partir de la valeur nominale relevée dans la littérature [Iarve et al., 2011] et des cinétiques de fissuration identifiées pour les plis fins dans le chapitre 1, pour lesquels la fissuration est pilotée par le critère en énergie.

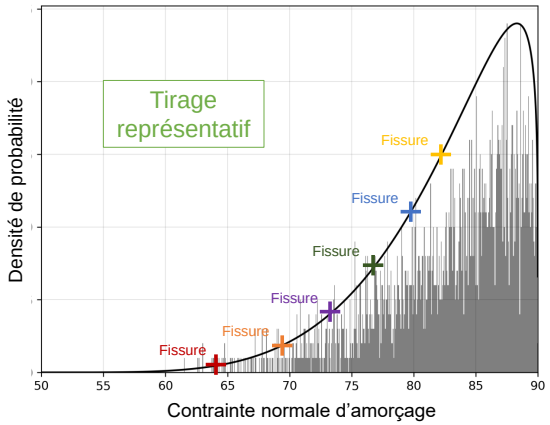
Il est important de noter que la distribution aléatoire sera dépendante du nombre d'échantillons du tirage réalisé. La figure 2.15 présente une illustration de cette dépendance. Nous remarquons que, d'une part, si le nombre d'échantillons du tirage est trop faible, nous risquons de ne pas être représentatif de la distribution retenue (figure 2.15a). D'autre part, si le tirage est représentatif, mais que le nombre d'échantillons est important nous resserrons la cinétique de fissuration sur les zones cohésives faibles (figure 2.15d). Il est donc nécessaire de fixer d'abord le nombre d'échantillons qui permettra d'avoir une bonne représentativité et d'atteindre la saturation, et ensuite d'identifier les paramètres de la distribution sur ce nombre d'échantillons. Ici, nous identifions les distributions aléatoires sur des tirages de 160 échantillons. Cet échantillonnage est identifié à partir de l'analyse précédente et des taux de fissuration expérimentaux relevés dans le chapitre 1 afin de bien décrire la cinétique de fissuration du pli unidirectionnel sans engendrer des temps de calcul déraisonnables. Si le nombre d'échantillons évolue, les paramètres des distributions devraient être réidentifiés.



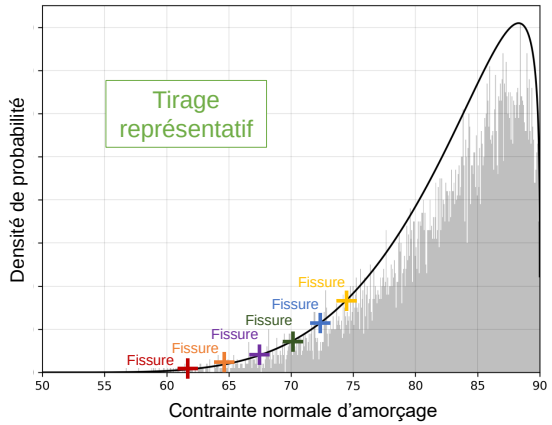
(a) 50 échantillons.



(b) 500 échantillons.



(c) 2 500 échantillons.



(d) 10 000 échantillons.

FIGURE 2.15 – Influence du nombre d'échantillons d'un tirage sur l'apparition des fissures d'une même distribution aléatoire représentative de la variabilité du matériau.

2.5.2.2 Validation des paramètres des distributions

La modélisation a été réalisée sur un stratifié croisé de longueur 80 mm contenant 160 fissures transverses potentielles. Un récapitulatif des paramètres du matériau et des zones cohésives pour la fissuration est présenté dans le tableau 2.2. La figure 2.16 décrit l'évolution du taux de fissuration transverse réduit en fonction de la déformation longitudinale appliquée au stratifié à température ambiante. Nous confrontons les résultats numériques aux cinétiques de fissuration expérimentales du chapitre 1. Le modèle rend bien compte de l'effet de l'épaisseur du pli. Cela se traduit par une augmentation du seuil de fissuration lorsque l'épaisseur de la couche diminue. Une proportion importante des zones cohésives ne s'endommagent pas sur l'intervalle de déformation de l'étude. Cela appuie notre choix sur le nombre de fissures potentielles à intégrer initialement dans le modèle. L'aspect progressif de la fissuration est bien représenté pour chaque épaisseur de pli. Pour les plis fins de 71 µm, la cinétique numérique est sous-estimée par rapport à l'expérience.

Cependant, au vu de l'erreur de mesure relative aux observations en surface jugées conservatives pour ces épaisseurs de plis, la tendance obtenue avec l'essai virtuel est cohérente. Ces résultats valident notre stratégie d'identification des paramètres qui régissent le comportement des zones cohésives et notamment sur l'identification des distributions aléatoires pour la description de la variabilité du matériau. Il est intéressant de noter que la moyenne des énergies de fissuration en mode I issues de la distribution identifiée tend à abaisser de l'ordre de 20 % la valeur nominale issue de la littérature qui semble donc surestimée. Cette dernière analyse appuie l'hypothèse avancée dans la section précédente sur la surestimation de l'énergie de fissuration nominale en mode I.

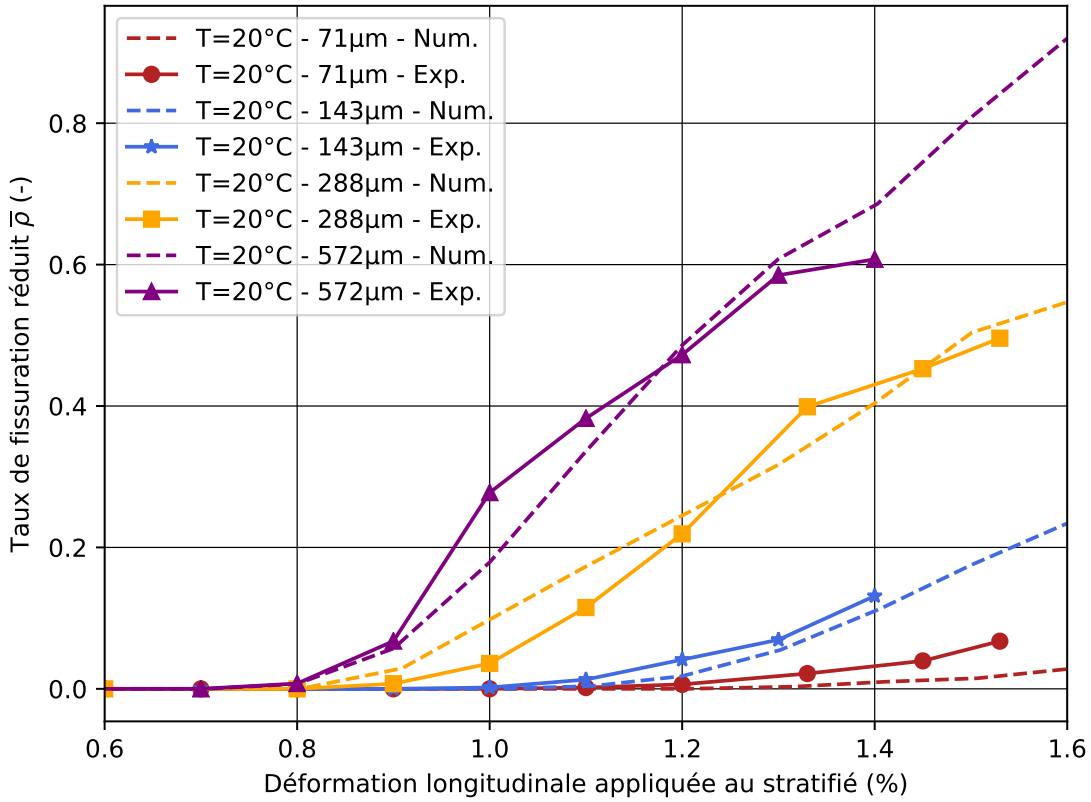
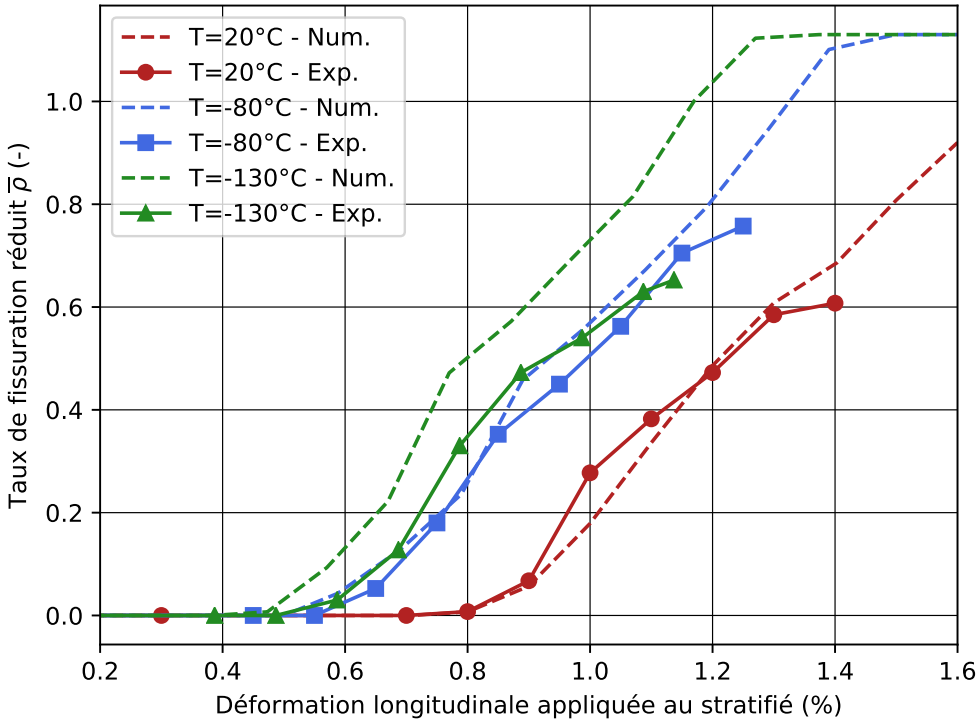
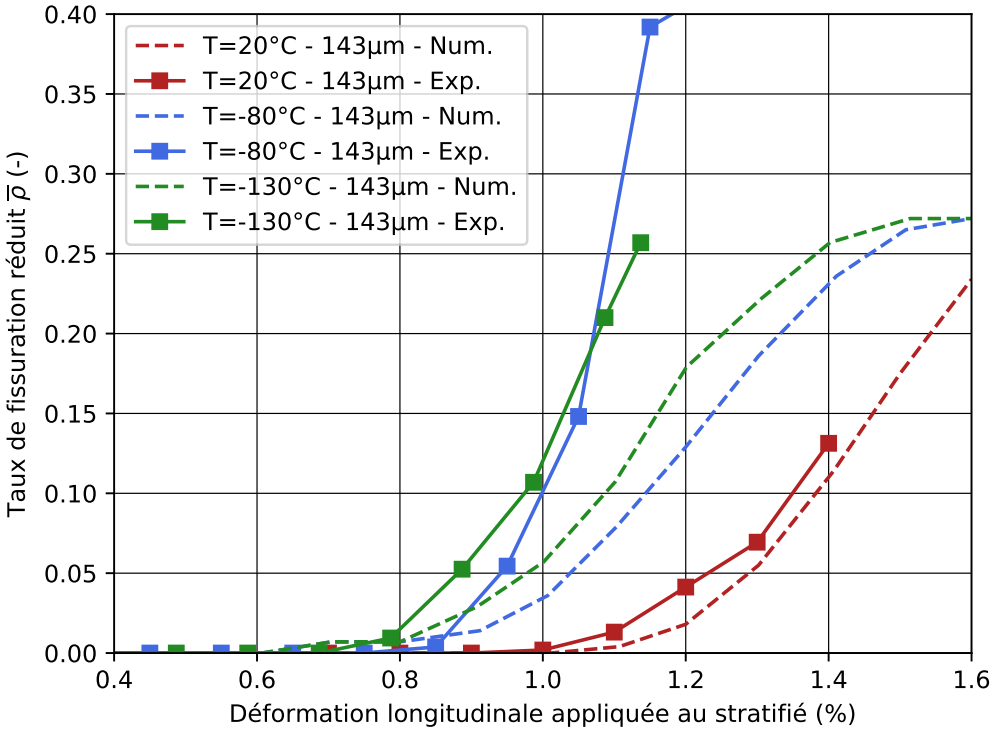


FIGURE 2.16 – Processus de fissuration transverse à température ambiante pour plusieurs épaisseurs de pli. Confrontation entre essais virtuels et expérimentaux.

Les figures 2.17a et 2.17b présentent les cinétiques de fissuration transverse d'une couche simple (144 µm) et quadruple (572 µm) de la température ambiante à -130 °C. L'évolution des paramètres du matériau avec la température a été introduite dans le modèle à l'aide des données obtenues dans le premier chapitre. Les coefficients de dilatation thermique sont issus de la littérature. La non linéarité du coefficient de dilatation transverse est intégrée au modèle à partir des observations de [Wei et al., 2015]. L'évolution de tous ces paramètres avec la température est décrite linéairement par morceau dans le modèle. Le chargement thermique est dissocié de la traction mécanique comme dans les essais du chapitre 1. Une première étape de descente en température à effort nul est réalisée. Le chargement mécanique est ensuite appliqué à température constante.



(a) Cinétique de fissuration d'une couche quadruple de 572 µm de grammage 150 g/m^2.



(b) Cinétique de fissuration d'une couche simple de 144 µm de grammage 150 g/m^2.

FIGURE 2.17 – Processus de fissuration transverse à basse température pour plusieurs épaisseurs de pli. Confrontation numérique / expérimental.

Les tendances obtenues avec le modèle sont en bonne adéquation avec les cinétiques expérimentales du premier chapitre. Le décalage des seuils de fissuration est piloté par la dilatation thermique du matériau et l'évolution des paramètres matériaux avec la température. La prise en compte de la non linéarité du coefficient de dilatation s'est avérée importante pour ne pas sous-estimer le seuil de fissuration à -130 °C. L'introduction d'une dépendance de la distribution aléatoire sur l'énergie de fissuration à la température permettrait de supprimer l'écart observé sur les plis de 143 µm à -80 °C et -130 °C.

Température	$°C^{-1}$	20	-80	-130
E_{11} (2)	MPa	186 000	195 000	211 000
E_{22}, E_{33} (2)		8 000	9 700	11 100
ν_{12}, ν_{13} (1)	-	0.30	0.30	0.30
ν_{23} (1)		0.38	0.38	0.38
G_{12}, G_{13} (2)	MPa	4 200	5 950	6 770
G_{23} (1)		2 800	2 800	2 800
α_{11} (1)	$.10^{-6}$ °C^{-1}	0	0	0
α_{22}, α_{33} (1)		20	18	10

Grandeur	Unité	Fissure transverse	Délaminage
K_n, K_s, K_t (1)	$N.mm^{-3}$	10^5	10^6
σ_s, σ_t (1)	MPa	80	80
σ_n^0 (2)		25	50
σ_n^1 (2)		75	-
α^σ (2)	-	4,5	-
β^σ (2)		0,2	-
G_s, G_t (1)	$mJ.mm^{-2}$	500	1200
G_n^0 (2)		40	500
G_n^1 (2)		110	-
α^G (2)	-	4,5	-
β^G (2)		0,2	-
η (1)	-	1	1
τ (1)	sec.	0,0001	0,0001

(1) : Littérature (2) : Caractérisation chapitre 1

TABLE 2.2 – Récapitulatif des paramètres identifiés pour la modélisation numérique du processus de fissuration transverse de l'ambiante à basse température à l'aide de la méthode des zones cohésives.

2.6 Cellule multi-fissurée avec interaction entre les plis

2.6.1 Présentation du modèle et objectifs

Les deux sections précédentes nous ont permis d'identifier tous les paramètres nécessaires à la modélisation explicite de la fissuration transverse dans un composite stratifié à l'aide de la méthode des zones cohésives et cela de l'ambiante jusqu'aux basses températures. Expérimentalement, dans le chapitre 1, nous avons également qualifié et quantifié un scénario d'endommagement d'un stratifié avec interaction entre plis endommagés jusqu'à -130 °C. Cette partie vise à valider la méthodologie de modélisation choisie, mais également à appuyer et compléter les observations expérimentales du premier chapitre.

Nous allons identifier un volume élémentaire représentatif à l'échelle mésoscopique dont les paramètres géométriques seront conditionnés par le taux de fissuration à saturation et les variabilités identifiées expérimentalement (figure 2.18). Nous illustrons la stratégie de modélisation à partir d'un stratifié $[0/\pm 60/90_{0.5}]_S$ et des résultats expérimentaux de la section 1.5 du chapitre 1. La section suivante décrit la démarche d'extraction d'un VER à partir d'observations expérimentales.

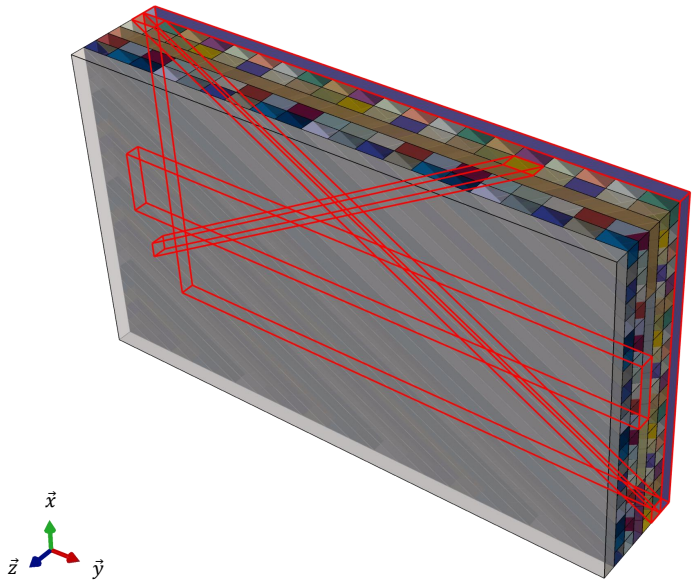


FIGURE 2.18 – Modélisation d'une cellule élémentaire représentative d'un composite stratifié élasto-endommageable à l'échelle mésoscopique.

2.6.2 Extraction et construction d'une cellule élémentaire représentative à partir des essais expérimentaux

En nous basant sur les observations expérimentales du chapitre 1 et les paramètres géométriques du stratifié (épaisseur, nombre et orientation des plis), un volume élémentaire peut être construit.

Le premier paramètre à définir est la taille du VER. Idéalement, celle-ci doit être suffisante pour permettre au modèle d'être représentatif des variabilités du matériau. Les observations du chapitre 1 nous indiquent qu'une longueur d'observation de 80 mm est suffisante pour capter des cinétiques de fissuration représentative de la variabilité du matériau. Aussi, nous avons relevé qu'une surface de 10-x-10 mm^2 (longueur-x-largeur) permettait de capter les effets d'interaction du matériau et d'avoir des tendances sur les cinétiques de fissuration transverse mais que cette surface était insuffisante pour représenter les variabilités du matériau. Une surface de VER idéale serait donc une cellule de 80-x-80 mm^2 (longueur-x-largeur). Cependant, au vu du nombre de fissures courtes qui apparaissent le long des fissures longues, le nombre de fissures transverses potentielles à intégrer au VER serait trop important et induirait des temps de calcul prohibitifs. Dans ce modèle, nous souhaitons principalement qualifier des scénarios d'endommagement en présence de phénomènes d'interaction entre plis endommagés. Ainsi, une cellule d'environ 3 mm de hauteur a été identifiée à partir des essais de tomographie du chapitre 1 comme permettant de qualifier un scénario d'endommagement et notamment les phénomènes d'interaction. Ce compromis entre représentativité du matériau et temps de calcul est donc réalisé au détriment de la représentativité de la variabilité du matériau.

La figure 2.19 présente la discrétisation spatiale en 2D effectuée suivant le plan d'empilement du stratifié en suivant les choix présentés ci-avant. En associant les paramètres physiques (taux de fissuration relevés expérimentalement) et géométriques (orientation, épaisseur et nombre de plis), nous pouvons construire analytiquement notre motif. Un script *Python* nous permet de construire de manière automatisée le modèle. La paramétrisation de la cellule garantit la périodicité de cette dernière. Les fissures transverses s'initient et se propagent dans la direction des fibres. De fait, les fissures transverses potentielles (zones cohésives) insérées dans chaque couche suivent l'orientation du pli considéré. Les plis de la cellule modélisée contiennent un nombre de fissures transverses potentielles conditionné par les relevés expérimentaux du chapitre 1 et les choix de modélisation précisés avant. Dans ce VER modélisant les méso-dommages d'un stratifié $[0/\pm 60/90_{0.5}]_S$, le pli central à 90° contiendra quatre fissures potentielles et les plis à ±60° contiendront 40 fissures potentielles. Malgré la dépendance des distributions aléatoires au nombre d'échantillons et compte tenu des choix réalisés pour l'extraction de ce VER, nous avons choisi de ne pas recaler les paramètres des distributions pour ce modèle. Chaque interaction cohésive se voit attribuer des propriétés aléatoires telles qu'elles sont définies dans la section précédente. En cohérence avec les deux premiers modèles, les zones inter-laminaires seront représentées par des interactions cohésives. Les paramètres du matériau sont issus du chapitre 1 et les paramètres des zones cohésives sont ceux identifiés dans les sections précédentes sur la cellule mono et multi fissure sans interaction entre les plis.

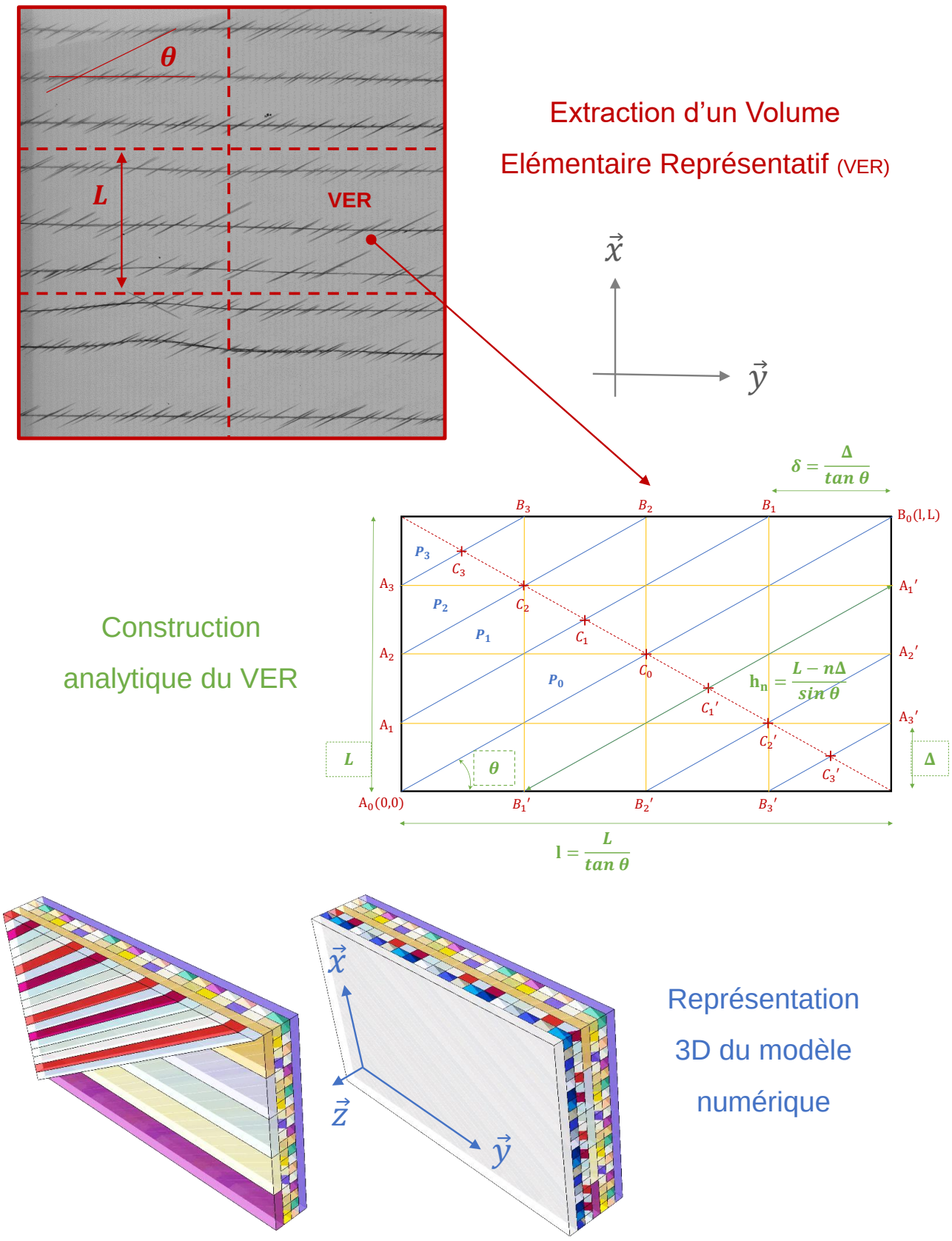


FIGURE 2.19 – Méthodologie employée pour l'extraction et la construction d'un VER à l'échelle mésoscopique pour un stratifié $[0/\pm 60/90_{0.5}]_S$.

2.6.3 Conditions aux limites et chargement

L'extraction d'une cellule élémentaire représentative de la méso-structure de notre matériau permet l'application de conditions aux limites périodiques. Ces conditions particulières permettent de nous affranchir des effets de bord. Les effets de bord provoquent un état de contraintes hors plan et complexe. Ces contraintes peuvent perturber de manière non négligeable l'amorçage de l'endommagement au sein du matériau testé.

Dans notre cas, nous utiliserons le plug-in dédié *Homtools* pour appliquer nos conditions de périodicité [Lejeunes and Bourgeois, 2018]. Cet outil génère de manière automatisée un lien entre chaque nœud de deux surfaces en vis à vis d'un même plan. Une relation linéaire par degré de liberté du modèle est créée pour chaque paire de nœuds qui se déplace alors de la même différence de déplacement suivant chaque direction de l'espace (figure 2.20). La distance entre chaque paire de nœuds suivant chaque direction de l'espace reste identique au cours de la sollicitation.

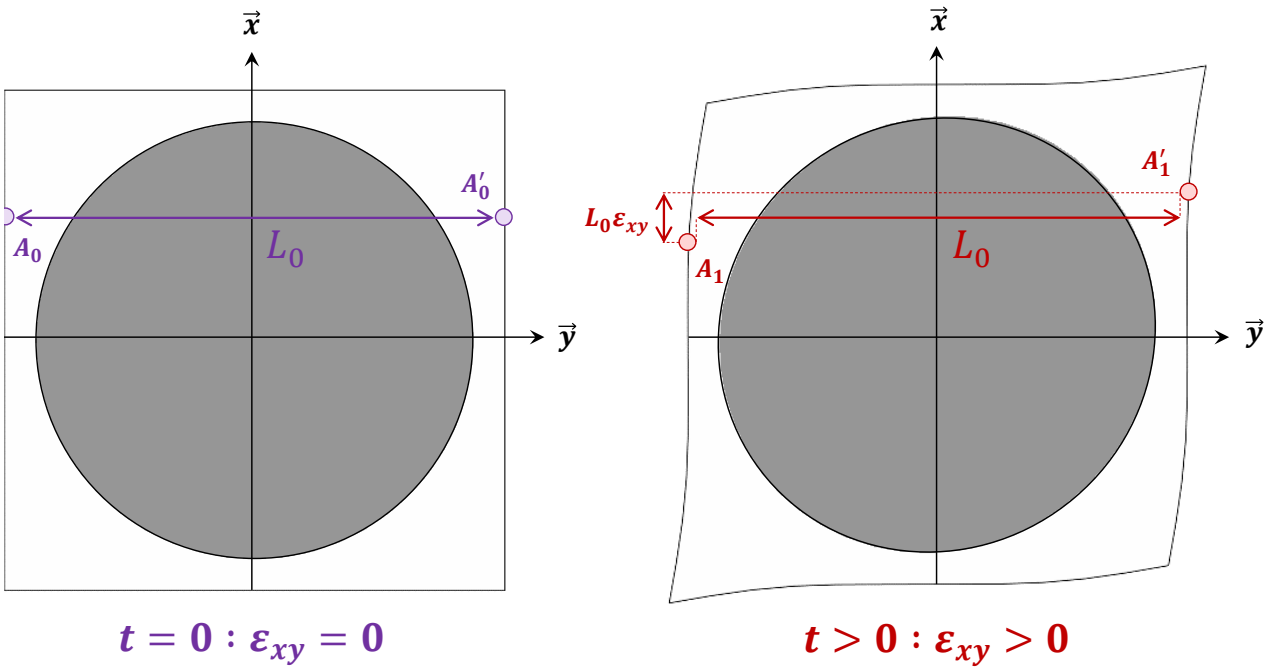


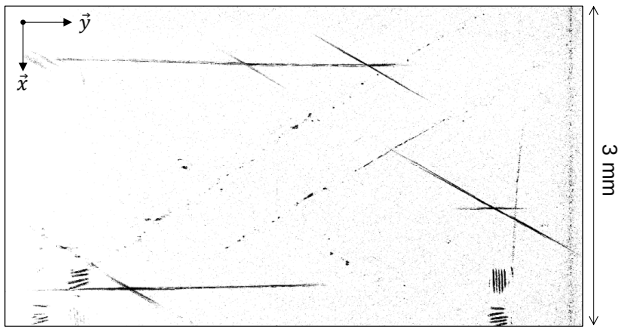
FIGURE 2.20 – Schématisation du principe des conditions périodiques.

2.6.4 Confrontation du modèle aux essais expérimentaux

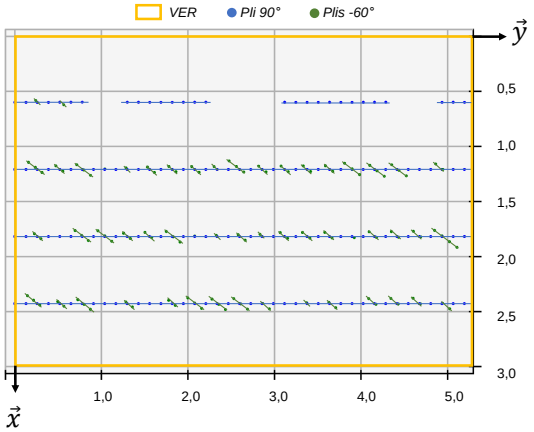
2.6.4.1 D'un point de vue qualitatif

Dans un premier temps, on se propose d'analyser qualitativement les résultats de l'essai virtuel. Pour rappel, les objectifs de cette modélisation sur un stratifié $[0/\pm 60/90_{0.5}]_S$ sont de valider la méthodologie de modélisation explicite de l'endommagement dans un composite stratifié et d'appuyer les observations expérimentales du premier chapitre et notamment les phénomènes d'interactions entre les plis endommagés. Pour cela, les images de tomographie de la section 1.5 à température ambiante sont utilisées à titre de comparaison. La confrontation est réalisée pour trois niveaux de déformation. Nous avons choisi d'utiliser la vue projetée du plan XY jugée la plus pertinente pour des observations qualitatives sur la globalité du VER modélisé.

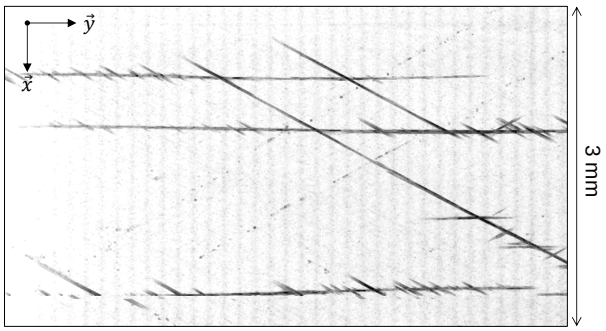
Les figures 2.21a à 2.21e sont des images issues des essais expérimentaux du chapitre 1 et les figures 2.21b à 2.21f sont issues de la modélisation explicite. Nous pouvons constater que le pli central orienté à 90° est le premier à s'endommager et qu'il génère quasi instantanément des fissures courtes dans les plis à 60° adjacents. Au cours du chargement, le taux de fissuration dans les plis adjacents tend à augmenter avec l'augmentation du taux de fissuration dans le pli central. Avec le modèle, le taux de fissuration dans le pli central semble surestimé au cours du chargement et toutes les fissures potentielles dans ce pli apparaissent rapidement. Une mauvaise représentativité de la distribution aléatoire qui n'a pas été recalée par rapport au nombre d'échantillons de ce modèle est probablement à l'origine de cette apparition rapide et quasi simultanée. En effet, la moyenne des échantillons du tirage réalisé pour le pli à 90° tend à abaisser le seuil d'endommagement du matériau. Dans les plis adjacents, l'augmentation du taux de fissuration semble pilotée par un accroissement du nombre de fissures courtes et de leur taille. Cependant, à l'inverse de l'expérimental, nous ne constatons pas de propagations longues de quelques fissures courtes au cours du chargement. Pour un stade avancé de chargement, nous remarquons l'apparition de quelques fissures courtes dans les plis à -60°. Cette dernière observation appuie les observations expérimentales. Malgré quelques différences, le scénario d'endommagement relevé expérimentalement est globalement similaire au scénario obtenu sur le volume élémentaire modélisé.



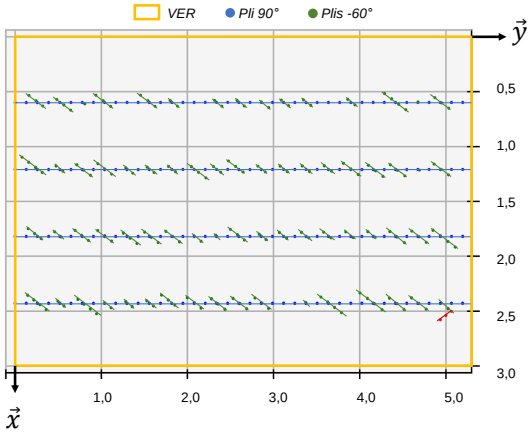
(a) VER Expérimental - $\varepsilon_{xx}^{max} = 1{,}1\%$



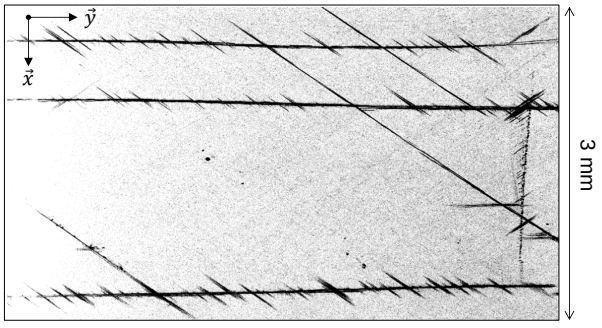
(b) VER Numérique - $\varepsilon_{xx}^{max} = 1{,}1\%$



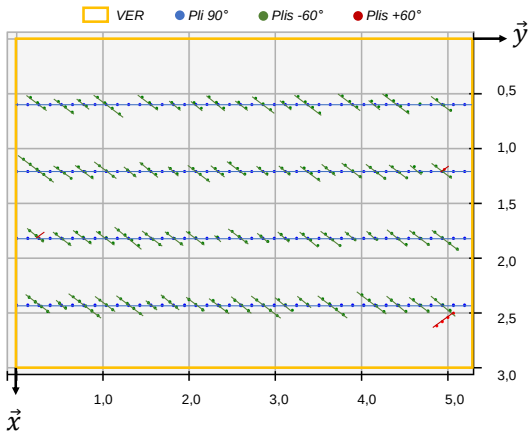
(c) VER Expérimental - $\varepsilon_{xx}^{max} = 1{,}2\%$



(d) VER Numérique - $\varepsilon_{xx}^{max} = 1{,}2\%$



(e) VER Expérimental - $\varepsilon_{xx}^{max} = 1{,}3\%$



(f) VER Numérique - $\varepsilon_{xx}^{max} = 1{,}3\%$

FIGURE 2.21 – Visualisation d'un volume élémentaire représentatif de l'endommagement d'un composite de stratification $[0/\pm 60/90_{0.5}]_S$. Confrontation des résultats numériques et expérimentaux à température ambiante. Vue 3D projetée dans le plan XZ.

La figure 2.22 présente l'évolution de la variable d'endommagement au sein d'une fissure potentielle dans un pli à 60° adjacent au pli à 90° central dans le stratifié. Pour une déformation longitudinale du stratifié de 0,86 %, trois des fissures potentielles dans le pli central à 90° sont apparues. Il est intéressant de noter que des fissures courtes apparaissent quasi instantanément le long de ces fissures longues dans le pli à 60°. La modélisation permet alors d'observer la cinétique de création de ces fissures courtes au cours du chargement. Ces fissures semblent se développer depuis l'interface entre le pli à 90° et le pli à 60° adjacent sans traverser toute l'épaisseur du pli dans un premier temps. Ce type d'observation, difficilement réalisable expérimentalement, permet de mieux comprendre le phénomène d'interaction de l'endommagement entre les plis.

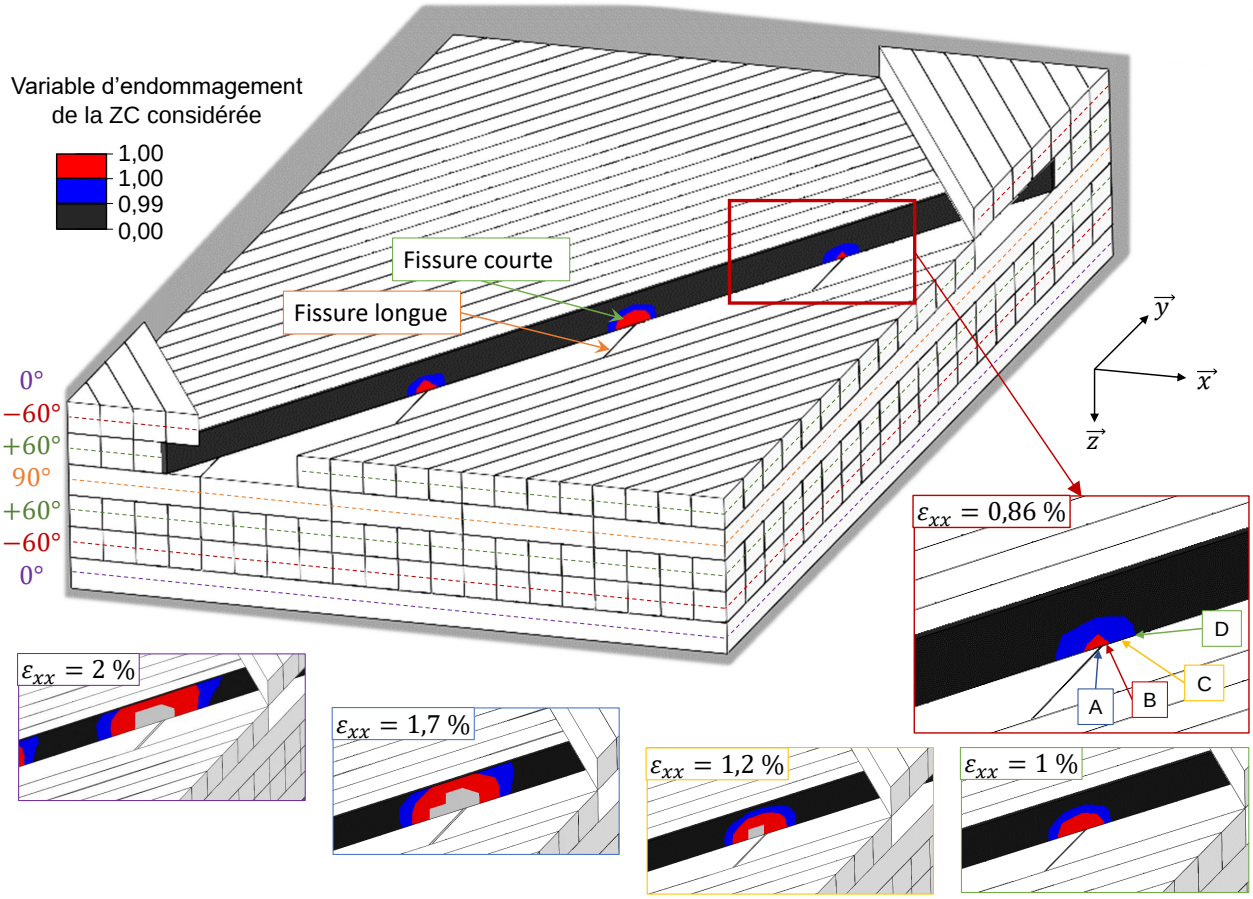


FIGURE 2.22 – Cinétique de création d'une fissure courte à partir d'une fissure longue sur un stratifié $[0/\pm 60/90_{0.5}]_S$.

La figure 2.23 décrit l'évolution du champ de déformation transverse aux nœuds A, B, C et D (identifiés figure 2.22) en fonction de la déformation longitudinale appliquée au volume élémentaire représentatif. Il est intéressant d'analyser l'évolution de la déformation du nœud B pris dans la zone cohésive du pli à +60° au regard de l'évolution de la déformation du nœud A pris dans la zone cohésive du pli central à 90°. Au nœud A, la déformation transverse évolue plus rapidement puisque le pli est soumis à une sollicitation purement transverse alors que dans les plis à +60° le chargement est mixte. Le critère d'amorçage est donc atteint plus rapidement au nœud A. Au moment où le pli à 90° s'endommage (d>0), le nœud B relève un saut de déformation transverse important qui amorce l'endommagement dans le pli à +60° adjacent. Ce phénomène est très localisé et brutal. La sur-déformation relevée au nœud B qui ne devrait pas dépasser le niveau de déformation relevé au nœud A peut être attribuée à la régularisation visqueuse qui intervient pour permettre au modèle de converger. L'évolution plus rapide du champ de déformation transverse au nœud B qu'aux nœuds C et D est due à l'ouverture élastique locale plus importante au voisinage de la fissure dans le pli à 90° à cause du comportement cohésif. Cette analyse permet d'appuyer les observations expérimentales de l'interaction d'un pli qui s'endommage sur l'amorçage de l'endommagement dans le pli adjacent et met également en évidence le caractère très local des phénomènes d'interaction.

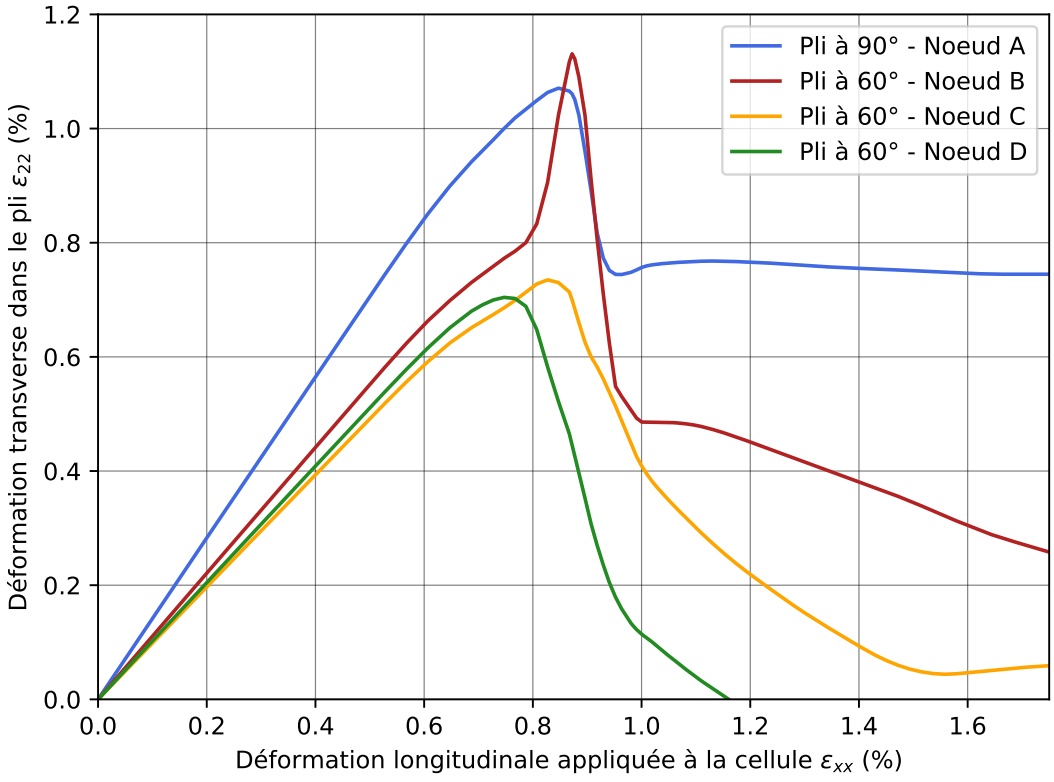


FIGURE 2.23 – Évolution du champ de déformation transverse au voisinage d'une fissure longue sur un stratifié $[0/\pm 60/90_{0.5}]_S$.

2.6.4.2 D'un point de vue quantitatif

Une étude quantitative est proposée sur la figure 2.24 dans laquelle nous avons tracé l'évolution du taux de fissuration réduit en fonction du chargement appliqué à la cellule élémentaire. Le taux de fissuration surfacique réduit est défini par l'équation 1.5. Cette analyse tend à confirmer les observations qualitatives dans le sens où les scénarios d'endommagement expérimentaux et virtuels sont similaires. En effet, les cinétiques de fissuration obtenues avec le modèle pour le pli central et les plis adjacents à 60° sont cohérentes avec les mesures expérimentales. Aussi, les seuils de fissuration des plis adjacents sont perturbés et abaissés par la fissuration du pli central. Hormis les cinétiques de fissuration des plis à -60° qui sont quasi identiques expérimentalement et numériquement, les seuils d'amorçage de fissuration des plis du modèle numérique sont précoces. L'influence directe du nombre d'échantillons sur la réponse du modèle peut être à l'origine de ces décalages de l'ordre de 20 %. En effet, les quatre échantillons pour les fissures potentielles du pli à 90° tendent à abaisser le seuil de fissuration du pli. De ce fait et en raison des incertitudes expérimentales qui tendent à réduire cet écart de seuil de fissuration à 10 %, nous pouvons conclure que le modèle donne une tendance quantitative intéressante.

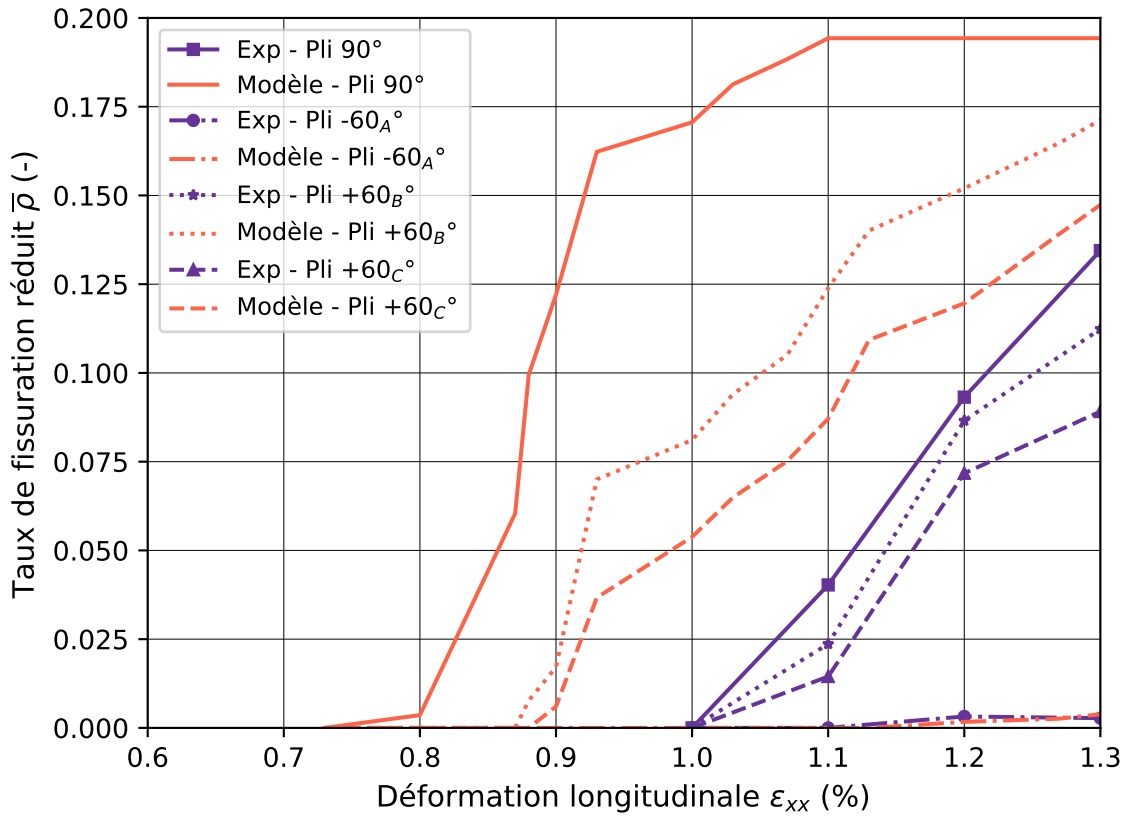


FIGURE 2.24 – Confrontation des résultats expérimentaux et du modèle sur l'évolution du taux de fissuration réduit dans chaque couche en fonction du chargement mécanique appliqué à la cellule représentative considérée.

L'essai virtuel permet également d'obtenir l'évolution des taux de croisements aux interfaces du stratifié en fonction du chargement mécanique appliqué. Nous traçons cette évolution sur la figure 2.25. De la même manière que sur la figure 2.24, nous constatons que l'évolution des croisements s'amorce pour un chargement inférieur à celui relevé expérimentalement. Cela est dû au fait que le seuil de fissuration du pli central à 90° est sous-estimé. Comme il interagit avec ses plis adjacents, le taux de croisement s'amorce également de manière précoce par rapport à l'expérimental. Les tendances sur l'évolution des croisements données par l'essai virtuel sont donc intéressantes et nous permettent d'avoir des informations sur l'agencement du réseau de fissures à travers l'évolution du taux de croisement réduit.

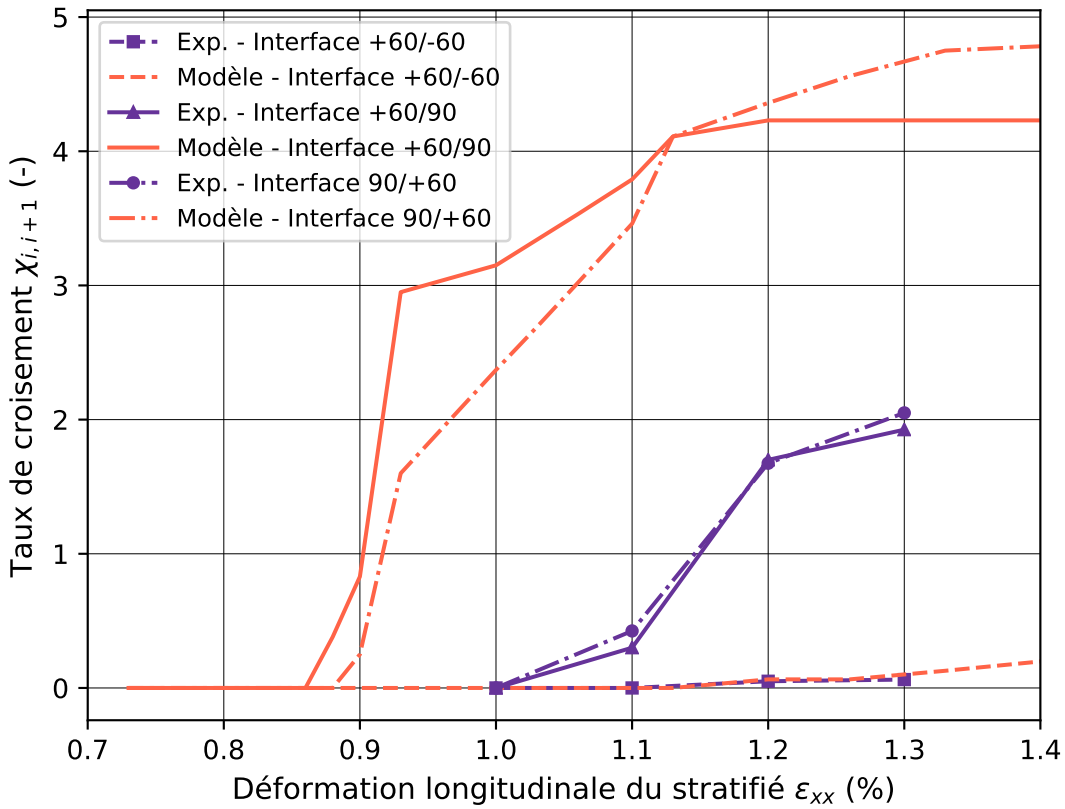


FIGURE 2.25 – Confrontation des résultats expérimentaux et du modèle sur l'évolution du taux de croisement à chaque interface en fonction du chargement mécanique appliqué à la cellule représentative considérée.

2.7 Bilan sur la modélisation explicite de la fissuration

Ce chapitre propose une méthodologie de modélisation explicite de l'endommagement dans un composite stratifié à l'échelle mésoscopique.

Dans un premier temps, l'état de l'art a permis d'identifier les notions liées à la mise en place d'essais virtuels. Deux stratégies principales ressortent de la littérature. Une première consiste à identifier un volume élémentaire représentatif du comportement du matériau à l'échelle considérée. Cette méthode est régulièrement employée à l'échelle microscopique mais plus difficile à mettre en place à l'échelle mésoscopique du fait de la variabilité à cette échelle et de la complexité géométrique à identifier un méso VER. À l'échelle du pli, pour être représentatif des hétérogénéités du matériau, les auteurs tendent à modéliser la totalité de l'éprouvette ou de l'essai ce qui amène à des modélisations coûteuses en temps de calcul. Les variabilités du matériau peuvent être introduites à travers des défauts modélisés de manière discrète ou par le biais de distributions aléatoires sur les propriétés du matériau à chaque point d'intégration du modèle. Aussi, la modélisation d'un VER facilite la mise en place des conditions aux limites qui sont par définition périodiques. Lors de la modélisation de l'essai complet, les conditions aux limites et leur impact sur la réponse du modèle sont généralement discutables.

L'état de l'art a également permis de mettre en avant les principales méthodes de modélisation discrète de l'endommagement. La méthode des zones cohésives est largement utilisée pour décrire l'évolution des mécanismes d'interfaces tels que la décohésion fibre/matrice à l'échelle microscopique ou encore le délaminage à l'échelle mésoscopique. La méthode des éléments finis étendue (XFEM) est généralement employée pour décrire les mécanismes de fissuration intra-laminaire car elle permet de ne pas présupposer la localisation de la fissuration contrairement à la méthode des zones cohésives. Cependant, la dépendance au maillage des méthodes XFEM et leur complexité de mise en œuvre en font un outil coûteux et pas forcément pertinent pour la modélisation de méso-mécanismes d'endommagement tels que le délaminage ou la fissuration transverse dont les directions de propagation sont connues et pour lesquels la difficulté repose principalement sur la prédiction de l'amorçage de l'endommagement.

Dans ce contexte, nous avons proposé une méthodologie basée sur la méthode des zones cohésives pour modéliser de manière discrète l'évolution de la fissuration intra et inter-laminaire d'un composite stratifié à l'échelle mésoscopique sous sollicitation thermo-mécanique. Le principe des zones cohésives est décrit précisément afin de discuter le choix des paramètres numériques et physiques pour notre cas d'étude.

Un premier modèle sur une stratification croisée avec une seule fissure transverse potentielle permet d'illustrer la pertinence de la méthode, de valider le choix des paramètres des zones cohésives et de définir un critère pour l'apparition des fissures transverses. Ce premier modèle met en évidence le fait que les zones cohésives introduisent un caractère progressif au phénomène de fissuration transverse. À partir d'une confrontation des seuils de fissuration obtenus avec la mécanique de la rupture, nous définissons un critère d'apparition des fissures transverses basé sur le nœud central de la fissure potentielle modélisée dans le pli.

Un second modèle est proposé pour identifier les distributions aléatoires à appliquer pour être représentatif de la variabilité du matériau et décrire notamment le caractère progressif de l'amorçage du processus de fissuration transverse. La modélisation est réalisée sur une stratification croisée dans laquelle plusieurs fissures potentielles sont intégrées au pli central. Une distribution aléatoire asymétrique est implémentée sur les propriétés du mode d'ouverture des zones cohésives. Les cinétiques de fissuration du premier chapitre sur les plis épais et fins nous permettent respectivement d'identifier les distributions aléatoires sur les contraintes d'amorçage et les énergies de propagation. Les résultats du modèle sont cohérents avec les relevés expérimentaux de la température ambiante jusqu'à -130 °C.

Un troisième modèle permet de valider la stratégie de modélisation et d'appuyer les résultats expérimentaux du chapitre 1 sur la qualification d'un scénario d'endommagement et sur les phénomènes d'interaction entre plis endommagés. À partir des paramètres identifiés et des observations expérimentales, un volume élémentaire à l'échelle mésoscopique est extrait et sollicité mécaniquement après la mise en place de conditions aux limites périodiques à l'aide d'un outil dédié. La taille de ce VER est déterminée sur un compromis entre représentativité des variabilités du matériau et temps de calcul. La modélisation est confrontée aux résultats du premier chapitre d'un point de vue qualitatif et quantitatif. Le modèle permet de retrouver le scénario d'endommagement identifié avec les essais. Il permet également d'avoir accès à des mesures locales telles que la cinétique d'apparition des fissures courtes le long d'une fissure longue ou encore l'évolution d'un champ de contraintes à une interface entre plis au voisinage de la création d'un endommagement. Cependant, les temps de calcul limitent la taille du VER et donc sa représentativité ce qui limite les possibilités d'exploitations quantitatives.

Chapitre 3

Mesure de la perméabilité d'un composite stratifié sur éprouvette tubulaire - Méthodologie et résultats

Des outils expérimentaux et numériques permettant d'analyser et quantifier les mécanismes et les scénarios de création de réseaux de fuite d'un composite stratifié ont été présentés dans les chapitres précédents. L'objectif final étant de mettre en place un modèle de prédiction de la perméabilité en fonction du chargement appliqué à la structure, ce chapitre présente la mise en place de manipulations et de méthodologies permettant la mesure de la perméabilité en fonction du chargement. La conception de montages dédiés sera présentée. Ces montages permettront la mise sous pression et donc le chargement mécanique d'éprouvettes tubulaires fabriquées par AFP. En fonction du montage employé, le chargement pourra être uniaxial ou biaxial. La sollicitation thermique sera générée par une enceinte thermique permettant la réalisation d'essais de la température ambiante à -180 °C. L'emploi d'un gaz traceur pour pressuriser les tubes composites permettra l'utilisation de la spectrométrie de masse pour mesurer la perméabilité en fonction de l'histoire de chargement. L'analyse de la morphologie des endommagements menant à la fuite par microscopie et micro-tomographie permettra de compléter les résultats des chapitres précédents et de faire le lien entre l'endommagement et la perméabilité du matériau.

Table des matières du chapitre 3

3.1 État de l'art sur les essais mécaniques avec mesure de perméabilité . . . 103
3.1.1 Définition du type d'écoulement considéré . . . 103
3.1.2 Notion de perméabilité et de débit de fuite . . . 105
3.1.3 Moyens de mesure . . . 107
3.1.4 Essais mécaniques et mesure de perméabilité . . . 109
3.1.5 Synthèse de l'état de l'art . . . 114
3.2 Fabrication et caractéristiques des éprouvettes tubulaires . . . 117
3.2.1 Fabrication par placement automatisé de fibres . . . 117
3.2.2 Choix et caractéristiques des tubes . . . 118
3.3 Cahier des charges . . . 119
3.4 Concept et conception des montages . . . 121
3.4.1 Montage pour une sollicitation uniaxiale . . . 121
3.4.2 Montage pour une sollicitation biaxiale . . . 123
3.4.3 Rôle des talons et validation des surfaces utiles pour la mesure de perméabilité . . . 126
3.5 Application et mesure du chargement thermomécanique . . . 129
3.5.1 Le chargement thermique . . . 129
3.5.2 Le chargement mécanique . . . 129
3.6 Mesure de la perméabilité et localisation des points de fuite 130
3.6.1 Mesure de perméabilité sur la totalité de la zone utile (globale) 130
3.6.2 Localisation des fuites . . . 131
3.6.3 Validation des mesures et complémentarité . . . 132
3.7 Protocole d'essai pour la mesure de perméabilité . . . 135
3.8 Résultats des essais . . . 136
3.8.1 Essais sans effet de fond . . . 136
3.8.1.1 Présentation des essais réalisés . . . 136
3.8.1.2 Validation du chargement thermomécanique . . . 136
3.8.1.3 Évolution de la perméabilité en fonction du chargement 138
3.8.1.4 Morphologie d'un chemin de fuite . . . 141
3.8.2 Essai avec effet de fond . . . 146
3.8.2.1 Présentation de l'essai réalisé . . . 146
3.8.2.2 Évolution de la perméabilité en fonction du chargement 147
3.8.2.3 Morphologie d'un chemin de fuite . . . 149
3.9 Synthèse sur la mesure de perméabilité d'un composite stratifié sur éprouvette tubulaire . . . 153

3.1 État de l'art sur les essais mécaniques avec mesure de perméabilité

3.1.1 Définition du type d'écoulement considéré

Au vu de l'application, pour cette étude de transport de fluide au sein des composites stratifiés, on considère un écoulement monophasique et un milieu poreux saturé. Cela nous permet de supposer une seule phase fluide dans le milieu et de négliger la phase de remplissage des pores. Cette étude s'intéressera donc uniquement au mécanisme de perméation qui définit un transport de fluide à travers un milieu sous l'effet d'un gradient de pression ou de concentration. En fonction du problème considéré, plusieurs types d'écoulements sont possibles. Ceux-ci dépendent du type de matériau, du gaz employé et du niveau de pression. On pourra distinguer deux écoulements. L'écoulement visqueux piloté par un gradient de pression est décrit par la loi de Darcy issue d'une approche hydrodynamique et l'écoulement diffusif, dépendant de la taille des pores du milieu considéré, qui est décrit par la diffusion de Knudsen [Dullien, 1992]. L'écoulement diffusif peut être prépondérant pour des applications ciblant le stockage longue durée de gaz haute pression (réservoirs d'hydrogène). En effet, pour ce type d'application l'épaisseur du réservoir et son dimensionnement sont tels qu'il n'y a pas de réseau de fissures traversant totalement le réservoir comme présenté dans le chapitre 1. Les études sur ces applications portent plutôt sur les phénomènes de diffusion à travers la paroi [Defauchy et al., 2018]. Dans notre cas, les réservoirs d'ergol liquide des lanceurs spatiaux sont utilisés sur des durées relativement courtes (quelques heures à quelques jours) et les épaisseurs de matériau sont faibles pour minimiser la masse. Les pertes de perméabilité sont généralement induites par l'apparition de méso-réseaux de fissures débouchants (point de fuite). Sur les durées d'utilisation en jeu, c'est donc l'écoulement visqueux de Darcy que nous allons étudier.

Un même écoulement de Darcy se subdivise en deux régimes en fonction de la taille des pores du milieu : le régime d'écoulement visqueux sans glissement et le régime d'écoulement visqueux avec glissement. Cette distinction est due aux collisions individuelles des molécules au sein des interstices du milieu. Ces collisions plus ou moins nombreuses engendrent un phénomène de glissement qui induit une vitesse non nulle du fluide sur les parois des pores. C'est l'effet Klinkenberg. Pour qualifier l'influence de cet effet et donc le type d'écoulement à considérer, on fait appel à la notion de libre parcours moyen d'une particule λ_{lpm} définie par l'équation 3.1.

$$\lambda_{lpm} = \frac{\mu_{gaz}\sqrt{\pi R.T/2.M}}{p} \tag{3.1}$$

où μ_{gaz} est la viscosité dynamique du gaz (Pa.s) qui dépend de la température, R est la constante universelle des gaz parfaits (R = 8,314 J.mol^{-1}.K^{-1}), T est la température (K), M est la masse molaire (g.mol^{-1}) et p est la pression (Pa). Le libre parcours moyen décrit la distance moyenne parcourue par une molécule entre deux collisions successives. Plus le libre parcours moyen est proche de la taille des pores, plus les collisions sur les parois sont nombreuses, et donc plus le phénomène de glissement est important [Cercignani, 1988].

L'utilisation du nombre de Knudsen K_n permet ensuite d'estimer la proportion de collisions des particules sur les parois des pores et renseigne ainsi sur le type d'écoulement. Son expression selon la relation 3.2 définit le rapport entre le libre parcours moyen d'une molécule et la distance d caractéristique de la taille des pores.

$$K_n = \frac{\lambda_{lpm}}{d} \tag{3.2}$$

On pourra isoler trois cas :

- si $K_n < 0{,}01$, c'est à dire $d < 100.\lambda_{lpm}$, l'écoulement est purement visqueux, avec une condition d'adhérence du fluide à la paroi ;
- si $0{,}01 < K_n < 0{,}1$, le glissement doit être pris en compte et vient s'ajouter à l'écoulement visqueux ;
- si $0{,}1 < K_n$, l'approche hydrodynamique n'est pas adaptée : il ne s'agit pas d'un écoulement mais de diffusion moléculaire.

Nous pouvons remarquer que le libre parcours moyen augmente avec la viscosité dynamique et la température du gaz alors qu'il diminue lorsque la pression augmente. De fait, l'effet de glissement de Klinkenberg est atténué avec l'augmentation de la pression [Klinkenberg, 1941]. Nous proposons d'illustrer nos propos avec un gaz hélium fréquemment utilisé pour ce type de mesure. Pour un différentiel de pression de 1 bar à 20 °C, le libre parcours moyen vaut $\lambda_{lpm}^{He} = 5{,}39.10^{-9}$ m. L'écoulement sera donc purement visqueux tant que les pores du milieu seront supérieurs à 0,5 µm. Pour un $\Delta p = 10$ bar, la prise en compte de l'effet Klinkenberg sera nécessaire si les pores sont inférieurs à 0,3 µm. Cette taille de pore reste généralement petite devant l'interstice créé par une fissure même peu ouverte au sein du stratifié. En travaillant avec un gaz hélium et dès lors que l'écoulement se fait dans un réseau de fissures, nous pouvons considérer un régime purement visqueux de type Darcy.

3.1.2 Notion de perméabilité et de débit de fuite

La perméabilité d'un milieu poreux est définie par sa capacité à se laisser traverser par un fluide (liquide ou gaz) sous l'effet d'un gradient de pression ou de la gravité. Dans son ouvrage, Henry Darcy [Darcy, 1856] met en évidence une description mathématique de l'écoulement unidirectionnel d'un fluide dans un milieu poreux formulée par l'équation 3.3 et illustrée par la figure 3.1. Cette loi exprimant la proportionnalité entre le flux passant et le déséquilibre de pression causant ce flux volumique introduit le coefficient k de perméabilité homogène à une surface [Dullien, 1992, Marle, 2006].

$$q_v = \frac{Q_v}{S} = \frac{k}{\mu}\frac{dp}{dx} \tag{3.3}$$

avec q_v le flux volumique de fuite ($\mathrm{m.s^{-1}}$), Q_v le débit volumique de fuite ($\mathrm{m^3.s^{-1}}$), S la surface extérieure traversée par le fluide ($\mathrm{m^2}$), k la perméabilité du matériau ($\mathrm{m^2}$), μ la viscosité dynamique du fluide (Pa.s) et p la pression dans le milieu considéré (Pa).

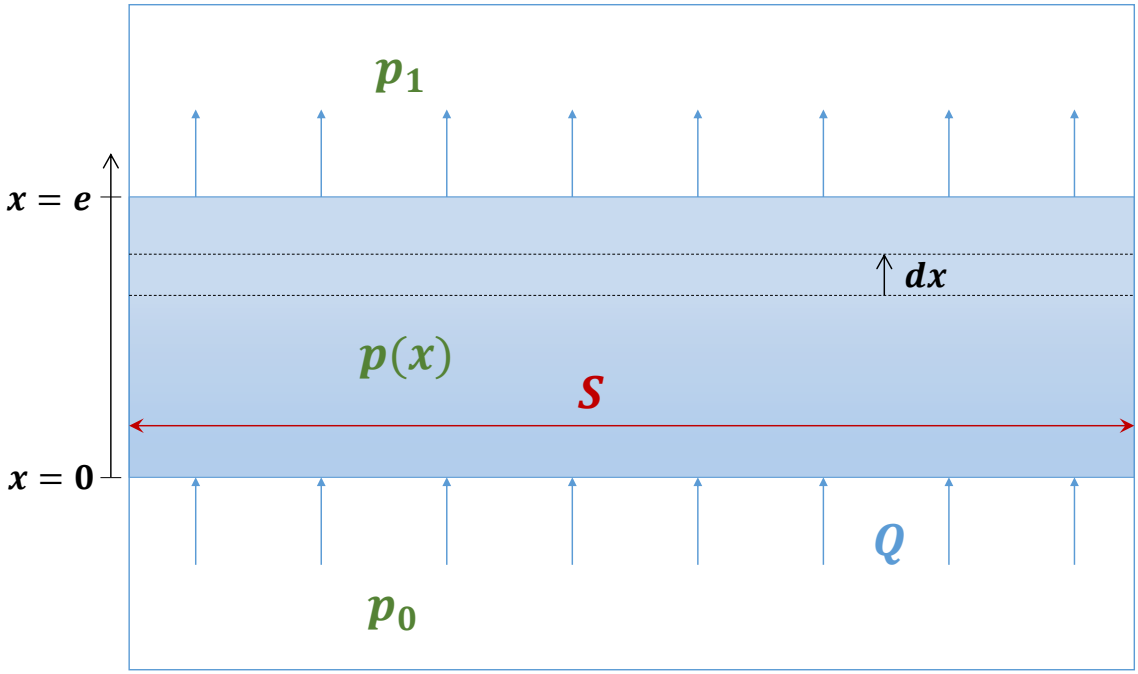


FIGURE 3.1 – Cas d'un écoulement unidirectionnel considéré pour la mesure de perméabilité [Laeuffer, 2017].

Pour notre étude, nous utiliserons cette relation en faisant l'hypothèse d'un fluide parfait, incompressible et d'un écoulement stationnaire et isotherme pour déterminer le débit de fuite à travers une paroi d'épaisseur e. De plus, si on suppose un fluide Newtonien et que l'on néglige les effets inertiels (écoulement suffisamment lent) et la déformation du milieu poreux, la relation 3.3 donne alors, après intégration entre x = 0 et x = e :

$$q_v = \frac{k}{\mu}\frac{(p_1 - p_0)}{e} \tag{3.4}$$

En pratique, le niveau de fuite est généralement décrit à travers la grandeur q_{pv} nommée taux de fuite (ou "leak rate") exprimée en Pa.m^3.s^{-1}. Un taux de fuite de 1 Pa.m^3.s^{-1} correspond à un transfert de gaz provoqué par une variation de pression d'un Pascal dans un volume d'un mètre cube en une seconde. On peut aussi le définir comme étant égal au transfert d'un volume de gaz d'un mètre cube en une seconde pour une variation de pression d'un Pascal. L'utilisation de cette mesure nécessite de connaitre les pressions en amont et en aval de la paroi traversée par le fluide. En supposant un régime purement visqueux (K_n<0,01), il est possible de remonter à la perméabilité, dite intrinsèque, du matériau en calculant le débit volumique de fuite Q_v, puis le coefficient de perméabilité k_{int} [Mix, 2005, Bergoglio and Mari, 2012].

$$k_{int} = \frac{Q_v.\mu.e}{\Delta p.S} = \frac{q_{pv}}{p_1}.\frac{\mu.e}{(p_1 - p_0).S} \tag{3.5}$$

Si l'effet de glissement n'est pas négligeable, un facteur correcteur doit être appliqué à la perméabilité intrinsèque k_{int} calculée avec la relation 3.5. On parle alors de perméabilité apparente dont l'expression dépend alors du différentiel de pression autour de la paroi et d'un coefficient b, une constante associée au couple gaz, matériau et homogène à une pression (équation 3.6). Ce coefficient b formalise l'effet Klinkenberg puisque lorsque b devient très inférieur à p, la contribution du glissement aux parois devient négligeable.

$$k_{app} = k_{int}\left(1 + \frac{b}{p_m}\right) \text{ avec } p_m = \frac{p_1 + p_0}{2} \tag{3.6}$$

[Laeuffer, 2017] propose une application numérique pour illustrer le lien entre la perméabilité et le débit ou volume de fuite. Une paroi carrée de côté 1 m et d'épaisseur 1 mm est soumise à un différentiel de pression de 1 bar. Si la paroi a une perméabilité apparente de 10^{-15} m^2, c'est un volume de 30 m^3 d'azote à pression atmosphérique qui s'écoule en une heure. Si la paroi a une perméabilité de 10^{-23} m^2, c'est un volume équivalent à 6 gouttes d'eau par heure qui s'écoulera à travers la structure.

3.1.3 Moyens de mesure

La mesure d'un débit de fuite ou d'une perméabilité se résume principalement à deux méthodes : la méthode par variation de pression et la méthode par gaz traceur [NF EN 1779, 1999, Bergoglio and Mari, 2012]. Les deux méthodes se subdivisent en plusieurs variantes en fonction de la précision souhaitée et des conditions d'essai. Les méthodes par variation de pression sont usuellement utilisées car elles ne nécessitent pas de matériel spécifique. Les mesures basées sur l'augmentation ou la diminution de la pression dans une enceinte ayant pour paroi le matériau à caractériser nécessitent une mesure précise de la température et de l'humidité [Jannot and Lasseux, 2012, Laeuffer, 2017]. Tout gradient de température peut influencer fortement les résultats. La fuite minimale décelable sera d'environ 10^{-5} Pa.m^3.s^{-1}. Une autre variante de cette technique permet d'atteindre une sensibilité de l'ordre de 10^{-6} Pa.m^3.s^{-1} [NF EN 1779, 1999]. Elle consiste à appliquer deux cloches de part et d'autre de la paroi et d'y mesurer les changements de pression [Malenfant, 2012]. Ce type de méthode est relativement simple à mettre en œuvre mais nécessite une maîtrise fine des conditions d'essai et de son post-traitement. Aussi, les temps de mesure associés à ce type de technique sont généralement importants.

Une seconde méthode très utilisée pour la détection de fuite est la spectrométrie de masse. Il s'agit d'une méthode d'analyse qui permet la détermination des masses moléculaires des composés analysés ainsi que leur identification et leur quantification. Elle est fondée sur la séparation et la détection d'ions formés dans une source d'ionisation. Ces ions proviennent de la molécule à analyser [Menet, 2011]. Pour la détection de fuite, il est usuel d'utiliser des gaz traceurs tels que l'hélium, l'hydrogène ou des gaz halogènes. Après étalonnage, le spectromètre indique directement le taux de fuite ("leak rate") habituellement en Pa.m^3.s^{-1} ou en mbar.l.s^{-1}. La mesure consiste à appliquer un différentiel de pression sur la paroi et à effectuer la mesure par spectrométrie de masse du côté vers lequel le gaz traceur est transféré. Le tableau 3.1 présente les principales techniques de spectrométrie, leur principe de mesure, leurs restrictions, leurs applicabilités et la fuite minimale mesurable.

Il existe également des méthodes de localisation rapide telles que la mesure par contrôle à la bulle très simple à mettre en œuvre dès lors que l'objet testé est pressurisable. La méthode peut se faire soit en immersion dans un liquide soit à l'aide d'un spray de détection de fuite. En immersion, la mesure se fait à l'aide d'un collecteur de bulles permettant de mesurer le volume de fuite à la pression atmosphérique en un temps donné. Ces méthodes permettent de quantifier des fuites minimales de l'ordre de 10^{-4} Pa.m^3.s^{-1}.

Désignation	*Principe de mise en œuvre de la technique*	*Application et mesure*	*Restriction*
Technique sous vide intérieur	On fait le vide dans l'objet que l'on raccorde au détecteur. En fonction de la zone à contrôler, on réalise une mesure dite globale sur la totalité de l'échantillon en plaçant l'objet dans une enceinte remplie de gaz traceur, dite partielle en plaçant une poche remplie de gaz traceur sur une zone de l'échantillon ou dite locale si on pulvérise du gaz traceur sur des points suspects.	Localisation et mesure de niveaux de fuite minimaux de l'ordre de 10^{-7} (locale) à 10^{-10} $Pa.m^3.s^{-1}$ (partielle et globale)	L'objet contrôlé doit pouvoir supporter le vide
Chambre à dépression	L'objet à contrôler n'est pas pressurisable. On le remplit de gaz traceur. Une chambre à dépression étanche est appliquée sur la face extérieure. On y fait le vide et on la raccorde au détecteur. Le vide entraine un transfert du gaz traceur dans la chambre à dépression à travers les zones perméables, et provoque l'augmentation de la concentration en gaz traceur que l'on mesure avec un détecteur de fuite.	Mesure de niveaux de fuite minimaux de l'ordre de 10^{-9} $Pa.m^3.s^{-1}$	La surface extérieure de l'objet contrôlé doit être suffisamment lisse pour assurer l'étanchéité
Contrôle par accumulation	L'objet est pressurisable. On le pressurise avec du gaz traceur. On le place dans une chambre ou bien on recouvre les zones à contrôler de poches étanches raccordées au détecteur. La pression interne à l'objet entraine le transfert de gaz traceur dans le volume externe à travers les zones perméables, et provoque l'augmentation de la concentration en gaz traceur que l'on mesure avec un détecteur de fuite après une période d'accumulation.	Mesure de niveaux de fuite minimaux de l'ordre de 10^{-7} $Pa.m^3.s^{-1}$ en fonction de la période d'accumulation	L'objet contrôlé doit pouvoir résister à la pression
Contrôle par reniflage	L'objet est pressurisable. On le pressurise avec du gaz traceur. La pression interne à l'objet entraine le transfert de gaz traceur vers l'extérieur de l'objet, à travers les zones perméables, qui est détecté localement par balayage rapproché avec une sonde de reniflage.	Localisation et mesure de niveaux de fuite minimaux de l'ordre de 10^{-7} $Pa.m^3.s^{-1}$	Idem contrôle par accumulation
Objets scellés et mise sous vide externe	L'objet scellé est étanche au gaz traceur. On le remplit de gaz traceur et on le place dans une chambre. On fait le vide dans cette chambre jusqu'à obtenir une pression inférieure à la pression dans l'objet et on mesure la concentration de gaz traceur passant dans la chambre par les zones perméables.	Mesure de niveaux de fuite minimaux de l'ordre de 10^{-9} $Pa.m^3.s^{-1}$	Aucune

TABLE 3.1 – Récapitulatif des principales techniques de mesure par gaz traceur (hélium ou halogène) [NF EN 1779, 1999].

3.1.4 Essais mécaniques et mesure de perméabilité

Depuis plusieurs années, de nombreux types d'essais plus ou moins complexes ont été menés pour caractériser la perméabilité des composites stratifiés et notamment l'impact du chargement et donc de l'endommagement sur cette grandeur. Nous proposons une revue détaillée de ces essais par complexité croissante.

Le premier type de protocole usuellement utilisé découple le chargement thermomécanique et la mesure de perméabilité. [Disdier et al., 1998] effectuent des chargements mécaniques de traction de la température ambiante à 4,2 K sur des plaques de composites verre/époxy. Découplée, la mesure de fuite se fait à l'hélium et la perméabilité est quantifiée à l'aide d'un spectromètre de masse par la technique de la chambre à dépression. [Yonemoto et al., 2008] utilisent un protocole identique à l'exception du gaz traceur qui est dans son cas de l'hydrogène. La technique de mesure est également la même pour [Grogan et al., 2015b] et [Flanagan et al., 2017] qui réalisent un grand nombre de mesures sur des plaques de stratifications et matériaux (carbone/époxy) variés ayant subits uniquement des cyclages thermiques. Ces essais permettent déjà de mettre en évidence l'impact significatif de l'endommagement sur la perméabilité du matériau. En effet, les auteurs démontrent que le taux de fissuration impacte directement le taux de fuite des éprouvettes.

Afin d'analyser l'impact du chargement thermique sur la perméabilité d'un composite carbone/époxy, [Bechel et al., 2006] développent le protocole précédent en effectuant des mesures de perméabilité couplées avec un chargement thermique seul (immersion LN2, figure 3.2). Il ressort explicitement que l'ouverture des fissures due aux basses températures peut engendrer une augmentation de plusieurs décades de la perméabilité.

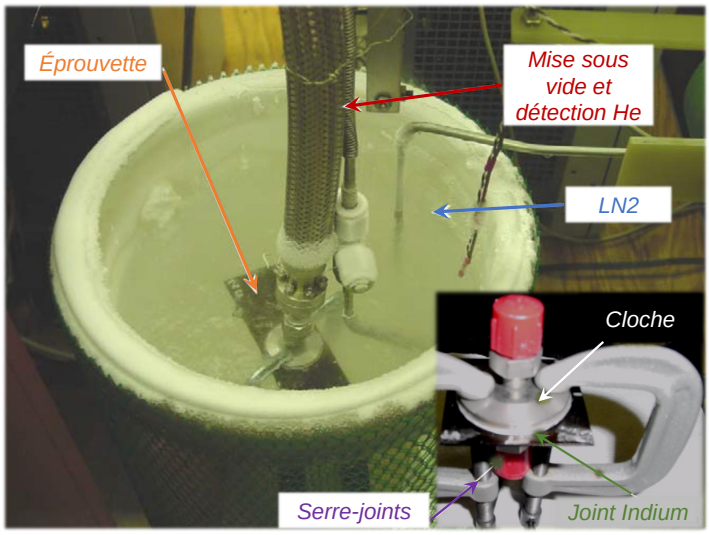


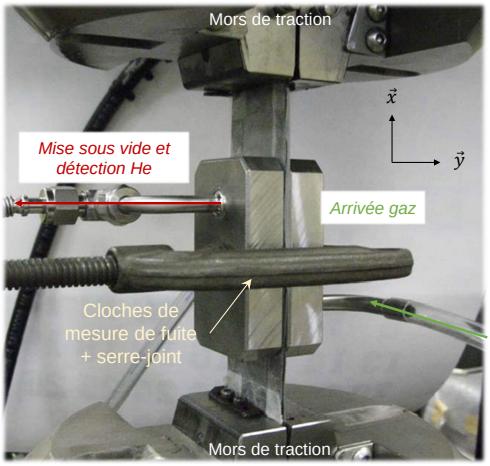
FIGURE 3.2 – Mesure de perméabilité en immersion dans l'azote liquide [Bechel et al., 2006].

[Yokozeki et al., 2006] proposent de charger uniaxialement une éprouvette rectangulaire tout en mesurant la perméabilité à l'aide de la technique de la chambre à dépression (gaz hélium) réalisée avec deux cloches de part et d'autre du spécimen (figure 3.3a). Un premier chargement en flexion trois points est réalisé au préalable. Il permet la création d'endommagement dans les plis orientés dans la direction de traction lors de la mesure de perméabilité sous charge.

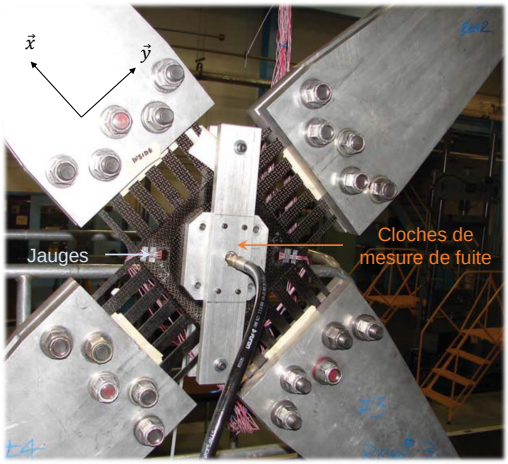
[Robinson et al., 2004] et [Wahl et al., 2011, Malenfant, 2012] proposent également de générer une sollicitation purement uniaxiale pendant la mesure de perméabilité. [Robinson et al., 2004] utilisent la technique de la chambre à dépression couplée à un détecteur d'hydrogène. [Malenfant, 2012] met au point une mesure par différentiel de pression sans utilisation de gaz traceur mais toujours basée sur le principe de la chambre à dépression.

La sollicitation sur la partie centrale des réservoirs (la virole) est biaxiale dans le plan de la pièce. De ce fait, plusieurs essais biaxiaux ont été développés pour ce type d'application. [Kumazawa et al., 2006a, Kumazawa et al., 2006b] et [Jackson and Ratcliffe, 2013] conçoivent des éprouvettes cruciformes qu'ils sollicitent biaxialement tout en mesurant la perméabilité à l'aide de la technique de la chambre à dépression (figure 3.3b). Faute de pouvoir utiliser une machine de traction biaxiale, [Robinson et al., 2002] effectuent un premier chargement à 0° avec cyclage thermique. L'éprouvette est tournée à 90° puis sollicitée dans le sens transverse avec cyclage thermique. A la suite de ce chargement thermomécanique, une éprouvette circulaire est découpée et usinée dans la partie utile de la première éprouvette. La mesure de perméabilité se fait sur cette éprouvette circulaire à l'aide de la technique de la chambre à dépression. Lors de la mesure, l'éprouvette est sollicitée à un niveau de chargement intermédiaire suivant quatre axes de chargement (essai tétra-axial, figure 3.3c) [Stokes, 2003].

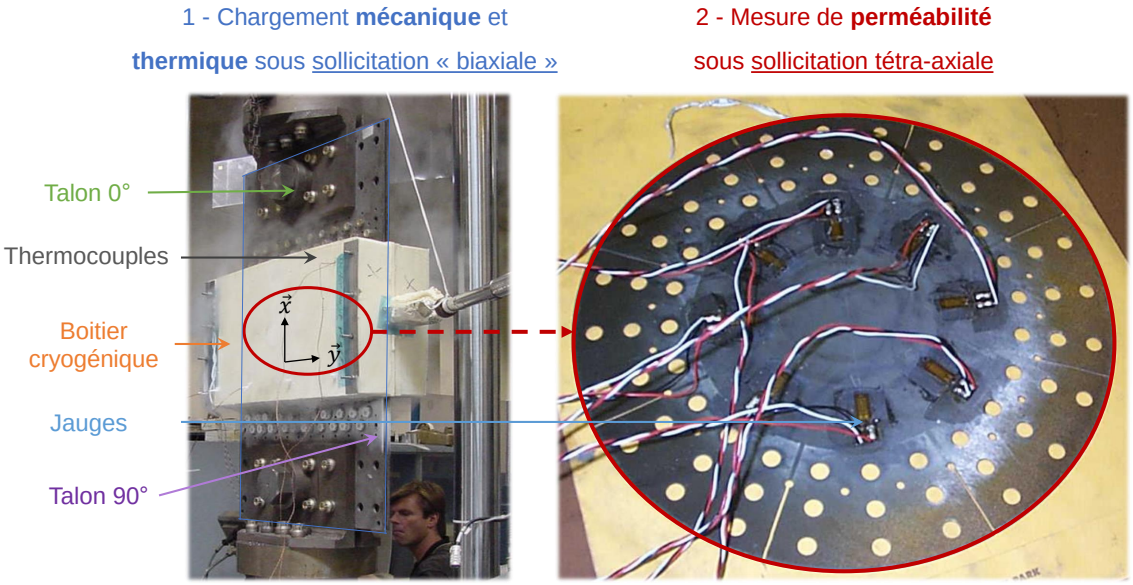
Pour l'ensemble de ces essais réalisés sur des éprouvettes plates, les concentrations de contraintes générées par les bords libres des éprouvettes induisent un endommagement difficilement maîtrisable malgré une conception poussée du spécimen testé par [Jackson and Ratcliffe, 2013]. De plus, les réseaux de fissures créés par le biais d'essais sur plaque atteignent rapidement les bords de l'éprouvette [Malenfant, 2012]. De fait, la mesure de perméabilité est rapidement faussée car la majorité du gaz s'échappe sur les bords libres de l'éprouvette. Les mesures par augmentation/diminution de pression sont particulièrement affectées par ce phénomène. Ces difficultés ont poussé certains auteurs à développer des essais spécifiques.



(a) Chargement uniaxial après une flexion 3 points [Yokozeki et al., 2006].



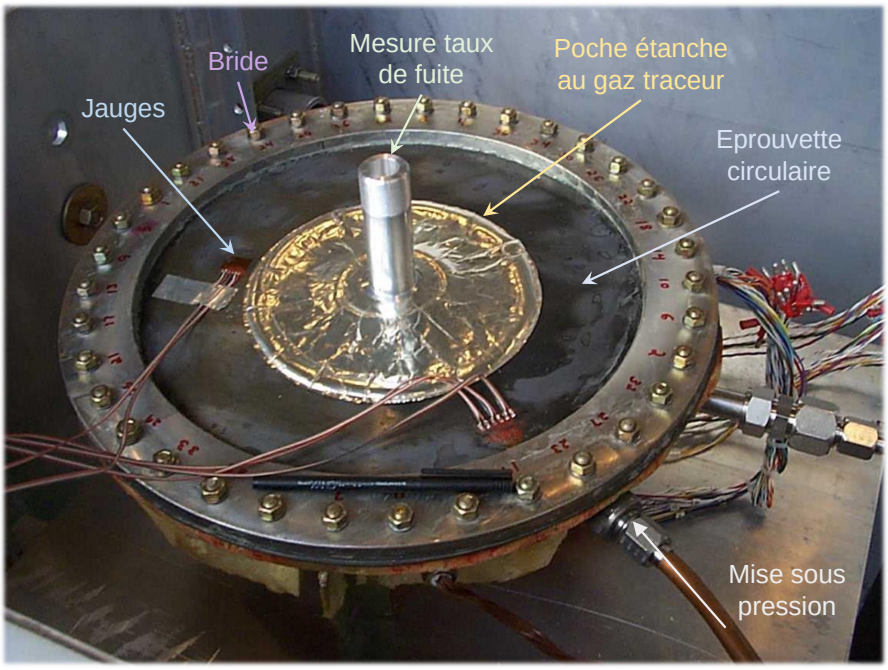
(b) Chargement biaxial à température ambiante [Jackson and Ratcliffe, 2013].



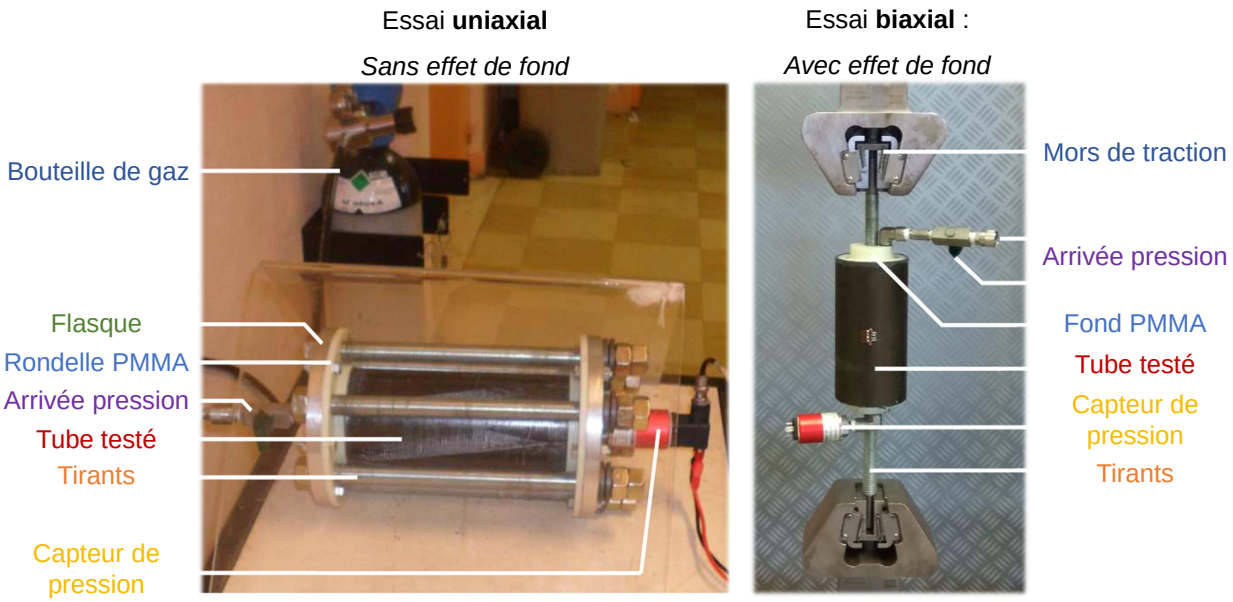
(c) Chargement biaxial découplé (0° puis 90°) et associé à des cyclages thermiques [Robinson et al., 2002] puis mesure de perméabilité sur un échantillation découpé et usiné pour l'application d'un chargement tétra-axial intermédiaire [Stokes, 2003].

FIGURE 3.3 – Illustration des essais de perméabilité sur plaque couplés à un chargement thermique et/ou mécanique en membrane.

[Robinson et al., 2004] et [Raffaelli, 2006] développent un essai qui consiste à mettre sous pression une plaque composite circulaire bridée sur un cryostat haute pression (essai de gonflement ou "bulge test", figure 3.4a). Le chargement hors plan induit une zone utile sollicitée biaxialement dans laquelle l'état de déformation peut être considéré comme homogène. [Oliver et al., 2015] montrent que le rapport surface utile sur la surface totale de l'éprouvette est acceptable. La mesure de perméabilité se fait par spectrométrie de masse à l'aide d'une poche étanche au gaz traceur utilisé pour la mise sous pression.



(a) Chargement hors plan d'une plaque circulaire mise sous pression à 240 °C [Robinson et al., 2004].



(b) Chargement avec et sans effet de fond d'un tube par mise sous pression et traction [Laeuffer, 2017].

FIGURE 3.4 – Illustration d'essais de perméabilité particuliers.

Des essais sur tube ont également été développés. Ils permettent d'être plus représentatif de la structure considérée (partie virole du réservoir) tout en restant à une échelle éprouvette. Des flasques permettant de fermer le tube composite sont assemblés à l'éprouvette. Le chargement appliqué au tube (uniaxial ou biaxial) dépend alors de la nature de la liaison entre le tube et les flasques. [Mertiny and Gold, 2007] proposent des talons (ou flasques) collés au tube composite qui permettent la mise sous pression en maintenant les charges axiales et de torsion nulles à l'aide d'une machine de traction/torsion. La mise sous pression se faisant à l'aide d'un liquide, l'auteur mesure la perméabilité de l'échantillon à partir de la perte de liquide à travers la paroi au cours du temps. La sollicitation est considérée comme purement circonférentielle mais l'état de déformation près des talons n'est pas étudié. Les limites de ce type de mesure ne sont pas clairement identifiées.

[Yokozeki et al., 2005a, Yokozeki et al., 2009] utilisent le même type de liaison collée et raccordée à un dispositif de traction. Les essais se déroulent à température ambiante et en immersion dans l'azote liquide. De fait, les flasques sont réalisés en alliage à faible dilatation thermique dans lesquels sont prévus des conduits pour la mise sous vide de l'intérieur du tube testé. Une feuille de polyester en forme de jupe est enveloppée autour du tube. De l'hélium est envoyé en continu sur la surface extérieure au cours du chargement de traction. La perméabilité est mesurée par détection d'hélium au sein du tube à l'aide d'un spectromètre de masse.

Dans le cadre de leur projet CHATT (Cryogenic Hypersonic Advanced Tank Technologies), [Sippel et al., 2015] développent un essai permettant la mise sous pression d'un tube à 3 bar à -150 °C. Un chargement axial est amené par le biais d'une machine de traction. Aucune information n'est donnée sur le type de liaison entre les flasques et le tube permettant d'assurer l'étanchéité et le chargement axial. Une enveloppe métallique est ajoutée de manière rigide autour du tube. Elle permet d'effectuer la mesure de perméabilité par détection de gaz traceur sortant du tube sous charge.

[Laeuffer et al., 2017] proposent des montages destinés aux deux types de chargement (figure 3.4b). Pour la sollicitation uniaxiale, des flasques viennent étancher la surface extérieure d'un tube mis sous pression par le biais de joint torique. Dans un autre montage, des fonds sont collés sur la surface intérieure du tube et permettent la reprise des effets de fond ainsi que l'ajout d'un chargement axial dans une machine du traction. Contrairement aux essais sur tube décrits précédemment, un dimensionnement spécifique est réalisé dans le but de limiter les perturbations sur le chargement du tube engendrées par les éléments (flasques ou bouchons) du montage. La définition d'une zone utile où le chargement est homogène est alors possible. Dans ces travaux, une technique de mesure par perte de pression au cours du temps est utilisée pour déterminer la perméabilité de tubes à température ambiante.

3.1.5 Synthèse de l'état de l'art

La perméabilité des composites stratifiés peut provenir de plusieurs phénomènes : la diffusion moléculaire (Knudsen) et/ou l'écoulement visqueux (Darcy). Les réservoirs d'ergol liquide sont conçus pour un stockage de courte durée. De fait, c'est principalement l'écoulement visqueux qui est pris en compte dans ce type d'étude. La grandeur d'intérêt est généralement le taux de fuite q_{pv} ("leak rate" en $Pa.m^3.s^{-1}$). Ce dernier est lié à la perméabilité intrinsèque du matériau k_{int} (m^2) par la surface de la paroi perméable ainsi que la viscosité du gaz et les conditions de pression et de température. En fonction, de la taille des pores et des conditions de pression et de température, un facteur correctif (coefficient de Klinkenberg) doit être appliqué à la perméabilité intrinsèque pour prendre en compte le phénomène de glissement des molécules sur les parois des pores.

Concernant la mesure du débit traversant, le choix de la technique de contrôle est assez tranché dans la littérature (tableau 3.1). La mesure par gain/perte de pression s'appuie sur un principe simple et elle permet une mesure précise. En revanche, la sensibilité de la mesure dépend du temps de mesure, de la méthode de post-traitement et de la maîtrise des conditions d'essai. A l'inverse, l'utilisation de la spectrométrie de masse permet une mesure rapide du débit à travers une paroi. La sensibilité de la mesure dépend principalement de la précision du matériel utilisé et de la maîtrise des conditions de mesure. Son utilisation est préférée dans un cadre industriel car elle permet d'enchainer les mesures rapidement.

Le choix de l'essai mécanique est en revanche assez disparate. En effet, le développement de moyens dédiés est complexe et coûteux. De fait, une majorité des auteurs utilisent des protocoles d'essais sur plaque plus simple à mettre en œuvre. Ces essais sont généralement réalisés en découplant le chargement thermomécanique de la mesure de perméabilité. Aussi, les essais sur plaques sont controversés à cause de l'effet des bords libres sur les résultats expérimentaux. Certaines études choisissent alors le développement de moyens spécifiques tels que des essais sur tube ou plaque circulaire sous pression hors plan. Ces derniers moyens visent notamment à s'affranchir des effets de bord. Cependant, il est rare de trouver des informations sur l'état de sollicitation de l'ensemble de l'éprouvette ainsi que sur la taille de la zone utile. Pour autant, des mesures globales de perméabilité sont menées sur ces éprouvettes en interaction forte avec des outillages mécaniques (flasques ou bouchons d'étanchéité, mors de traction). Le lecteur peut alors s'interroger sur la pertinence de ces mesures qui sont rassemblées dans le tableau 3.2.

Auteurs	*Matériau*	*Support*	*Sollicitation*	*Mesure*	*Stratification*	*Chargement*	*Perméabilité*
[Flanagan et al., 2017]	IM7 [1] APC2 [2]	Plaque	Immersion LN2 cyclée	Spectro. Hélium	$[\pm 45/0_2]_S$	1 cycle, T=77K 30 cycles, T=77K	$5{,}3.10^{-22}$ m^2 $7{,}7.10^{-22}$ m^2
[Yokozeki et al., 2006]	IM6 [1] #133 [2]	Plaque	Flexion 3pt + Traction UA	Spectro. Hélium	$[0_2/60_2]_S$ $[0_2/90_2]_S$	σ_x=525 MPa, T=293K σ_x=790 MPa, T=293K	$3{,}5.10^{-20}$ m^2 8.10^{-20} m^2
[Kumazawa et al., 2006a]	Carbone #101 [2]	Plaque	Traction Biaxiale	Spectro. Hélium	$[0_2/90_2]_S$ $[0/90]_{2S}$	ε_x=0,5%, T=293K ε_x=0,7%, T=293K	1.10^{-19} m^2 $2{,}8.10^{-21}$ m^2
[Laeuffer et al., 2017]	T700 [1] M21 [2]	Tube	Pression interne SEF [3]	Perte pression	$[\pm 45_2]$	P_{int}=2,7 MPa, T=293K	$\simeq 10^{-21}$ / 10^{-22} m^2
[Sippel et al., 2015]	Carbone Époxy	Tube	Traction UA, Pression	Spectro. Hélium	$[\pm 45_4/\pm 25_{20}]$	P_{int}=0,3 MPa, ε_x=1,6%, T=123K	RAS avant rupture
[Yokozeki et al., 2005a]	Carbone Époxy	Tube	Traction Biaxiale	Spectro. Hélium	$[\pm 45/90]$ $[90_2/0/90_2]$	ε_x=0,69%, T=77K ε_x=0,55%, T=77K	$1{,}5.10^{-20}$ m^2 4.10^{-20} m^2

[1] : Fibre de carbone [2] : Matrice époxy

[3] : Sans l'effet des fonds donc sollicitation uniaxiale (circonférentielle)

TABLE 3.2 – Ordre de grandeur des principaux résultats de la littérature sur la mesure de perméabilité des composites stratifiés.

La multiplication des supports d'essais (plaque, tube, etc) et des méthodes d'observation (microscopie, radio X, tomographie) a permis d'identifier et de quantifier la perméabilité de composite stratifié en fonction d'un chargement et également d'un endommagement (taux de fissuration). Les essais menés jusqu'à aujourd'hui font très clairement ressortir l'impact significatif des mécanismes d'endommagements mésoscopiques sur la perméabilité d'une paroi en matériau composite stratifié. En effet, les auteurs mettent en évidence une augmentation notable de la perméabilité dès lors que la fissuration s'amorce au sein du matériau. En dessous des seuils d'endommagement mésoscopique, les méthodes de mesures employées permettent difficilement de capter une variation significative de la perméabilité avec le chargement. Enfin, peu de protocoles expérimentaux sont accompagnés d'observations à cœur du matériau entre les paliers de chargement sans détruire l'échantillon afin d'associer des mesures de perméabilité à plusieurs états d'endommagement du matériau.

Pour la majorité des essais développés, la notion de maîtrise du chargement thermique est rarement abordée. D'après l'état de l'art et les résultats du chapitre 1, il est pourtant clair que la variation de température a un impact sur le comportement et donc la réponse mécanique du matériau. D'autre part, la difficulté de mise en œuvre des essais fait que les chargements mécaniques et thermiques sont souvent découplés de la mesure de perméabilité. Peu de protocoles d'essais sont proposés pour mesurer la perméabilité d'un stratifié sous chargement mécanique en environnement de température contrôlé.

Ce bilan montre l'intérêt de réaliser les essais sur des tubes plutôt que sur des plaques afin de limiter les effets de bord. C'est donc le choix que nous avons fait. Dans ce cas la mise sous pression des tubes à l'aide d'un gaz semble le moyen le plus approprié pour à la fois solliciter mécaniquement le tube et générer le débit de fuite. La section suivante présente la fabrication de ces tubes. La suite du chapitre est consacrée à la conception des montages, à la mise en œuvre des essais et à la présentation des résultats.

3.2 Fabrication et caractéristiques des éprouvettes tubulaires

3.2.1 Fabrication par placement automatisé de fibres

Un lot d'éprouvettes tubulaires a été fabriqué par placement automatisé de fibres (figure 3.5). Deux mandrins en aluminium ont été conçus et tolérancés pour la réalisation de tubes de diamètre intérieur 100 mm. La dilatation thermique des outillages et du matériau a été prise en compte dans la conception pour limiter la déformation des éprouvettes lors de la cuisson en autoclave. La fabrication AFP a été effectuée en quatre mèches de fibres pour optimiser le drapage car la courbure importante dans notre cas est critique pour ce type de procédé. Des défauts inhérents au procédé et à la programmation ont été relevés et se résument principalement à des gaps (espacement entre mèches). La taille des défauts est comprise dans la tolérance de dépose (< 2 mm). Huit tubes de 500 mm de long ont été fabriqués puis recoupés à une longueur de 200 mm pour la réalisation des essais. La découpe a été effectuée à sec à l'aide d'un disque diamanté monté sur une fraiseuse à faible vitesse d'avance. Pour éviter la déformation des tubes lors du bridage avant découpe, un cylindre en aluminium est ajusté dans les éprouvettes. Chaque tube est composé de six plis de grammage 150 g/m^2 et d'épaisseur théorique 143 µm. L'épaisseur moyenne des tubes est d'environ 0,86 mm. Des contrôles microscopiques après polissage des éprouvettes ont été systématiquement réalisés pour valider la stratification et l'état du matériau (volume de fibre, porosité, défauts AFP).

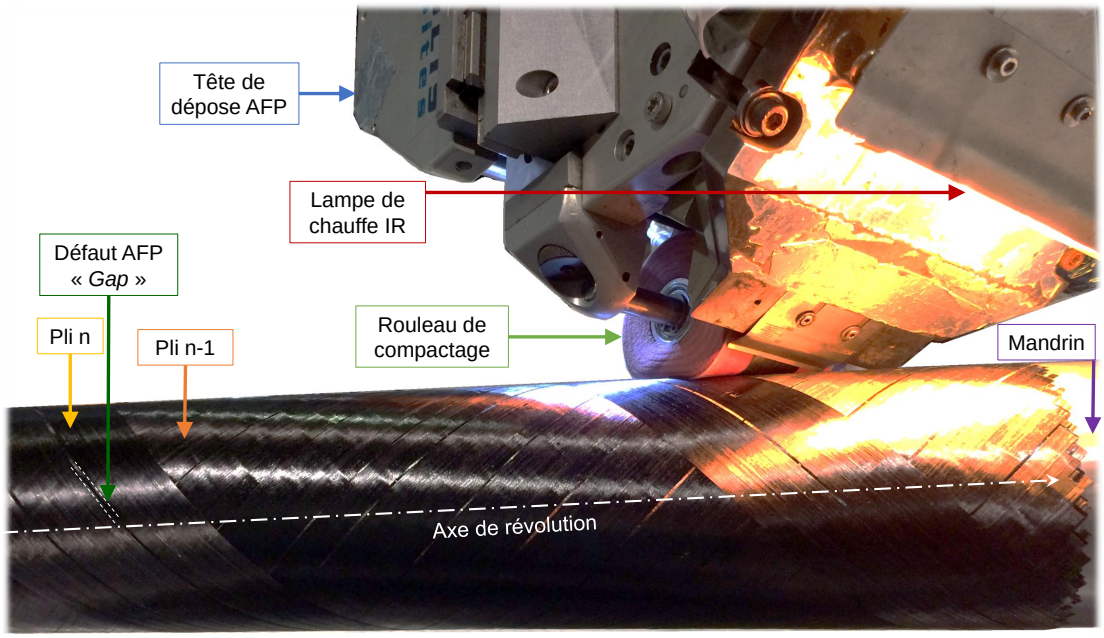


FIGURE 3.5 – Fabrication AFP des tubes de l'étude.

3.2.2 Choix et caractéristiques des tubes

Deux lots de tubes ont été fabriqués. Le tableau 3.3 récapitule les caractéristiques mécaniques et le type d'essai associé à chaque stratification drapée. Les caractéristiques mécaniques sont obtenues à partir de la théorie des stratifiés pour une sollicitation en membrane [Gay, 2014]. La théorie des stratifiés nous a également permis de déterminer le déplacement radial des tubes en fonction de la sollicitation appliquée et donc de dimensionner les montages disposés autour des éprouvettes tubulaires pour assurer les étanchéités et transmettre les efforts.

Pour les essais uniaxiaux sans effet de fond, deux points sont à étudier. Le premier est l'effet du cisaillement sur le mécanisme de fissuration transverse. Sur les éprouvettes rectangulaires, il est difficile de réaliser ces observations à cause des effets de bord. Cependant, dans les travaux de [Laeuffer, 2017] et au cours de ces travaux, nous avons vu que la fissuration d'un stratifié $[\pm 45]$ observée en surface sur les éprouvettes rectangulaires disparait à cœur du matériau. L'idée de la première stratification $[\pm 45]_3$ est de valider ces observations sur une éprouvette sans bord libre. Pour atteindre des déformations longitudinales (ou circonférentielles dans le repère cylindrique) similaires aux essais sur plaque, soit une déformation $\varepsilon_{\theta\theta} = \varepsilon_{xx} = 3$ à 4 %, les tubes de stratification $[\pm 45]_3$ devront être pressurisés à 35 bar. A ce niveau, le déplacement radial du tube est d'environ 2,5 mm.

Le second point à étudier sur les essais uniaxiaux, est le seuil de fissuration transverse identifié dans le chapitre 1. Pour cela, nous avons choisi une stratification $[\pm 30]_3$ qui nous permet d'avoir un niveau de sollicitation transverse important lorsque l'on sollicite circonférentiellement le tube. Pour atteindre des niveaux de déformation transverse dans le pli proche des seuils de fissuration relevés dans le chapitre 1, soit environ $\varepsilon_{22} = 0{,}8$ %, le tube doit être pressurisé à 15 bar. A ce niveau de pression, le déplacement radial est de 0,7 mm.

Enfin, les stratifications du deuxième lot destinées au chargement biaxial et constituées de deux ou trois angles différents, nous permettront d'analyser les scénarios d'endommagement et les effets d'interactions entre plis endommagés. Sur un tube pressurisé avec effet de fond, une pression de l'ordre de 40 bar suffira à générer une sollicitation biaxiale suffisante pour endommager le pli à 90° de la stratification $[\pm 60/90]_S$ sans l'ajout d'un effort extérieur supplémentaire. En effet, la déformation axiale, égale à la déformation transverse dans le pli à 90°, sera proche des seuils de fissuration identifiés dans le premier chapitre. En revanche, sur la stratification $[30/\text{-}60/90]_S$, l'ajout d'un effort axial extérieur sera nécessaire pour endommager le pli à 90°. Dans les deux stratifications $[\pm 60/90]_S$ et $[30/\text{-}60/90]_S$, il est très difficile d'atteindre les pressions suffisantes pour obtenir des déformations transverses permettant d'endommager les plis à 30 et 60° à cause des plis circonférentiels à 90° qui bloquent la déformation dans cette direction. Dans ces cas, le déplacement radial est donc très faible.

Type d'essai	Grandeur	E_{xx}	$E_{\theta\theta}$	$G_{x\theta}$	$\nu_{x\theta}$	α_{xx}	$\alpha_{\theta\theta}$	$\alpha_{x\theta}$
	Unité	MPa	MPa	MPa	-	$°C^{-1}$	$°C^{-1}$	$°C^{-1}$
Uniaxial sans l'effet des fonds	$[\pm 45]_3$	15	15	47	0,82	2.10^{-6}	2.10^{-6}	0
	$[\pm 30]_3$	48	8,8	35	0,31	-2.10^{-6}	12.10^{-6}	0
Biaxial avec l'effet des fonds	$[\pm 60/90]_S$	12	100	26	0,18	11.10^{-6}	$-1{,}5.10^{-6}$	0
	$[30/-60/90]_S$	28	68	16	0,78	4.10^{-6}	9.10^{-8}	$-1{,}5.10^{-6}$

TABLE 3.3 – Récapitulatif et caractéristiques des stratifications des tubes de l'étude.

3.3 Cahier des charges

Une fois le principe de l'essai défini, il convient d'éditer un cahier des charges qui permet d'identifier et de caractériser les fonctions à assurer. Le tableau 3.4 résume le cahier des charges défini pour l'étude.

La première fonction principale du dispositif d'essai est de permettre l'application d'un chargement thermomécanique à l'éprouvette tubulaire. A la vue des variabilités identifiées dans le chapitre 1 et de l'analyse du matériau de la section précédente, nous avons identifié qu'une surface de tube de longueur de 120 mm était suffisante pour prendre en compte les effets de la variabilité du matériau. Par ailleurs, les endommagements devront être confinés dans la zone utile afin que l'amorçage des fissures ne provienne pas des extrémités du tube et qu'il n'y ait pas d'écoulement entre la zone de mesure de la perméabilité et l'extérieur de cette zone. Une attention particulière sera donc portée au niveau de l'impact des montages sur l'état de chargement des éprouvettes testées.

Afin de contrôler ce chargement, la sollicitation thermomécanique devra être mesurée. Les capteurs employés devront pouvoir mesurer la température de l'ambiante à -200 °C et les déformations entre 0 et 3 % sur cette plage de température.

Le but étant de lier la sollicitation thermomécanique à une mesure de perméabilité, les montages devront permettre la mesure de la perméabilité. D'après la littérature, une perméabilité dans la gamme de 10^{-17} à 10^{-23} m^2 permet de caractériser de manière satisfaisante un composite stratifié destiné au stockage d'ergol pour des applications de type lanceurs spatiaux. La sensibilité des méthodes employées devra permettre d'évaluer des variations de perméabilité d'une décade sur cet intervalle de mesure.

Un accès visuel à la surface extérieure de l'éprouvette doit être possible pour localiser les endommagements débouchants. Cette localisation des points de fuite permettra de lier un état d'endommagement à une mesure de perméabilité. Aussi, la localisation des dommages permettra de cibler les contrôles non-destructifs au cours de l'essai tels que des observations par micro-tomographie.

Le montage doit s'adapter aux dimensions de l'éprouvette tubulaire. Les tubes auront un diamètre de 100 mm intérieur sur une longueur de 200 mm. L'épaisseur des éprouvettes est définie par le nombre de plis de la stratification qui est fixé à 6 plis soit une épaisseur d'environ 0,86 mm pour un grammage de pli de 150 g/m^2.

Enfin, dans le but de respecter la directive européenne [Directive 2014/68/UE, 2014] sur les équipements sous pression, l'énergie stockée par le montage ne devra pas dépasser 5.10^6 Pa/L. D'un point de vue ergonomique, il est préférable que la masse totale du montage ne dépasse pas 10 kg.

n°	**Fonction principale**	**Critère et niveau d'appréciation**
1	Générer un chargement thermomécanique homogène sur la surface utile	Déformation et température homogène sur la totalité de la surface considérée comme utile afin de confiner les endommagements dans cette zone [S_{zu} = 0,95 x S_{max}]
2	Mesurer le chargement thermomécanique	Mesure de déformation [0 % $< \varepsilon <$ 3 %] et de température [20 °C $<$ T $<$ -200 °C]
3	Mesurer la perméabilité	Sensibilité de la méthode inférieure à la mesure minimale souhaitée [$S_{mesure} < 10^{-23}$ m^2][1]
4	Localiser et quantifier les points de fuite	Accès visuel à l'éprouvette, possibilité de réaliser des contrôles non destructifs au cours de l'essai
n°	**Fonction contrainte**	**Critère et niveau d'appréciation**
1	S'adapter à la géométrie des éprouvettes	Dimensions nominales des tubes (ϕ_{int}-x-L-x-e=100-x-200-x-0,8 mm)
2	Respecter les normes, les règles de sécurité et d'ergonomie	Énergie maximale stockée ($<$ 5.10^6 Pa/L), masse totale du montage ($<$ 10 kg)

[1] : Calcul pour un gaz He à un Δp de 20 bar sur un tube de dimensions nominales

TABLE 3.4 – Cahier des charges de la manipulation.

3.4 Concept et conception des montages

Nous présentons ici deux montages pour l'application d'un chargement uniaxial et biaxial aux éprouvettes tubulaires.

3.4.1 Montage pour une sollicitation uniaxiale

Nous proposons un premier concept de montage pour l'application d'une sollicitation uniaxiale sur un tube en composite stratifié. Dans notre cas, le chargement uniaxial est suivant la direction circonférentielle de l'éprouvette tubulaire (axe $\vec{\theta}$ figure 3.6) et est généré par la pression interne appliquée au tube.

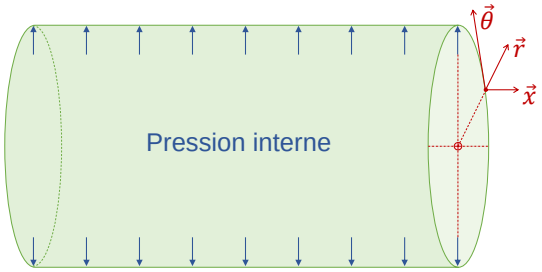


FIGURE 3.6 – Représentation de la sollicitation uniaxiale sans l'effet des fonds.

La contrainte circonférentielle moyenne dans le tube est égale au produit de la pression interne p et du rayon intérieur de l'éprouvette R divisé par l'épaisseur du tube e :

$$\sigma_{\theta\theta} = \frac{p.R}{e} \tag{3.7}$$

Cette sollicitation uniaxiale est générée en annihilant le chargement axial (axe $\vec{x}$) généralement appelé effet de fond sur un réservoir. Le montage proposé sur la figure 3.7 permet de créer cette configuration de chargement. Deux flasques usinés viennent fermer le tube composite. Un joint d'étanchéité présenté dans l'annexe A.4 permet la mise sous pression et le maintien du chargement. Les flasques ne sont pas liés mécaniquement au tube composite et l'effet des fonds n'est pas transmis à l'éprouvette. Des tirants métalliques boulonnés maintiennent les flasques à un écartement défini. Ils permettent de régler le jeu d, identifié sur la figure 3.7, indispensable pour que le montage n'interfère pas avec le tube testé. Le perçage des flasques permet d'y fixer des raccords pour l'alimentation en gaz sous pression. Des talons pourront être ajoutés aux extrémités du tube si nécessaire afin de limiter la déformation radiale et ainsi maintenir l'étanchéité au cours du chargement, mais également pour concentrer le chargement dans la zone centrale et éviter les effets de bord. Le concept proposé permet le démontage de l'éprouvette au cours de l'essai ainsi que l'observation de la surface extérieure du tube.

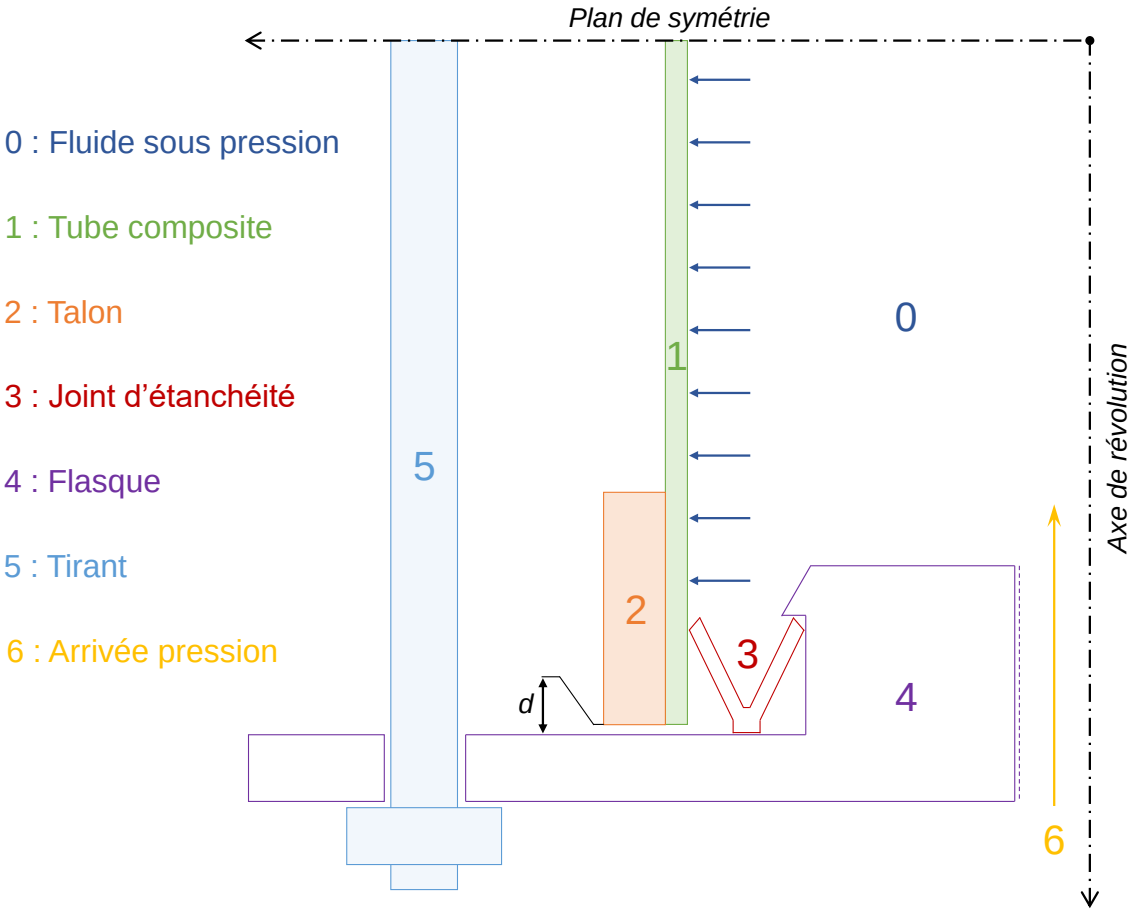
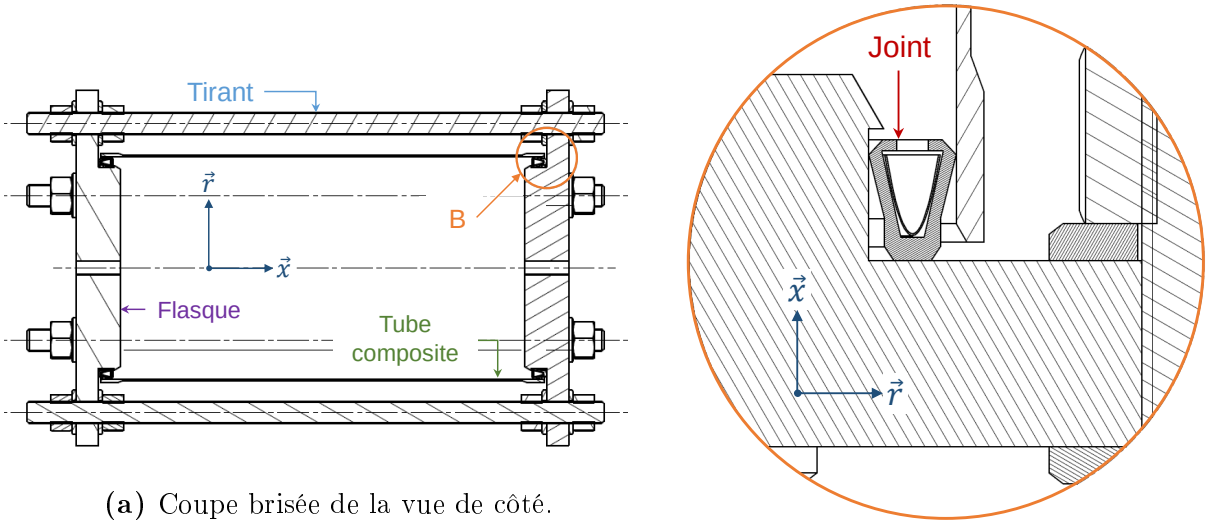


FIGURE 3.7 – Schéma du concept de montage sans l'effet des fonds.

Le montage sans effet de fond (figure 3.8a) possède deux éléments principaux à dimensionner. Dans un premier temps, les données du fabricant du joint choisi (Annexe A.4) nous permettent de concevoir la zone géométrique du flasque qui accueille le joint. La gorge de joint est réalisée précisément pour optimiser les performances du joint (détail B sur la figure 3.8b).

Une attention particulière est donnée à la rugosité de la portée de joint qui pilote l'étanchéité du montage. Lors de la fabrication des éprouvettes tubulaires, une même attention avait été portée pour la rugosité des surfaces de drapage des mandrins aluminium. Un épaulement suffisant est prévu pour prévoir le passage du tube composite (plus les talons éventuels) et des tirants qui reprennent les effets de fond. Le nombre et le diamètre des tirants sont définis à partir de la pression maximale admissible par le montage. Nous définissons cette valeur à 40 bar (cf. § 3.2), pression qui permet d'atteindre des déformations suffisantes pour endommager les tubes testés tout en respectant les conditions de sécurité requises. L'épaisseur et la géométrie globale des flasques sont ensuite validées par un calcul éléments finis. Un prototype de montage a été réalisé avec des flasques en alliage d'aluminium et des tirants en acier standard pour valider le principe.



(a) Coupe brisée de la vue de côté.

(b) Détail B de la coupe 3.8a.

FIGURE 3.8 – Mise en plan du montage sans l'effet des fonds.

Une fois les essais de validation réalisés, une version finale est réalisée pour un fonctionnement de la température ambiante à -200 °C. Les flasques et les tirants sont usinés à partir d'un matériau à faible coefficient de dilatation. Le matériau Invar® [1] est un alliage contenant 36 % de nickel et 64 % de fer découvert à la fin du 19eme siècle par le métallurgiste Charles Édouard Guillaume. Cet alliage a la particularité d'avoir un coefficient de dilatation très faible ($\simeq$ 1,5 °C^{-1}) et qui varie très peu du zéro absolu jusqu'à 100 °C [Béranger et al., 2009]. Seuls les raccords gaz et les boulons des tirants sont en acier inoxydable. La faible dilatation thermique de l'inox est compensée par l'utilisation de rondelles élastiques entre les tirants et les écrous et par des filetages coniques téflonés pour les raccords gaz.

3.4.2 Montage pour une sollicitation biaxiale

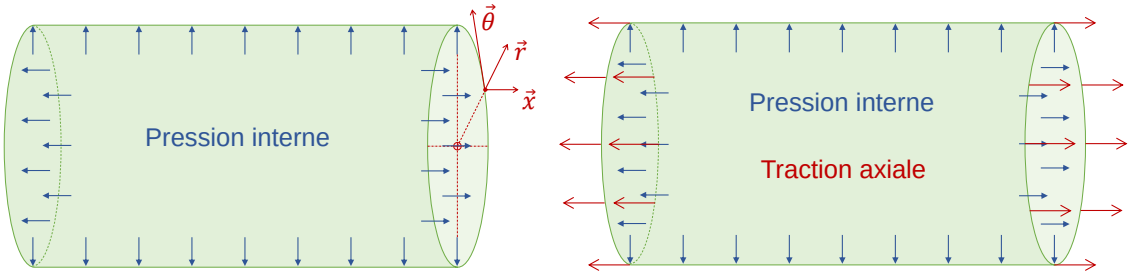
Pour obtenir un chargement biaxial, les flasques utilisés pour fermer le montage et permettre la mise sous pression doivent être liés mécaniquement au tube composite. L'effet de la pression sur les flasques introduisent le deuxième axe de sollicitation. Dans le cas où la seule source d'énergie est la pression, l'état de contrainte dans une zone du tube considérée homogène est régi par les expressions 3.7 et 3.8. On définit alors la sollicitation comme biaxiale proportionnelle (figure 3.9b).

$$\sigma_{xx} = \frac{\sigma_{\theta\theta}}{2} = \frac{p.R}{2e} \tag{3.8}$$

1. Le terme Invar est une marque déposée depuis 1907, propriété d'Imphy Alloys, filiale d'Aperam.

Si en plus de la pression interne au montage on ajoute un effort axial F à l'aide d'une machine de traction, l'état de contraintes sera décrit par les relations 3.7 et 3.9. Dans ce cas, la sollicitation est dite biaxiale non proportionnelle (figure 3.9a).

$$\sigma_{xx} = \frac{p.R}{2.e} + \frac{F}{2.\pi.e.R} \tag{3.9}$$



(a) Représentation de la sollicitation biaxiale proportionnelle.

(b) Représentation de la sollicitation biaxiale non proportionnelle.

FIGURE 3.9 – Représentation des sollicitations biaxiales.

La figure 3.10 présente le concept de montage que nous proposons pour la réalisation d'essais biaxiaux sur des éprouvettes tubulaires en composite stratifié. Sur la même base de concept proposé figure 3.7, les flasques du montage biaxial ferment les tubes composites par le biais d'un joint d'étanchéité présenté dans l'annexe A.4. Dans ce cas, les flasques entrent complètement dans le tube et possèdent une surépaisseur après la gorge prévue pour le joint. Cet épaulement permet de lier l'éprouvette stratifiée à l'aide de goupilles ou pions. Le diamètre extérieur du flasque doit respecter une tolérance particulière pour maitriser le jeu d avec le tube composite. En fonction de l'épaisseur du composite, l'ajout d'une surépaisseur (drapage composite ou talon rapporté) sur le tube est indispensable pour reprendre les efforts axiaux transmis par le biais des pions. Les efforts axiaux générés par la pression interne transitent d'abord par le flasque puis par les pions et sont transmis au tube testé. Le passage à une sollicitation non proportionnelle peut être réalisé à l'aide d'une tige de traction assemblée aux flasques du montage.

De la même manière que le montage sans les effets de fond, cet assemblage (figure 3.11a) possède une gorge pour accueillir le joint d'étanchéité. Le joint d'étanchéité est le même que celui employé pour le montage sans effet de fond (Annexe A.4). Également, une rigueur particulière est apportée sur l'usinage tolérancé de cette gorge et sur la rugosité de la portée de joint. En revanche, dans ce cas, les efforts axiaux subis par les fonds sont transmis au tube composite par le biais d'une liaison piontée (détail B sur la figure 3.11b).

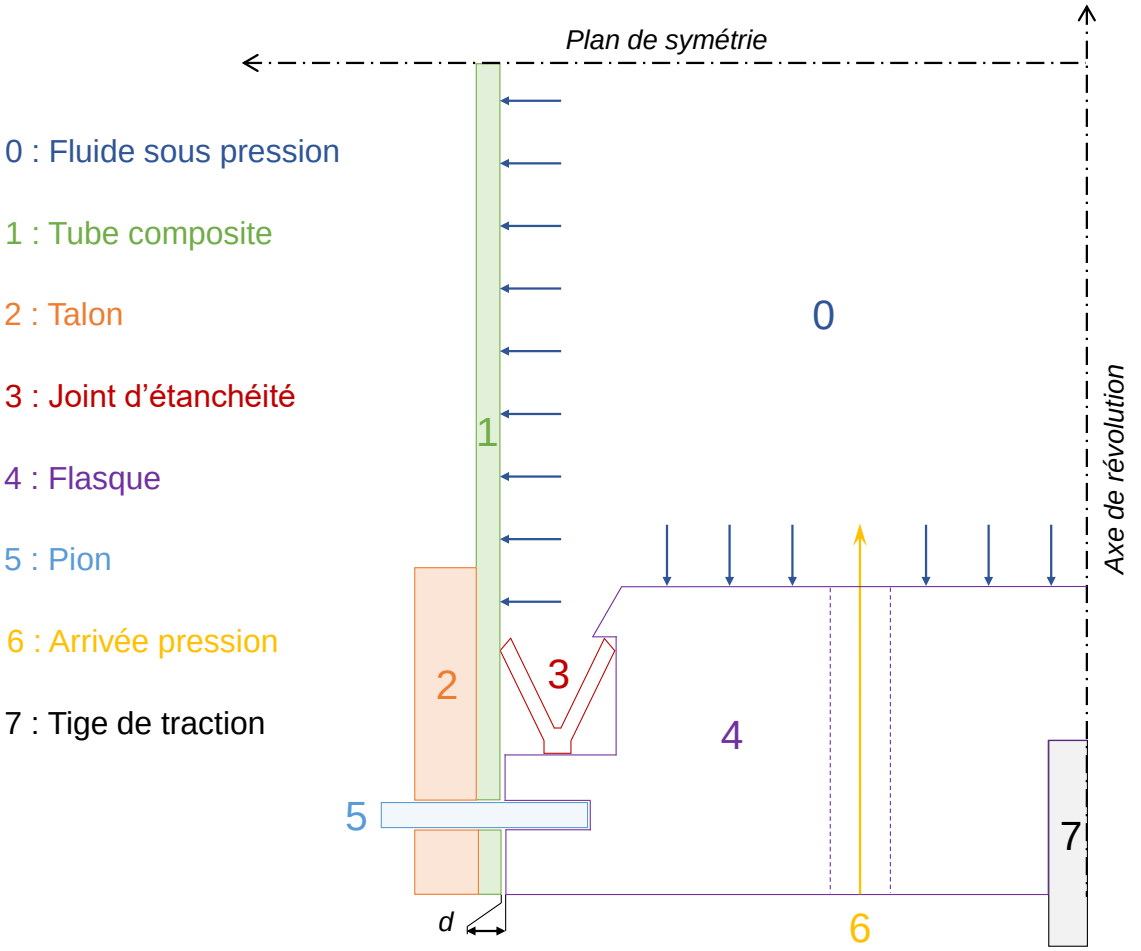
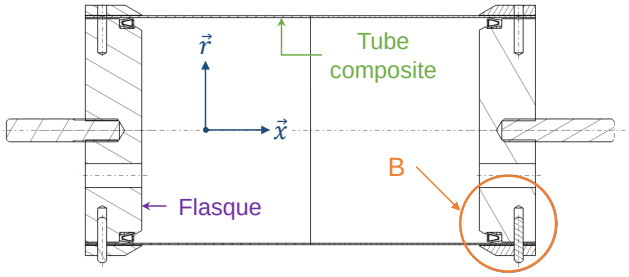
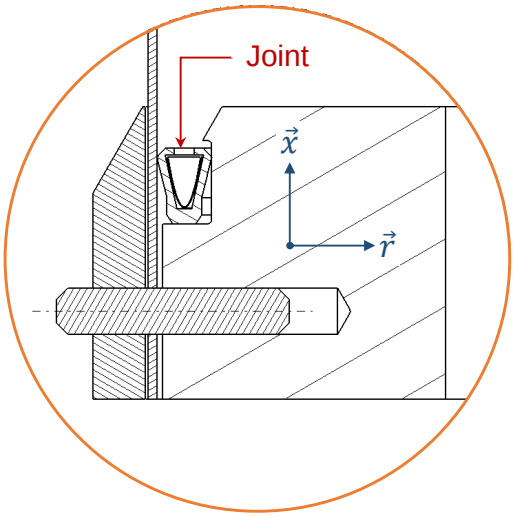


FIGURE 3.10 – Schéma du concept de montage avec l'effet des fonds.



(a) Coupe brisée de la vue de côté.



(b) Détail B de la vue de côté 3.11a.

FIGURE 3.11 – Plan du montage avec l'effet des fonds.

Un dimensionnement précis de la liaison piontée est nécessaire pour maitriser la transmission des efforts et le mode de rupture. La pression maximale à atteindre pour chaque tube et le diamètre du tube testé sont les données d'entrée nous permettant de calculer l'effort maximal que devra transmettre la liaison. Dans un premier temps, le dimensionnement de la liaison consiste à déterminer le nombre et le diamètre des pions. Les tubes ayant une faible épaisseur ne pouvant pas reprendre la totalité des efforts axiaux, il sera ensuite nécessaire de dimensionner une surépaisseur à ajouter pour assurer la reprise des efforts axiaux. Dans un souci de faisabilité, la surépaisseur sera ajoutée sous forme de talons métalliques. La méthodologie employée pour le dimensionnement de la liaison complète est présentée dans l'annexe A.5. Cette annexe présente également le faciès de rupture d'un tube testé avec effet de fond qui tend à appuyer la pertinence du dimensionnement.

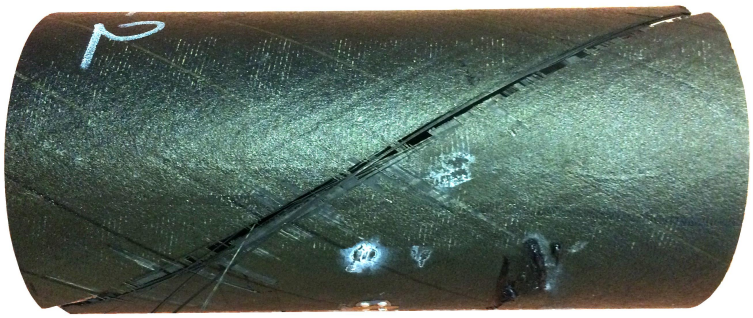
3.4.3 Rôle des talons et validation des surfaces utiles pour la mesure de perméabilité

Pour rappel, dans la section 3.2 nous avons identifié les déplacements radiaux maximaux atteints par les stratifications sans effet de fond à la pression maximale requise. Ces déplacements allaient de 0,8 mm (stratification $[\pm 30]_3$) à 2,5 mm (stratification $[\pm 45]_3$). Le joint ayant un retour élastique de l'ordre du millimètre, la mise en place de talons pour le montage sans l'effet des fonds s'est avérée indispensable pour limiter le jeu d'extrusion du joint afin d'éviter l'éjection du joint et la perte d'étanchéité. À partir de simulations numériques en 2D axisymétrique basées sur les caractéristiques homogénéisées du tableau 3.3, une géométrie de talons a été définie.

Dans le cas du montage avec effet de fond, le déplacement radial est aussi à contrôler pour éviter la perte d'étanchéité. Cependant, la présence de plis circonférentiels engendre une rigidité radiale très importante. De fait, le déplacement radial des deux stratifications avec effet de fond est largement acceptable au vu du retour élastique et du jeu d'extrusion du joint d'étanchéité. Par ailleurs, comme vu précédemment, la mise en place de talons sur le tube était également indispensable pour assurer la reprise des efforts axiaux. Le dimensionnement présenté en annexe A.5 permet de définir une géométrie de talons adaptée.

Dans les deux cas, la présence de talons permet de concentrer la sollicitation sur une zone utile tout en évitant les effets de bord et l'amorçage d'une fissuration à partir d'une extrémité du tube (figure 3.12).

Les talons induisent une interaction avec le tube composite qui va définir la zone considérée comme utile dans laquelle le chargement sera homogène. Il convient donc de définir cette zone utile afin d'effectuer des mesures de perméabilité pertinentes. Des simulations numériques en 2D axisymétrique basées sur les caractéristiques homogénéisées du tableau 3.3 nous ont permis d'identifier la zone utile de chacun des tubes testés.



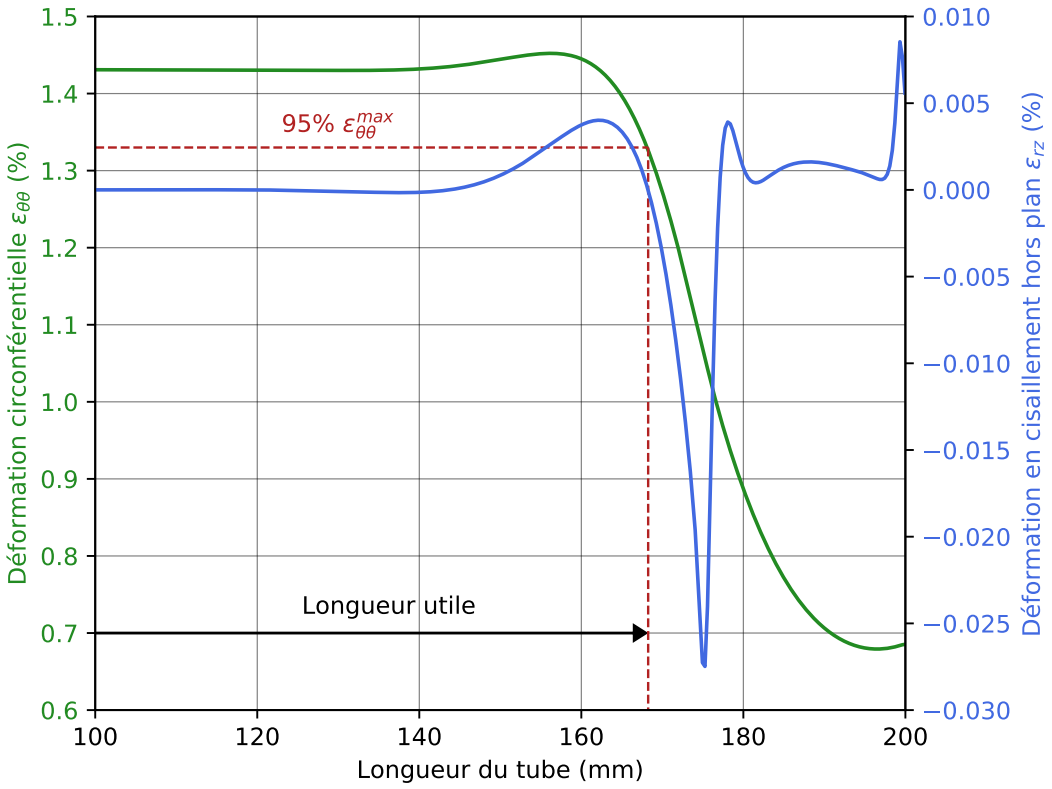
(a) Rupture brutale par propagation de la fissuration amorcée sur un bord.



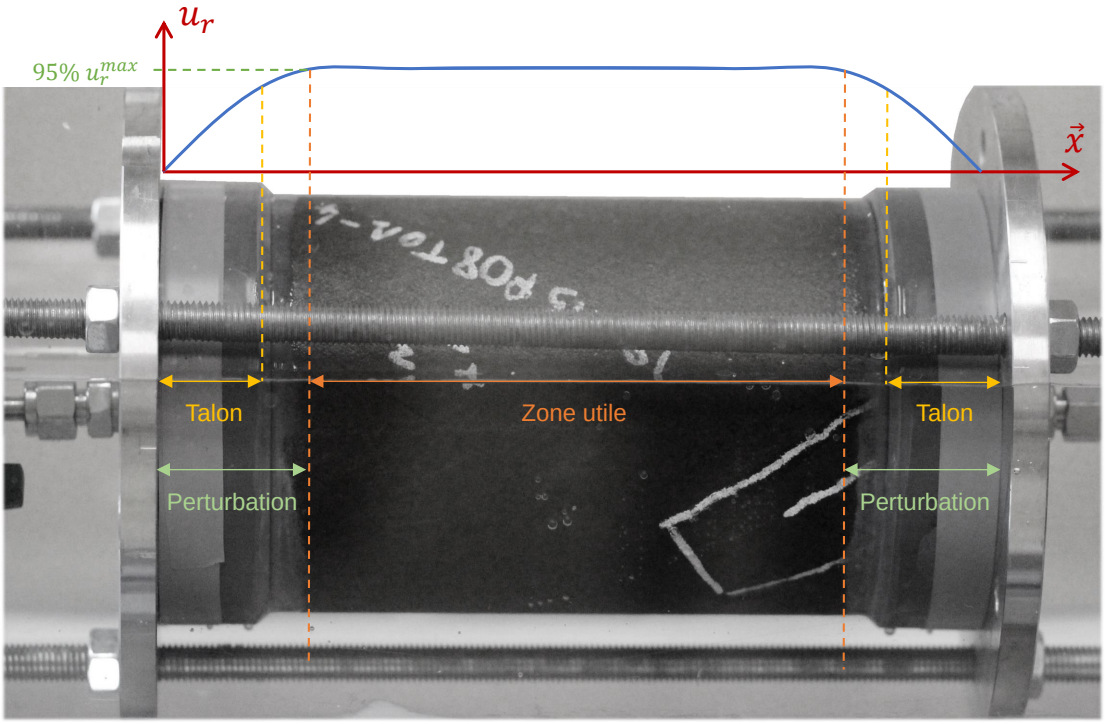
(b) Propagation stable de la fissuration amorcée sur un bord.

FIGURE 3.12 – Impact des effets de bord sur l'endommagement des éprouvettes tubulaires de stratification $[\pm 30]_3$.

Les calculs nous permettent de déterminer la zone dans laquelle le champ de déplacement est perturbé (figure 3.13). La figure 3.13a présente les champs de déformation plan et hors plan engendrés dans le tube stratifié lors de la mise sous pression. Nous pouvons observer une zone de pertubation au niveau des talons. L'évolution de la déformation circonférentielle est progressive et tend rapidement vers une valeur nominale. Une légère sur-contrainte apparait avant d'atteindre une valeur nominale. Cependant, cette contrainte représente seulement 1,5 % de la valeur nominale. Nous supposerons donc que cette variation de déformation locale n'induira pas d'endommagement précoce dans cette zone. L'évolution de la déformation de cisaillement hors plan nous indique un champ de déformation très perturbé dans la zone proche des talons. Cependant, les valeurs de déformations atteintes sont très faibles et nous supposerons que ces niveaux de déformation n'induiront pas d'endommagement supplémentaire dans le tube. Ces études permettent de définir la zone dite utile sur laquelle nous pourrons effectuer nos mesures de perméabilité. La figure 3.13b récapitule les différentes zones du tube en composite.



(a) Evolution du déplacement radial le long de l'éprouvette tubulaire.



(b) Schéma de la zone de pertubation sur l'éprouvette tubulaire.

FIGURE 3.13 – Définition de la zone de perturbation due au montage sans effet de fond sur un tube de stratification $[\pm 30]_3$.

3.5 Application et mesure du chargement thermomécanique

3.5.1 Le chargement thermique

Le chargement thermique correspond à la mise en température de l'éprouvette. Dans notre cas, nous avons choisi d'utiliser des chambres environnementales permettant de contrôler la descente et le maintien de la température. À la différence des systèmes en immersion, le système choisi évite les chocs thermiques pouvant générer un endommagement non représentatif de la réponse réelle du matériau. Une première enceinte est utilisée pour les essais ne nécessitant pas d'accès pour une machine extérieure (mors de traction par exemple). Cette enceinte cryogénique alimentée par de l'azote liquide permettra la réalisation des essais uniaxiaux (sans l'effet de fond) et biaxiaux proportionnels (avec l'effet de fond seul). La source d'énergie permettant le chargement mécanique des éprouvettes au sein de l'enceinte sera uniquement la pression. L'enceinte permet un confinement total des montages d'essais, une meilleure isolation et donc des performances thermiques importantes. Sa plage de fonctionnement est comprise entre 40 °C et -180 °C. La seconde enceinte thermique est la même que celle utilisée dans le chapitre 1. Elle permet la réalisation d'essais biaxiaux non proportionnels grâce à l'ajout d'une sollicitation axiale à l'aide d'une machine de traction. Cependant, l'ajout de système mécanique massif extérieur à l'enceinte entraine la création de ponts thermiques importants limitant les performances thermiques. La plage de température de cette seconde chambre environnementale est de 300 °C à -130 °C. La maîtrise du chargement thermique est assurée par des contrôleurs et des thermocouples type T placés sur les éprouvettes testées.

3.5.2 Le chargement mécanique

L'essai est piloté en force par une mise sous pression interne du tube composite. Le chargement mécanique est mesuré par le biais de deux grandeurs : la pression dans le tube et les déformations. Une première mesure de la pression est possible à l'aide de manomètres placés sur la tuyauterie d'arrivée du gaz. Un capteur de pression plus précis peut être placé en sortie du montage. Des jauges de déformation seront placées sur les éprouvettes de manière à contrôler l'intensité et l'homogénéité de la sollicitation au cours de l'essai. L'orientation des jauges sera définie dans le repère stratifié et permettra de mesurer la déformation circonférentielle ($\varepsilon_{\theta\theta}$) et axiale ($\varepsilon_{xx}$). Nous aurons donc accès aux quatre grandeurs qui régissent le comportement mécanique du tube composite : $\varepsilon_{\theta\theta}$, ε_{xx}, $\sigma_{\theta\theta}$ et σ_{xx}. Lors des descentes en température, nous utiliserons des jauges auto-compensées jusqu'à -200 °C. L'équilibrage des jauges est réalisée à 20 °C. Le chargement mécanique est appliqué après stabilisation de la température.

3.6 Mesure de la perméabilité et localisation des points de fuite

3.6.1 Mesure de perméabilité sur la totalité de la zone utile (globale)

Pour la mesure de la perméabilité globale au cours de nos essais, nous avons opté pour une méthode de mesure par gaz traceur à l'hélium. La pressurisation se faisant à l'intérieur du tube, le gaz sort de l'objet à évaluer. L'évaluation ne peut se faire en mesurant le gaz accumulé dans l'enceinte cryogénique car le flux de fuite sur le tube risquerait d'être perturbé par les éventuelles fuites du montage. Par ailleurs, les évents de la chambre environnementale ne peuvent être fermés car l'azote liquide détendu doit pouvoir être évacué. Enfin, une mesure sur la totalité du tube ne pourrait pas être associée à un état de chargement connu puisque la sollicitation n'est pas homogène sur toute la longueur du tube. En conséquence, nous optons pour la mise en place d'un volume de mesure sur la zone que nous avons définie comme utile.

Le volume de mesure a été réalisé à l'aide d'un laminé à froid de précision en acier inoxydable (épaisseur 300 µm). L'ajout de raccords permet d'y fixer des flexibles raccordés au spectromètre de masse d'un côté et à une arrivée d'azote gazeux de l'autre. Ainsi, entre chaque contrôle, il est possible de faire circuler un gaz neutre dans le volume d'accumulation et de refaire un zéro au signal de mesure du spectromètre de masse. La jonction entre le laminé de précision et le tube composite est réalisée à l'aide d'une bande élastomère légèrement comprimée comme proposé par [Jackson and Ratcliffe, 2013] lors de leurs essais biaxiaux. Le placement de cette jonction définit la surface de mesure. Il peut être ajusté en fonction de la longueur utile définie lors du dimensionnement du montage et notamment des talons.

La figure 3.14 présente une schématisation de la mise en place du volume d'accumulation autour du tube composite. L'intérieur du tube (zone 1) est pressurisé à l'aide du gaz traceur. Si le tube est perméable, le différentiel de pression entraine un transfert du gaz à travers la paroi et les particules se retrouvent dans le volume de mesure (zone 2). A chaque palier de chargement, une mesure de fuite est alors possible.

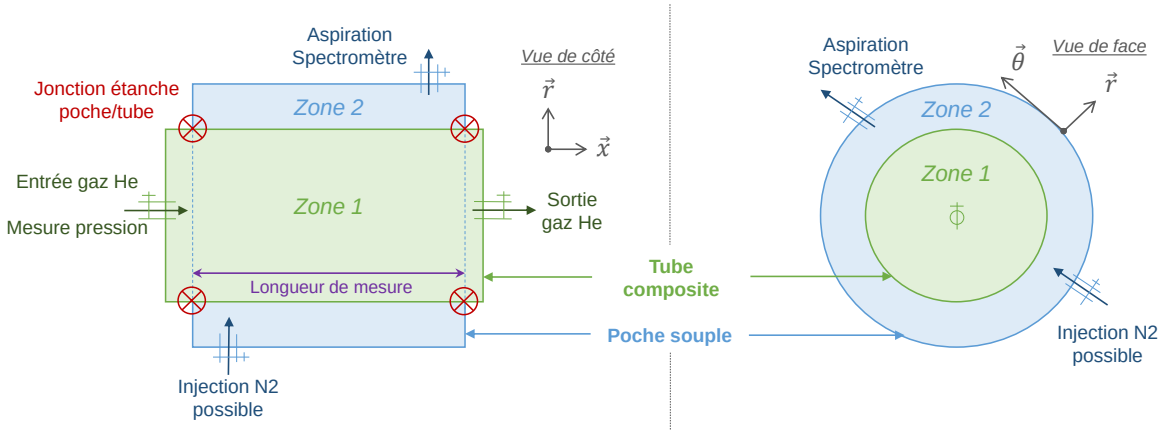


FIGURE 3.14 – Présentation du dispositif de mesure globale de perméabilité. Contrôle par reniflage global et accumulation à l'aide d'une enveloppe de mesure et d'un spectromètre de masse hélium.

Pour des niveaux de fuite très faibles, il est nécessaire d'utiliser la technique de mesure par accumulation dont le taux de fuite est déterminé par la relation 3.10 [NF EN 13185, 2001].

$$q_f = \frac{P_{V_{acc}} V_{acc}}{t_{acc}} (c_2 - c_1) \tag{3.10}$$

avec :

- q_f, le taux de fuite ("leak rate") [Pa.m^3.s^{-1}] ;
- $P_{V_{acc}}$, la pression dans le volume d'accumulation [Pa] ;
- V_{acc}, le volume d'accumulation [m^3] ;
- $t_{acc} = t_2 - t_1$, le temps d'accumulation [s] ;
- c_1 et c_2, les concentrations d'hélium respectivement relevées au temps t_1 et t_2 [Pa.m^3.s^{-1}].

Si le débit de fuite est assez important et que le signal se stabilise rapidement, il est possible d'utiliser la technique de reniflage global. Dans ce cas, la mesure de fuite est directement indiquée sur l'appareil.

3.6.2 Localisation des fuites

Si une évolution significative du taux de fuite est relevée au cours de l'essai dans le volume de mesure, il est nécessaire d'en contrôler l'origine (endommagement débouchant, déficience du montage par exemple). Nous devons donc mettre en place des techniques de localisation des points de fuite. Deux techniques sont possibles sans sortir le montage de l'enceinte d'essai. Le retrait de l'enveloppe de mesure est cependant indispensable.

La sonde de reniflage reliée au spectromètre de masse permet de cibler une fuite par balayage rapproché sur le tube testé. Le balayage doit se faire à une distance inférieure ou égale à 1 mm de la paroi et à une vitesse inférieure ou égale à 20 mm/s.

La fuite est détectée dès lors qu'un saut de signal est mesuré par l'appareil. La technique de localisation par balayage de la sonde du spectromètre permet de localiser des fuites jusqu'à $10^{-6}/10^{-7}$ Pa.m^3.s^{-1} minimum en fonction de la vitesse et de la hauteur de balayage [NF EN 13185, 2001].

Aussi, l'application d'un spray de détection sur le montage est également possible. La détection de la formation de bulles localisées permet de qualifier la fuite.

Enfin, si on place le montage en immersion dans l'eau en appliquant une pression intermédiaire, il est possible de cibler rapidement et précisément des fuites de l'ordre de $10^{-4}/10^{-5}$ Pa.m^3.s^{-1} (figure 3.15). En effet, le chapelet de bulles créé par la fuite est facilement visible à l'œil nu. Avec cette technique, il est également possible de quantifier le débit de fuite à l'aide d'un tube à essai gradué.

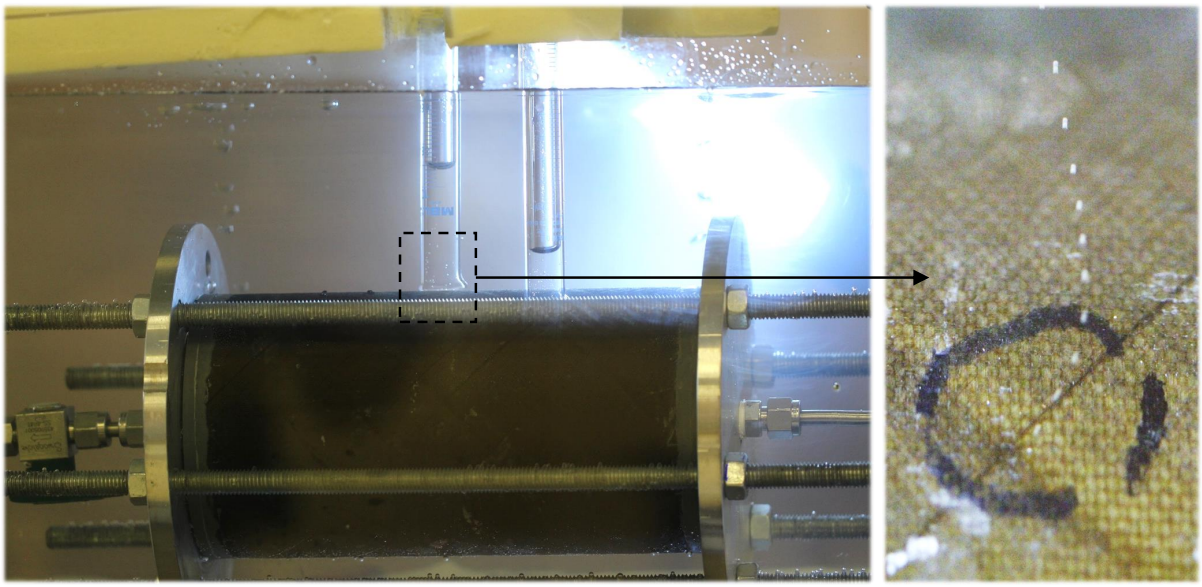


FIGURE 3.15 – Localisation d'un point de fuite par détection de bulles en immersion dans l'eau et mesure du débit de fuite grâce à un tube à essai gradué.

3.6.3 Validation des mesures et complémentarité

Afin de valider les techniques de mesure, nous avons cherché à confronter les résultats obtenus par une technique de spectrométrie et par la technique d'immersion dans l'eau à l'aide d'un tube à essai gradué (figure 3.15). Nous étudions un point de fuite dont la position spatiale a été localisée sur une éprouvette tubulaire de stratification $[\pm 30]_3$ et de grammage 150 g/m^2. La pressurisation a été réalisée avec une concentration de 100 % d'hélium injectée dans le tube. Pour la mesure avec le spectromètre, nous avons utilisé la technique de reniflage direct à l'aide de la sonde puisque la position de la fuite était identifiée. La dimension du point de fuite étant inférieure au diamètre de la sonde de reniflage, nous pouvons positionner la sonde de mesure directement sur le point de fuite.

La figure 3.16 décrit l'évolution du taux de fuite provoqué par le réseau de fissures identifié débouchant sur l'extérieur de l'éprouvette testée. Pour de très faibles pressions, la mesure en immersion est fastidieuse et longue car le débit de fuite associé correspond à quelques bulles de gaz par minute. De fait, on mesure le débit de la fuite avec le tube à essai gradué qu'à partir de 3.10^{-4} Pa.m^3.s^{-1}. La sensibilité du spectromètre en mode reniflage direct (10^{-7} Pa.m^3.s^{-1}) nous permet de mesurer le débit de fuite dès lors qu'un différentiel de pression est appliqué sur le montage. Cependant, l'appareil voit son signal saturé à 10^{-2} Pa.m^3.s^{-1}, ce qui nous empêche de mesurer de grands débits de fuite. La mesure en immersion n'a pas de limite si ce n'est la taille du tube à essai employé. Nous constatons que les deux techniques de contrôle se corrèlent bien dès lors qu'elles sont toutes les deux applicables. On note donc la complémentarité des deux mesures.

A ces niveaux de fuite (10^{-5} à 10^{-1} Pa.m^3.s^{-1}), l'écoulement laminaire est largement prédominant. Ainsi, il est intéressant de noter que l'allure des courbes obtenues est cohérente avec la tendance donnée par la théorie de l'écoulement laminaire de type Poiseuille [Poiseuille, Jean-Léonard-Marie, 1840]. Les relations 3.11 et 3.12 décrivent respectivement un écoulement laminaire dans un conduit cylindrique ou entre deux plaques parallèles.

$$Q_{vl}^{c} = \frac{\pi.D^4}{256.\mu_{He}.L}.(p_0 - p_1) \tag{3.11}$$

$$Q_{vl}^{p} = \frac{l.h^3}{12.\mu_{He}.L}.(p_0 - p_1) \tag{3.12}$$

avec :

- Q_{vl}^{c}, le débit volumique régissant un écoulement laminaire à travers un conduit cylindrique [m^3.s^{-1}] ;
- Q_{vl}^{p}, le débit volumique régissant un écoulement laminaire entre deux plaques [m^3.s^{-1}] ;
- p_0 et p_1, les pressions de part et d'autre de la paroi [Pa] ;
- μ_{He}, le coefficient de viscosité dynamique de l'hélium à 15 °C [Pa.s] ;
- L, la longueur du conduit, ici l'épaisseur de la paroi [m] ;
- D, le diamètre du conduit dans le cas d'un écoulement dans un cylindre [m] ;
- l, la largeur du conduit dans le cas d'un écoulement entre deux plaques [m] ;
- h, l'épaisseur du conduit dans le cas d'un écoulement entre deux plaques [m].

Le diamètre du conduit cylindrique et l'épaisseur du conduit entre les deux plaques sont décrits par l'ouverture des fissures dans des plis de 143 µm. A l'aide des observations microscopiques de l'ouverture des fissures en fonction du chargement du chapitre 1, nous avons choisi de décrire l'ouverture des fissures, et donc des conduits, par un modèle linéaire visible sur la figure 3.16 [Bois et al., 2014]. Pour le cas de l'écoulement entre les deux plaques, nous choisissons de négliger la condition d'adhérence aux parois en définissant une largeur de conduit égale à la distance entre les deux plaques $l = h$.

La section du conduit est donc un parallélogramme et le profil du champ de vitesse est constant. Ce cas d'application est réalisé avec une épaisseur de paroi $L = 0{,}86$ mm (correspondant à 6 plis de 143 µm) pressurisée à une pression interne p_0 avec un gaz hélium à 15 °C. La pression p_1 est la pression atmosphérique.

Malgré les hypothèses fortes réalisées pour cette application numérique, la confrontation aux résultats expérimentaux nous permet de constater que l'écoulement au sein d'un réseau de fissures s'approche d'une modélisation de type Poiseuille dans un conduit dont la section est un parallélogramme. Plus on prend une largeur de conduit grande devant la distance entre les plaques plus on surestime le débit de fuite. Le modèle de Poiseuille à travers un conduit cylindrique sous-estime le débit de fuite. Ces observations semblent aller dans le sens de la littérature où [Yokozeki et al., 2006] décrivent le taux de fuite à travers la section de connexion entre les fissures qui s'avère être un parallélogramme. Dans ce type de modélisation, la tortuosité du conduit n'est pas prise en compte. Compte tenu des résultats de la figure 3.16, la non prise en compte de la tortuosité du conduit semble être une hypothèse acceptable. Ce type de modèle simple pourrait donc permettre de donner un encadrement du débit de fuite d'un point de fuite en fonction du chargement appliqué.

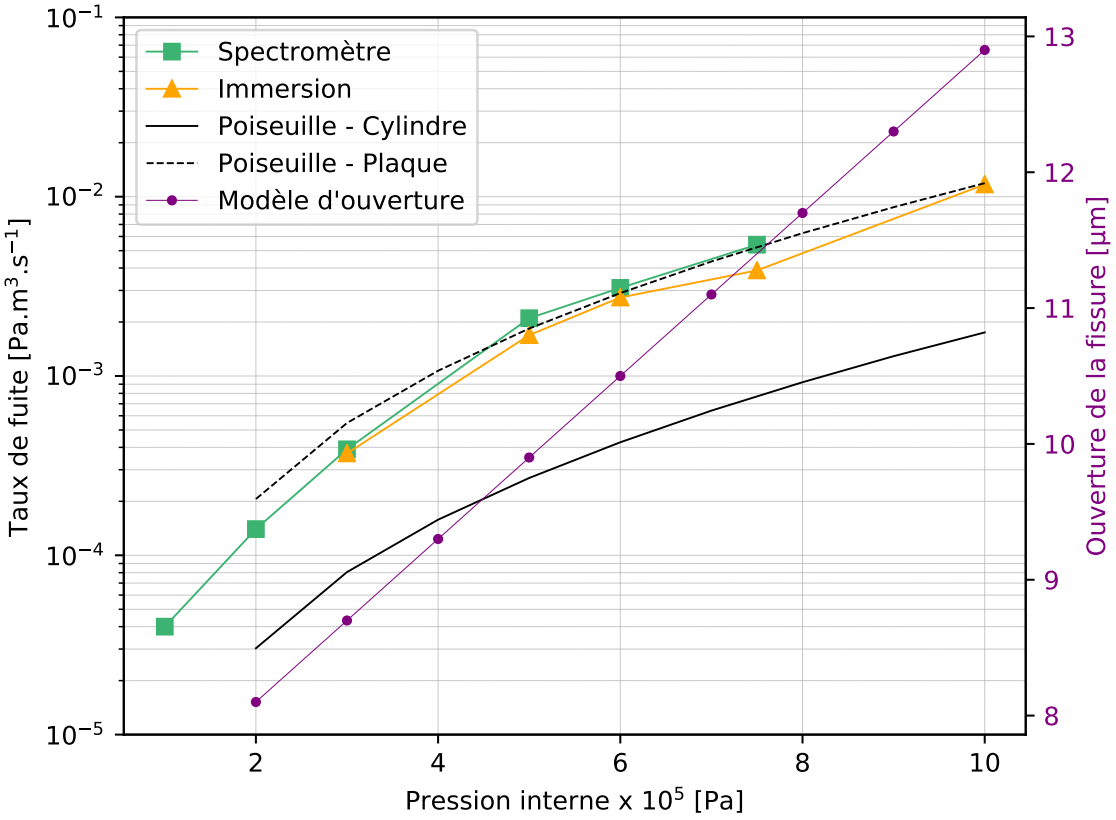


FIGURE 3.16 – Évolution du taux de fuite d'un réseau de fissures débouchant sur l'extérieur d'un tube sous pression (figure 3.15). Comparaison des techniques de mesure sur un tube de stratification $[\pm 30]_3$ de grammage 150 g/m^2 pressurisé à l'hélium.

3.7 Protocole d'essai pour la mesure de perméabilité

Nous avons vu précédemment que l'association de plusieurs techniques de mesure est une solution permettant de balayer une plage importante de débits de fuite mesurables. Cela permet également de donner de la robustesse à nos mesures en les réalisant plusieurs fois par le biais de moyens variés. Nous proposons ci-dessous un protocole d'essai permettant de mesurer la perméabilité et d'analyser les points de fuite d'un composite stratifié sollicité thermomécaniquement :

1. Assemblage du montage et instrumentation par jauges de déformation et thermocouples du tube composite ;
2. Mise en place et raccordement du volume de mesure ;
3. Mise à 20 °C de l'enceinte environnementale ;
4. Équilibrage des jauges de déformation ;
5. Descente à la température souhaitée et stabilisation des signaux de mesure (température, déformation, pression) ;
6. Chargement mécanique par mise sous pression jusqu'au palier de déformation ε_i^{max} ;
7. Déchargement à une déformation intermédiaire ε_i^{mes} ;
8. Circulation d'azote gaz dans le volume de mesure pour initialiser le signal du spectromètre ;
9. Mesure du taux de fuite par spectrométrie ;
10. Si la variation de taux de fuite n'est pas significative : retour à l'étape 6 ;
11. Si la variation de taux de fuite est significative : remonter en température à 20 °C ;
12. Démontage du volume de mesure et localisation des points de fuite par immersion ;
13. Injection de produit de contraste dans le tube composite pour les observations RX ;
14. Démontage du tube et observations par micro-tomographie ;
15. Remontage et remise en place du montage et du volume de mesure dans l'enceinte ;
16. Retour à l'étape 5 pour réitérer le protocole pour réaliser un nombre n de paliers.

Les étapes n°13 et n°14 du protocole seront définies dans les sections suivantes. Elles visent à capturer l'état d'endommagement du tube et à associer une perméabilité à cet état. Cependant, d'un point de vue quantitatif il est difficile d'étudier la morphologie des croisements entre les endommagements de plis adjacents en raison de la puissance du tomographe et de la distance de travail qui limitent la résolution des scans. Si le tube n'est pas détruit au cours de l'essai, il peut être découpé dans les zones ou un endommagement débouchant est localisé. Des polissages et des observations microscopiques successifs des échantillons prélevés permettent d'analyser la morphologie du réseau et notamment celle des croisements entre les endommagements.

3.8 Résultats des essais

3.8.1 Essais sans effet de fond

3.8.1.1 Présentation des essais réalisés

Quatre essais ont été réalisés sur le montage sans effet de fond. Les deux stratifications $[\pm 30]_3$ et $[\pm 45]_3$ sont testées à 20 °C et à -160 °C. Pour rappel, la stratification $[\pm 45]_3$ a été choisie pour analyser l'impact du cisaillement sur la fissuration transverse sans effet de bord. La stratification $[\pm 30]_3$ a été choisie pour valider les seuils d'endommagement identifiés dans le chapitre 1. La réponse mécanique des tubes testés va également nous permettre de valider le chargement appliqué à l'aide d'une confrontation avec les données du chapitre 1. Les tubes sont découpés axialement à une longueur de 200 mm à l'aide d'un disque diamanté. Le polissage d'un côté du tube nous permet de vérifier la qualité de la découpe, l'état du matériau et les axes de découpe (figure 3.17). La figure 3.18 présente le dispositif d'essai complet.

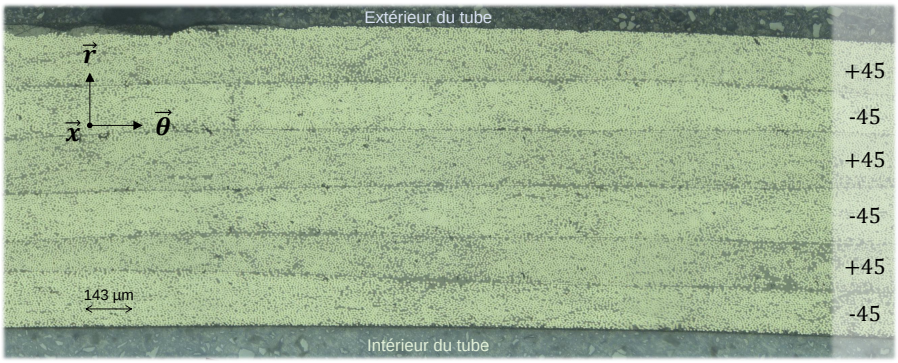


FIGURE 3.17 – Micrographie de la coupe axiale d'une éprouvette tubulaire de stratification $[\pm 45]_3$ sollicitée sans effet de fond.

3.8.1.2 Validation du chargement thermomécanique

A partir des données expérimentales de la caractérisation du matériau récapitulées dans le tableau 1.1 du chapitre 1, nous avons pu tracer les courbes théoriques du comportement des stratifications $[\pm 30]_3$ et $[\pm 45]_3$ à l'aide de la théorie des stratifiés. Ces courbes théoriques sont confrontées sur la figure 3.19 aux mesures expérimentales réalisées lors des essais sans effet de fond. Pour les trois essais confrontés, à 20 °C et à -160 °C, les courbes théoriques et expérimentales se corrèlent bien. Les écarts peuvent être attribués à la mesure approximative de la pression sur le manomètre de la manipulation ou à la relaxation du matériau lors de la prise de mesure de la déformation du fait du pilotage en contrainte. Malgré ces petits écarts, les résultats nous confortent sur la pertinence du chargement plan appliqué aux éprouvettes tubulaires.

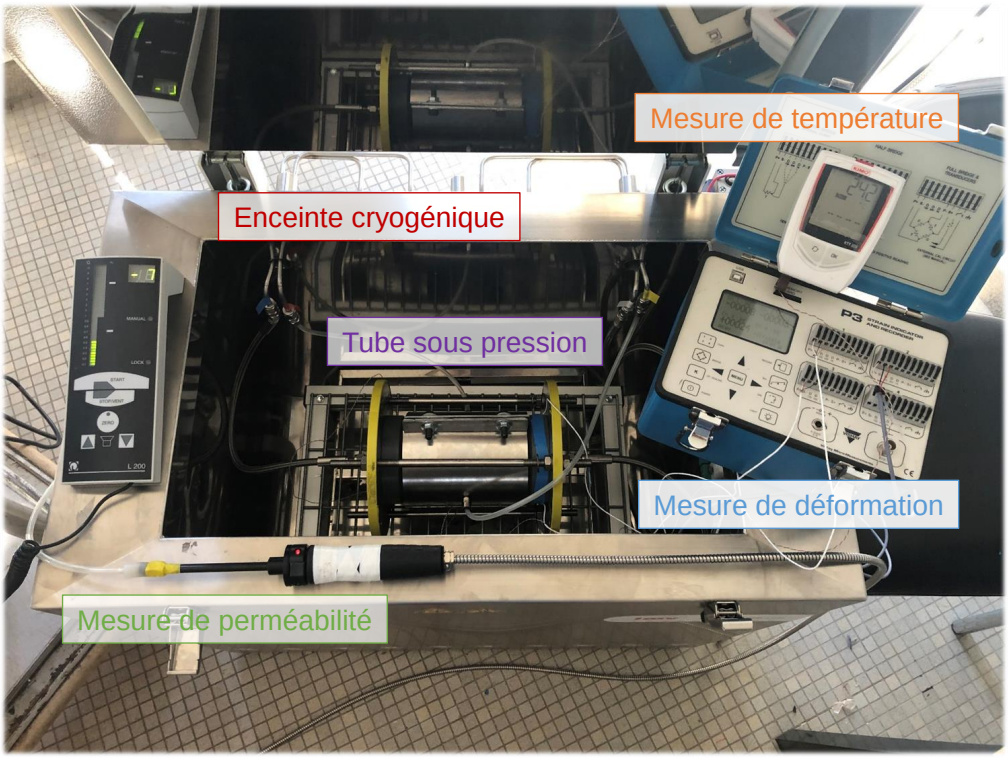


FIGURE 3.18 – Mise en place de l'essai de mesure de perméabilité à l'aide du montage sans effet de fond.

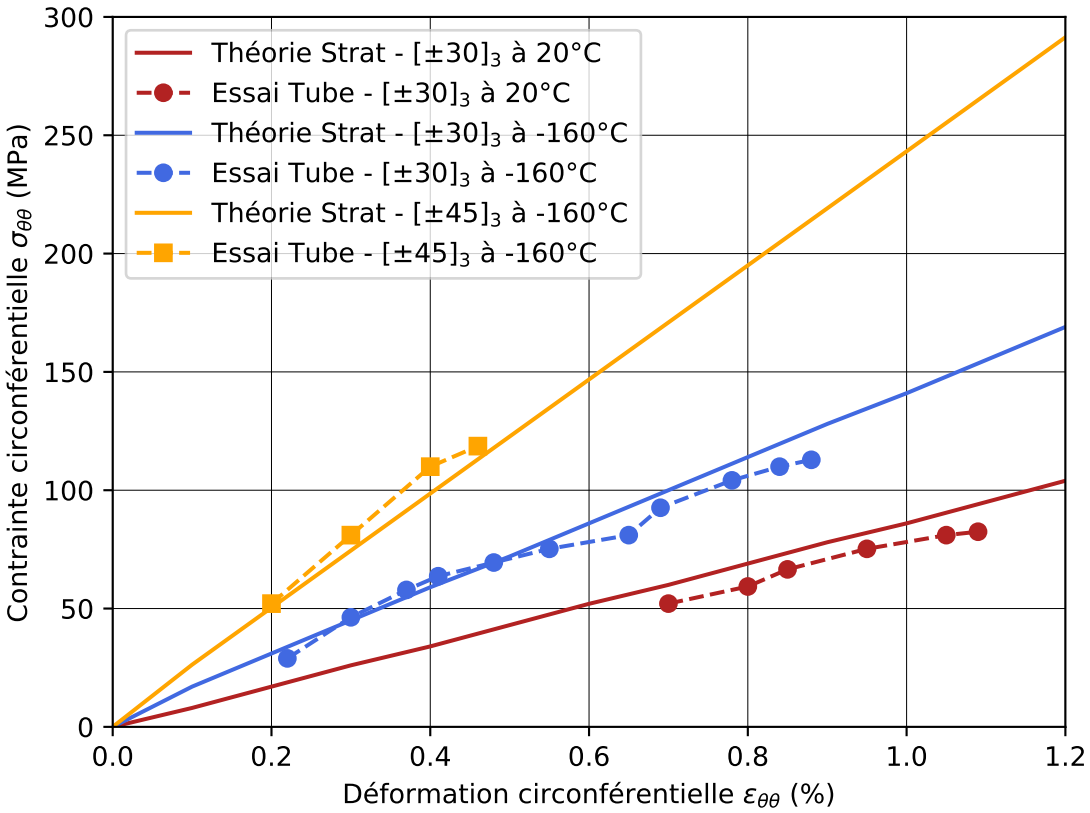


FIGURE 3.19 – Confrontation du chargement mécanique appliqué sur une éprouvette tubulaire et sur une éprouvette rectangulaire.

3.8.1.3 Évolution de la perméabilité en fonction du chargement

La figure 3.20 décrit l'évolution de la perméabilité en fonction du chargement mécanique et thermique appliqué au stratifié. La perméabilité est définie à partir des conditions de l'essai et de l'expression 3.5.

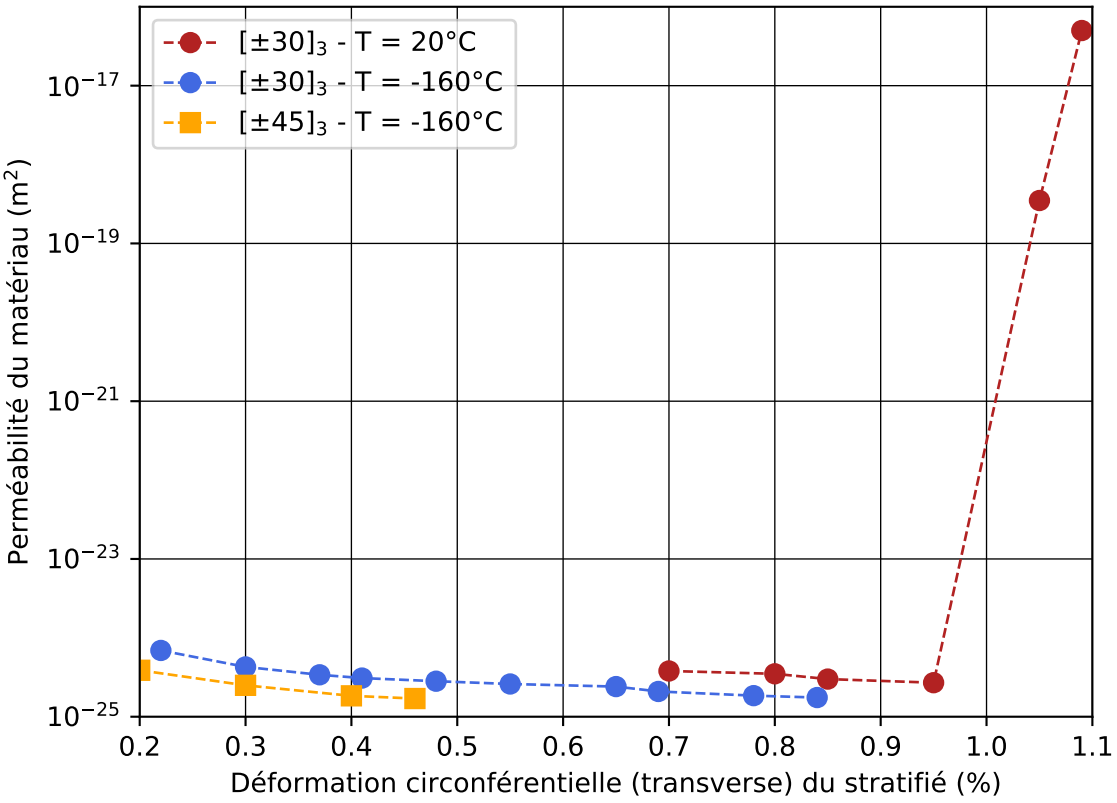
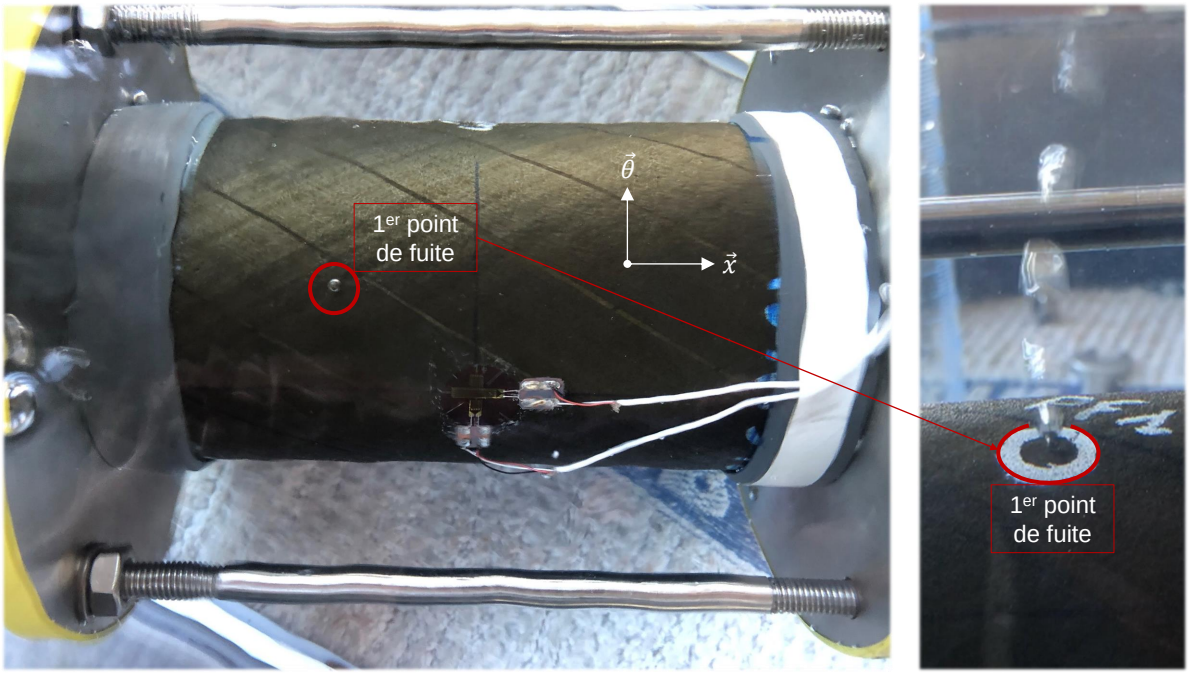
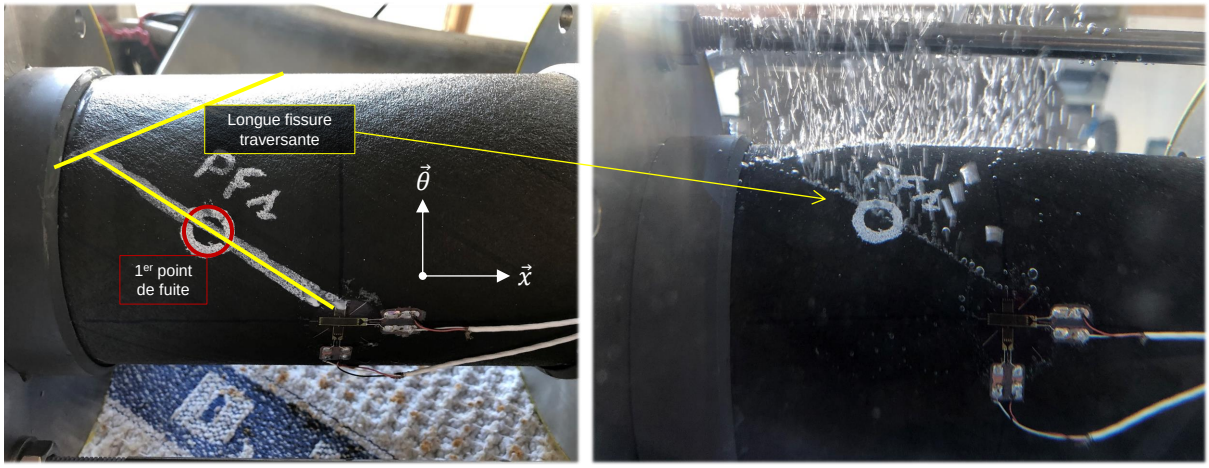


FIGURE 3.20 – Évolution de la perméabilité d'éprouvettes tubulaires sous sollicitation uniaxiale circonférentielle en fonction de la température.

A température ambiante, on distingue plusieurs phases dans l'évolution de la perméabilité de l'éprouvette de stratification $[\pm 30]_3$. Une première phase au cours de laquelle aucune variation du débit de fuite n'est relevée par le spectromètre de masse. Le débit de fuite minimal que peut détecter le spectromètre avec la technique de mesure utilisée (accumulation) est de 10^{-7} Pa.m^3.s^{-1} (voir tableau 3.1). En rapportant cette valeur aux conditions de mesure, nous pouvons affirmer que la perméabilité du tube reste inférieure à 10^{-24} m^2 (expression 3.5) jusqu'à une déformation circonférentielle de 0,95 %. Entre 0,95 % et 1,05 % de déformation circonférentielle, un endommagement débouchant apparait sous la forme d'un point de fuite (figure 3.21a). A ce stade, la perméabilité de la paroi augmente significativement et passe de 10^{-25} m^2 à 10^{-19} m^2. Après le rechargement du tube à 1,09 %, un endommagement débouchant critique apparait sur le tube.



(a) 1er évènement : $k = 10^{-19}$ m^2 à $\varepsilon_{\theta\theta} = 1{,}05$ %.



(b) 2nd évènement : $k = 10^{-17}$ m^2 à $\varepsilon_{\theta\theta} = 1{,}09$ %.

FIGURE 3.21 – Localisation des endommagements débouchants sur le tube de stratification $[\pm 30]_3$ testé sans effet de fond à température ambiante.

En effet, cet endommagement se traduit par l'apparition de lignes de fuite entrainant un débit de fuite très important qui empêche d'accroitre le chargement mécanique faute de débit de gaz en entrée (figure 3.21b). La perméabilité du tube est à nouveau significativement impactée et atteint une valeur de 10^{-17} m^2. Ce scénario était attendu du fait de la stratification constituée uniquement de deux orientations très désorientées par rapport à la direction de chargement. Les talons empêchent la propagation brutale de la fissuration au bord et la rupture du tube.

Au cours de l'essai à -160 °C sur le tube $[\pm 30]_3$, aucune variation significative de la perméabilité n'est relevée jusqu'à la rupture du tube à une déformation circonférentielle de 0,88 %. A ce stade, il est probable qu'une fissure transverse soit apparue dans un des plis. Cependant, en raison du comportement fragile du matériau à cette température, la fissure s'est propagée rapidement dans le pli dans la direction des fibres entrainant la rupture des autres plis. Les talons PVC dont le comportement est fragile à -160 °C n'ont pas pu encaisser cette libération soudaine d'énergie et ont également rompu. Nous pouvons cependant conclure sur le fait que la perméabilité du tube reste inférieure à 10^{-24} m^2 jusqu'à une déformation circonférentielle de 0,84 %. Cet essai appuie également le fait que le seuil d'endommagement du matériau est abaissé à basse température par rapport à 20 °C. Pour les deux essais sur la stratification $[\pm 30]_3$, il est intéressant de relever les niveaux de déformation circonférentielle auxquels apparaissent les endommagements. En effet, lorsque l'on rapporte ces déformations dans le repère du pli, les déformations transverses auxquelles apparaissent les premiers endommagements sont inférieures aux seuils de fissuration identifiés dans le chapitre 1 sur cette même épaisseur de pli (voir tableau 3.5). Ces écarts restent modérés particulièrement pour les essais à basse température. La stratification engendre une part de sollicitation en cisaillement dans les plis en comparaison aux essais sur stratification croisée du chapitre 1. Il est possible que l'effet du cisaillement sur la fissuration transverse ait abaissé le seuil d'endommagement des plis de l'éprouvette tubulaire. La présence plus importante de défaut de type "gap" dans l'éprouvette tubulaire comparée aux plaques peut également être à l'origine de la diminution des seuils d'endommagement du pli. Les essais sur les tubes de stratification $[\pm 45]_3$ présentés après tendent à confirmer cette seconde hypothèse.

Type d'essai	Tube		Plaque	
Température	-160 °C	20 °C		-130 °C
Seuil d'amorçage	0,66 %	0,79 %	1,00 %	0,70 %

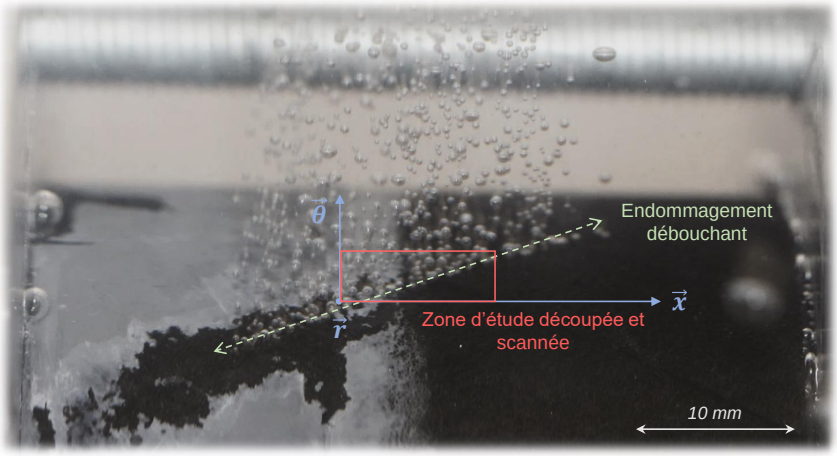
TABLE 3.5 – Confrontation des seuils d'amorçage de l'endommagement (ε_{22}) d'un pli unidirectionnel de 143 µm obtenus avec des essais sur tube ou plaque.

Les essais à température ambiante et à -160 °C sur la stratification $[\pm 45]_3$ n'ont pas permis de mesurer des variations significatives de la perméabilité. Dans les deux cas, c'est l'expulsion du joint d'étanchéité qui a mis fin à l'essai. Malgré cela, les niveaux de déformations atteints sont intéressants. En effet, pour l'essai à température ambiante nous avons pu atteindre une déformation circonférentielle de 2,35 %, déformation à laquelle le module de cisaillement est abattu de près de 45 % traduisant donc l'endommagement significatif du matériau. A -160 °C, nous avons pu atteindre une déformation circonférentielle de 0,45 %. De fait, ces essais permettent d'appuyer nos hypothèses sur le faible impact du cisaillement sur la fissuration transverse, au moins sur les niveaux de sollicitation atteints. En effet, aucun endommagement débouchant traduisant un réseau de fissures transverse n'a été identifié jusqu'à l'expulsion du joint soit une déformation circonférentielle de 0,45 % à -160 °C et de 2,35 % à 20 °C. A ces niveaux de déformation et de la même manière que précédemment, il est possible d'affirmer que la perméabilité des tubes reste inférieure à 10^{-24} m^2.

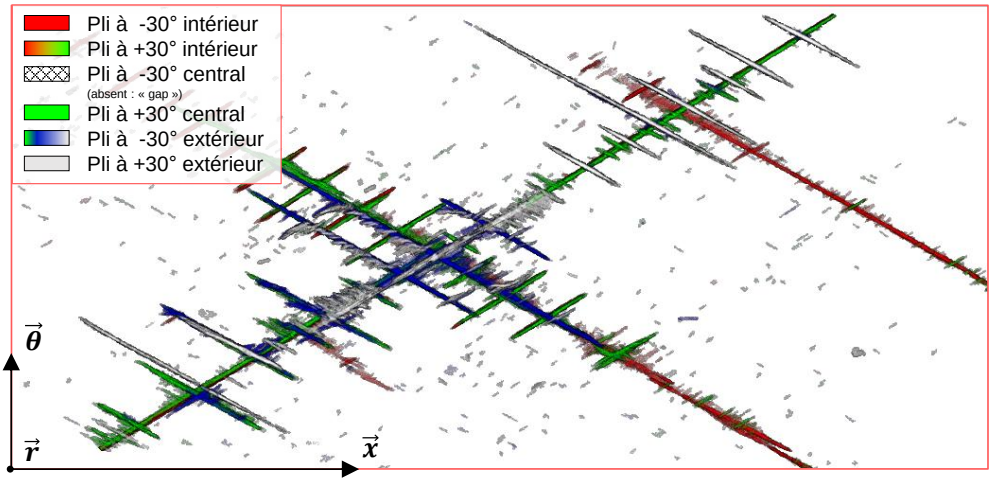
3.8.1.4 Morphologie d'un chemin de fuite

Afin d'étudier la morphologie des chemins de fuite au sein d'une éprouvette, qu'ils soient débouchants ou non, nous proposons plusieurs protocoles d'analyses basés sur des observations par micro-tomographie et par microscopie.

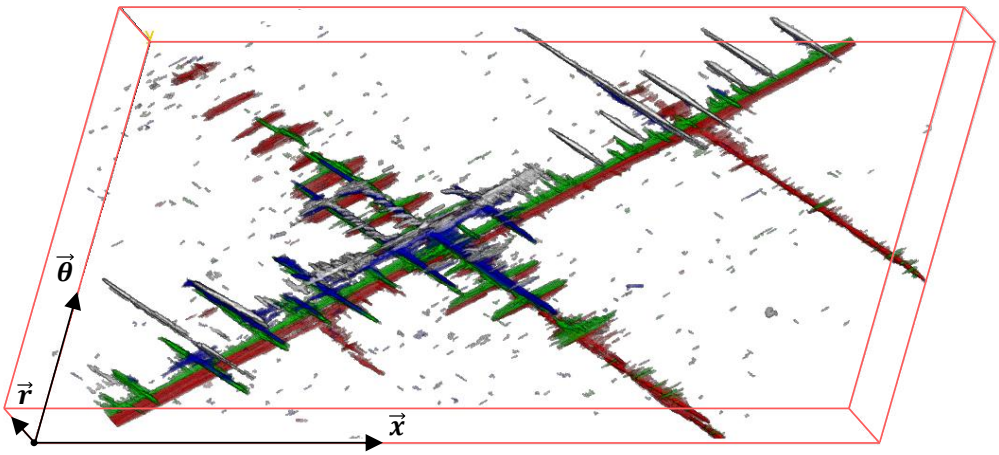
Observations micro-tomographiques Dans ce premier paragraphe, nous utiliserons la tomographie pour aller observer au cœur du matériau. La mise en place d'un montage complet sous pression dans un tomographe est difficile à mettre en œuvre. De fait, les éprouvettes doivent être démontées du montage, découpées puis scannées sans chargement dans le micro-tomographe. Comme décrit dans le chapitre 1, il est difficile d'observer un réseau de fissures fermées du fait de la résolution du micro-tomographe et du manque de contraste entre l'air et le matériau. Nous choisissons donc d'injecter un produit de contraste (de même composition que celui utilisé dans le chapitre 1) dans le tube. L'injection se fait après déchargement complet du tube. Le produit de contraste est alors déversé dans le tube par le raccord d'arrivée du gaz. L'introduction de 5 mL de produit de contraste est suffisante. Afin que le produit puisse circuler plus efficacement et plus rapidement dans le réseau de fissures, on applique une pression intermédiaire dans le montage. La figure 3.22 présente la localisation et la visualisation par tomographie d'une zone endommagée sur un second tube de stratification $[\pm 30]_3$. Cette zone d'étude est une partie d'un endommagement débouchant apparu à une déformation circonférentielle de 0,70 % à température ambiante et dont le débit de fuite a été mesuré et étudié sur la figure 3.16. On observe une zone d'environ 8-x-8 mm^2 avec une taille de voxel de 5 µm.



(a) Localisation et découpe de la zone endommagée débouchante.



(b) Visualisation du réseau de fissures dans le plan $X\theta$.



(c) Visualisation 3D du réseau de fissures.

FIGURE 3.22 – Localisation et visualisation d'un réseau de fissures issu d'un tube de stratification $[\pm 30]_3$ pressurisé à $\varepsilon_{\theta\theta} = 0{,}70$ %.

Sur les figures 3.22b et 3.22c, nous pouvons observer un réseau de fissures significativement développé. A la vue du débit de fuite important mesuré, c'est une observation attendue. Cependant, la morphologie du réseau est intéressante et nous permet de proposer un scénario d'endommagement. En effet, comme pour les observations du chapitre 1, nous pouvons noter que le réseau de fuite est constitué de fissures longues et courtes. A première vue, nous notons aussi que la zone de fuite présente un défaut lié au procédé AFP de type "gap". C'est le pli central à -30° qui est absent ce qui engendre une couche doublée à +30° au centre de la séquence d'empilement. Nous supposons que c'est à cet emplacement qu'une longue fissure s'est initiée du fait de la surépaisseur locale du pli et du chargement mécanique local plus important. Le pilotage en contrainte de l'essai a ensuite entrainé une propagation rapide et brutale de l'endommagement. Cela a entrainé l'apparition de fissures plus ou moins courtes dans les plis adjacents (-30° intérieur et -30° extérieur). Du fait de sa position en extérieur de stratification, l'épaisseur du pli à +30° extérieur peut être considérée comme doublée vis-à-vis du critère en énergie. De ce fait, on identifie une longue fissure au sein de ce pli qui laisse apparaitre une ligne de points de fuite débouchants et visibles sur la figure 3.22a. Cette dernière fissure est difficilement visible sur les figures proposées du fait du traitement d'images et de la géométrie courbe de l'éprouvette.

Ces observations nous permettent également de valider les mécanismes d'endommagement régissant la perte significative de perméabilité au cours du chargement. Ces images sont riches d'un point de vue qualitatif mais permettent également de remonter à une mesure quantitative. En effet, il est tout à fait possible de mesurer la densité de fissures surfacique ainsi que le nombre de connexions associées à ce réseau de fuite. Ces mesures quantitatives pourront compléter celles obtenues dans le chapitre 1 pour la mise en place du modèle mésoscopique.

Observations microscopiques Les observations micro-tomographiques nous permettent d'avoir une vision rapide et globale de l'endommagement d'une zone précise au sein du tube testé. Si la fissuration apparait dans une zone complexifiée par la présence de poches de résine, de défauts AFP ou encore de désalignements importants des fibres, la visualisation spatiale et l'analyse du réseau de fissures n'est pas toujours évidente, notamment lorsque l'on souhaite valider des connexions entre fissures transverses. Un complément riche en informations peut être apporté par des observations microscopiques. Le fait d'avoir une vision directe de la microstructure permet de confirmer ou réorienter les observations 3D du réseau de fissures. Elles semblent indispensables dans certains cas où la microstructure n'est pas régulière.

Cependant la destruction de l'éprouvette est nécessaire pour effectuer des coupes microscopiques qui visent à reconstituer le ou les points de connexion entre plis, menant à la fuite et à l'augmentation de la perméabilité. Après la découpe et l'enrobage de la zone à étudier, des polissages successifs sont réalisés. Leur nombre dépend de la finesse de reconstruction souhaitée. Afin d'illustrer ce protocole ainsi que la richesse des informations auxquelles il permet d'accéder, nous proposons ci-dessous plusieurs coupes microscopiques d'un point de fuite identifié sur un tube de l'étude de stratification $[\pm 45]_3$ (figure 3.23). Le point de fuite étudié résulte d'une mise sous pression du tube à 26 bar à 20 °C. Cela équivaut à une déformation circonférentielle du stratifié de 2,7 %. A ce niveau de sollicitation, les observations de [Laeuffer, 2017] montraient que le mécanisme de fissuration transverse n'était pas présent dans le composite. Cependant, la perte de raideur était déjà significative. Il est donc d'autant plus intéressant d'étudier ce point de fuite.

Une mesure de débit de fuite a été réalisée à l'aide d'un tube à essai et permet d'avoir un ordre d'idée du débit associé à ce type de réseau. Lorsque le chargement est très faible ($\varepsilon_{\theta\theta}$ = 0,05 %), le débit de fuite est d'environ 9.10^{-3} Pa.m^3.s^{-1}. Avec un chargement proche du chargement maximal appliqué, l'ouverture du réseau et l'augmentation de la pression induisent un débit de fuite de $1{,}7.10^{-1}$ Pa.m^3.s^{-1} ($\varepsilon_{\theta\theta}$ = 2,5 %).

La première découpe (x0 = 0 mm) nous permet de valider le fait que le réseau de fissures est isolé. C'est à dire qu'il n'est pas connecté avec un bord ou avec un autre point de fuite. Après plusieurs polissages on identifie les premières fissures du réseau à une profondeur x1 = 5,50 mm. On observe aussi l'apparition d'une zone complexe d'un point de vue microstructure où deux défauts liés au procédé AFP sont présents. Les plans x3 à x6 permettent de confirmer le point de connexion menant à la fuite. La connexion se fait dans une zone dite fragile dans laquelle seuls quatre plis sur six ont besoin d'être fissurés pour que le point de fuite débouche et que la perméabilité de la paroi soit fortement impactée. Une constatation intéressante est que le réseau se connecte en un point, ce qui le rend relativement simple d'un point de vue morphologique. La longueur du chemin de fuite est donc la plus courte possible. Le débit de fuite associé à ce point de fuite pourrait donc être principalement décrit à partir de l'ouverture des fissures au cours du chargement. Cette observation était déjà mise en avant dans le paragraphe 3.6.3. En effet, nous avions constaté que le débit de fuite associé à un endommagement débouchant sous forme de point de fuite pouvait être régi principalement par un écoulement laminaire de Poiseuille.

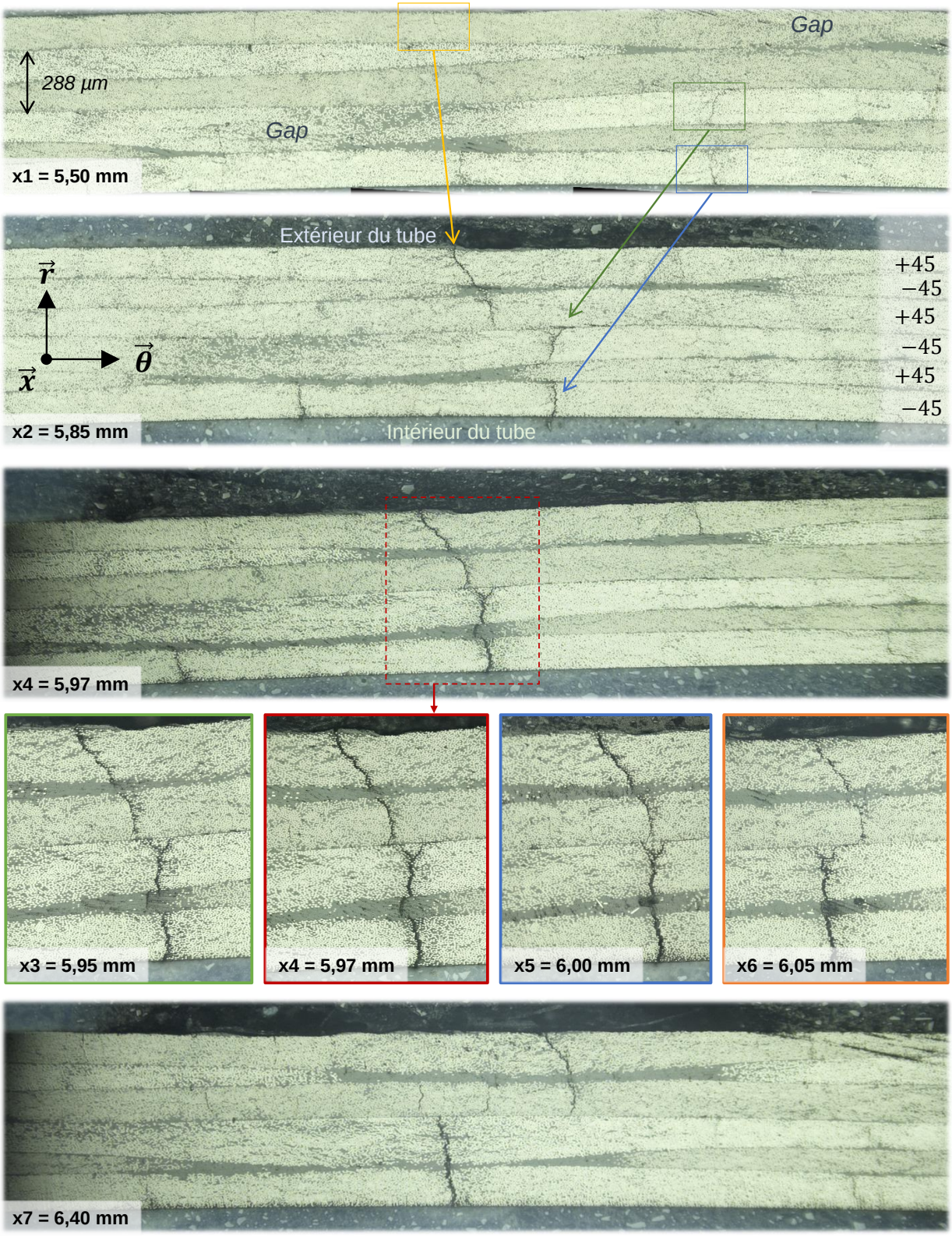


FIGURE 3.23 – Observations microscopiques d'un réseau de fissures par polissages successifs dans la direction axiale de l'éprouvette tubulaire.

3.8.2 Essai avec effet de fond

3.8.2.1 Présentation de l'essai réalisé

Un tube de stratification $[\pm 60/90]_S$ a été testé à une température de -100 °C. Pour rappel, les stratifications avec effet de fond ont été choisies pour valider les observations de micro-tomographie du chapitre 1 sur une éprouvette sans effet de bord. Les tubes sont découpés et la stratification vérifiée de la même manière que pour les tubes sans effet de fond. Une microscopie de la stratification est proposée sur la figure 3.24. Les opérations de montage des talons et de contre perçage du tube composite sont présentées dans l'annexe A.5. L'assemblage du joint et du tube d'essai sur les flasques est décrit dans l'annexe A.4. Le montage est ensuite instrumenté et placé dans l'enceinte cryogénique (figure 3.25).

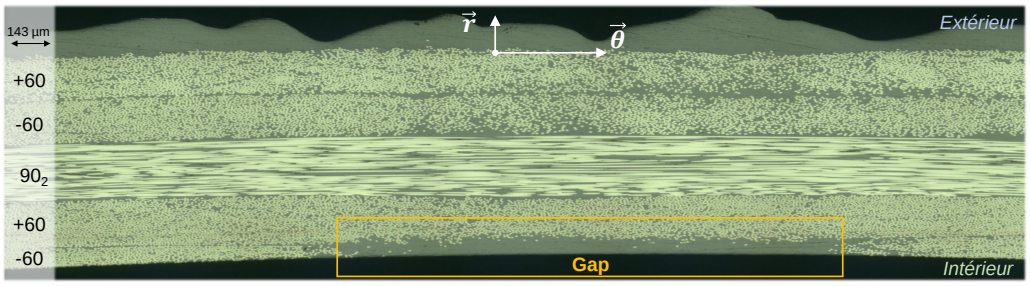


FIGURE 3.24 – Micrographie de la coupe axiale d'un tube de stratification $[\pm 60/90]_S$ avant chargement.

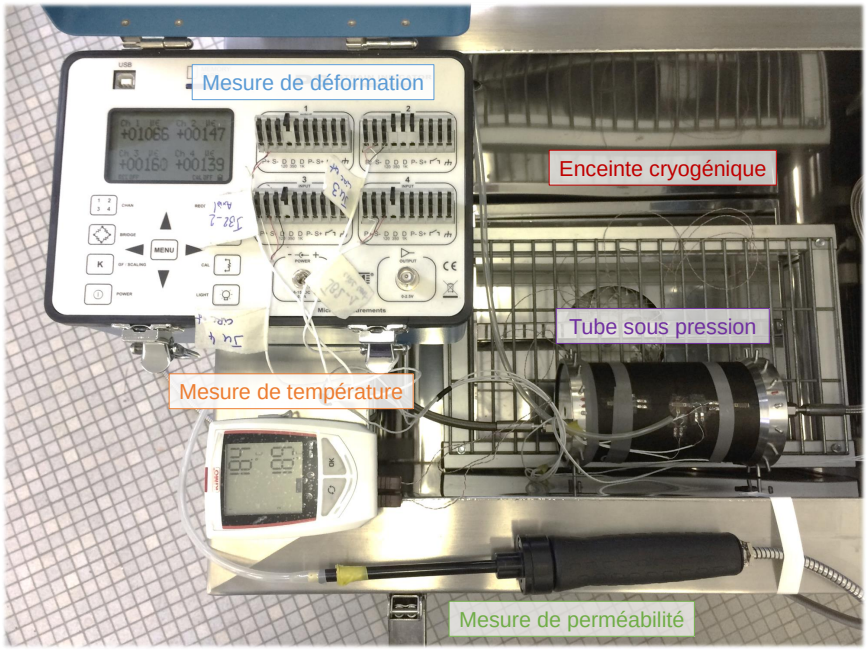


FIGURE 3.25 – Mise en place de l'essai de mesure de perméabilité à l'aide du montage avec l'effet des fonds (AEF).

3.8.2.2 Évolution de la perméabilité en fonction du chargement

La figure 3.26 décrit l'évolution de la perméabilité en fonction du chargement des tubes testés avec l'effet des fonds. La perméabilité est définie à partir des conditions de l'essai et de l'expression 3.5.

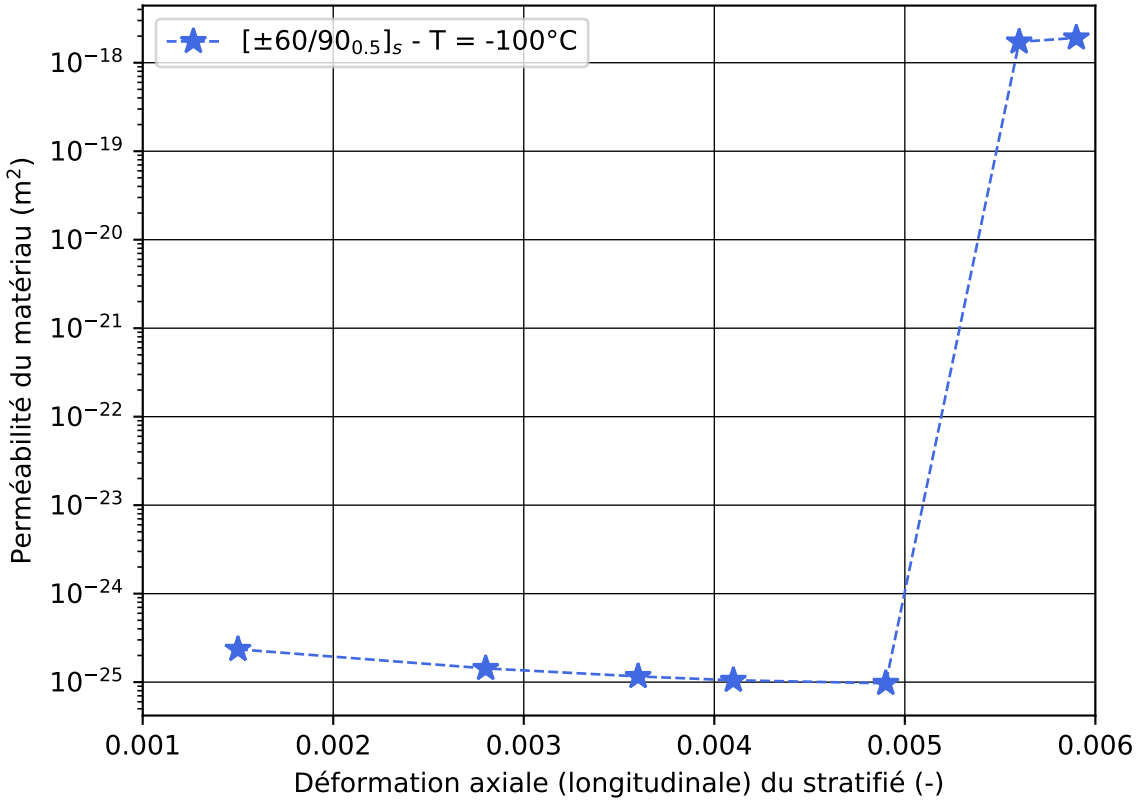


FIGURE 3.26 – Évolution de la perméabilité d'éprouvettes tubulaires sous sollicitation biaxiale proportionnelle.

Nous pouvons noter trois phases sur nos essais. Une première au cours de laquelle la perméabilité n'est pas détectable par le système de mesure mis en place au cours de la manipulation. Le débit de fuite à travers la paroi composite n'est pas suffisamment important pour que le spectromètre le détecte. Un temps d'accumulation plus long associé à une poche d'accumulation sous vide par exemple pourrait permettre d'affiner cette analyse. On peut supposer que s'il y a des endommagements dans cette première phase, ils ne sont pas présents dans tous les plis et ils ne forment pas un réseau de fuite. La seconde phase démarre pour une déformation axiale comprise entre 0,49 % et 0,56 %. Elle se traduit par l'apparition d'endommagements débouchant sur l'extérieur du tube (figure 3.27). A ce stade, il est intéressant de noter que le pli à 90° atteint la déformation transverse à rupture quantifiée dans le chapitre 1.

Nous pouvons donc supposer que les plis centraux se sont fissurés et ont engendré des réseaux de fissures débouchants. Ensuite, la perméabilité augmente légèrement avec la pression mais aucun autre point de fuite n'est identifié jusqu'à la rupture du tube à $\varepsilon_{xx} = 0{,}60$ % (43 bar). Cette dernière augmentation de perméabilité semble donc résulter de l'ouverture plus importante du réseau de fissures et à un différentiel de pression plus important.

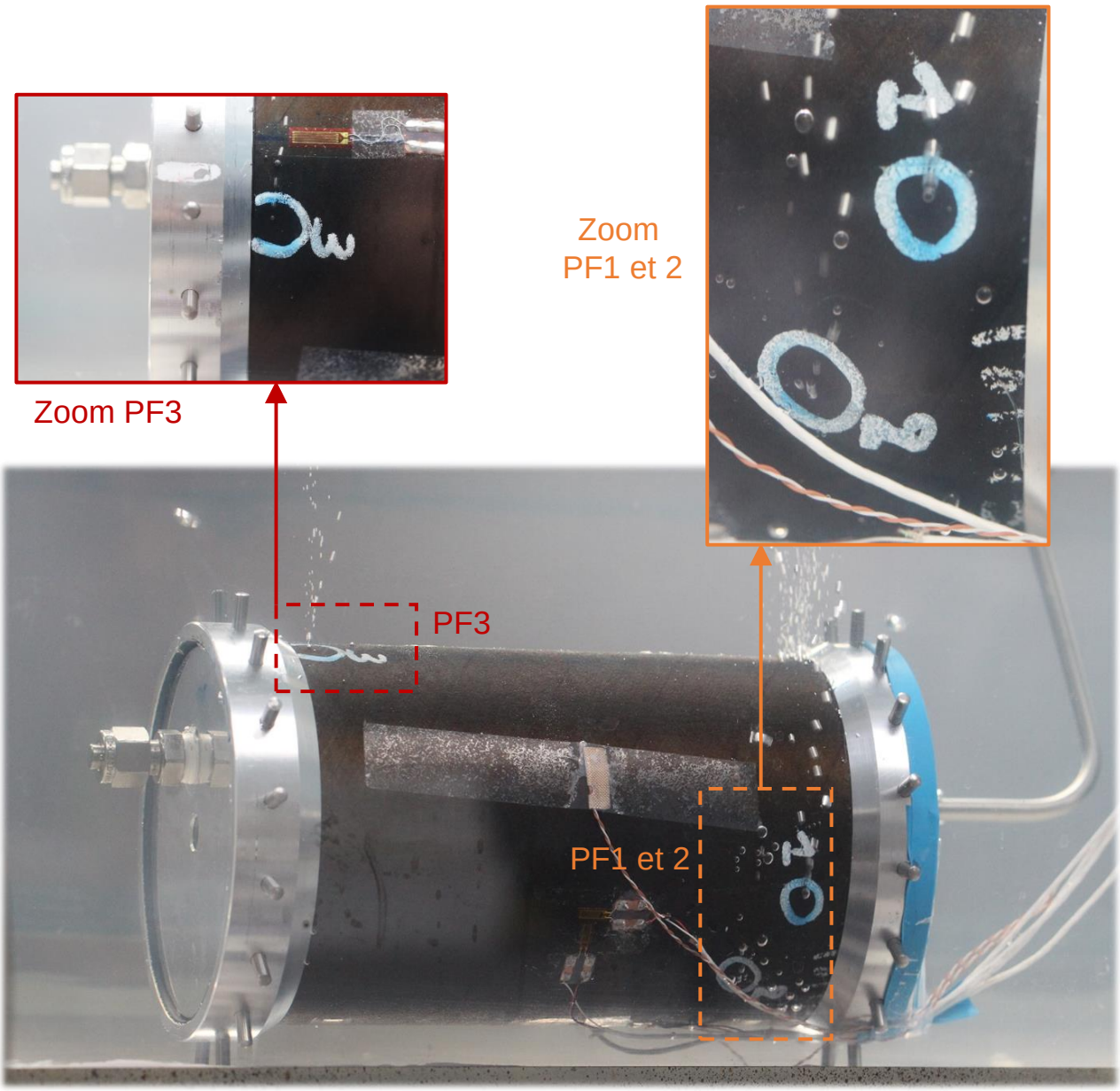
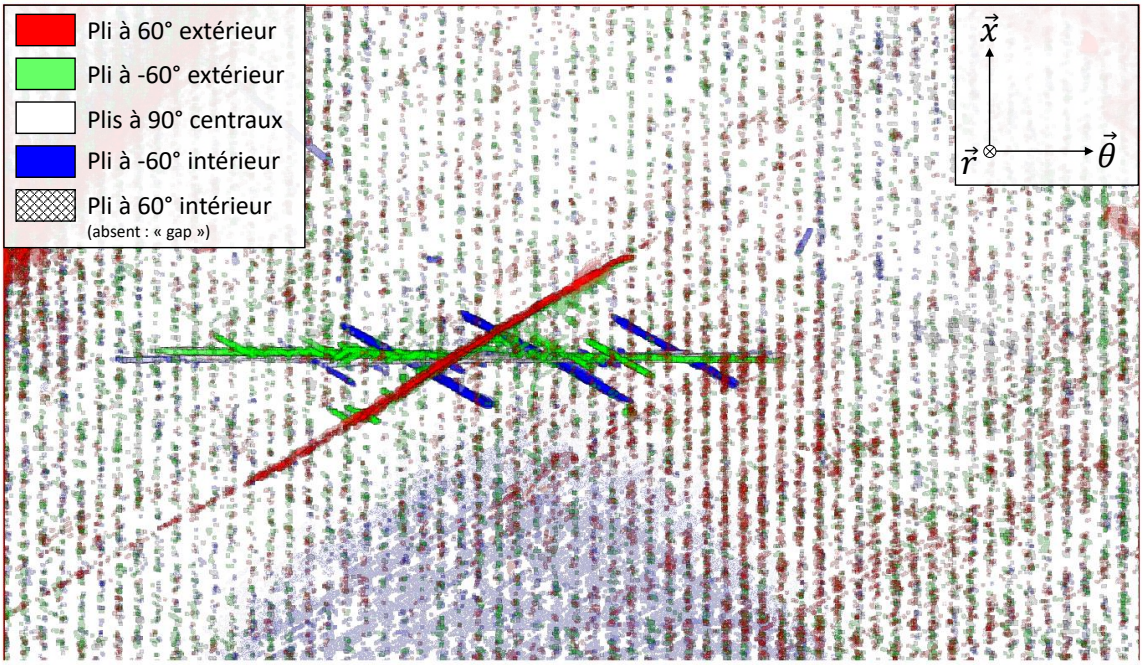


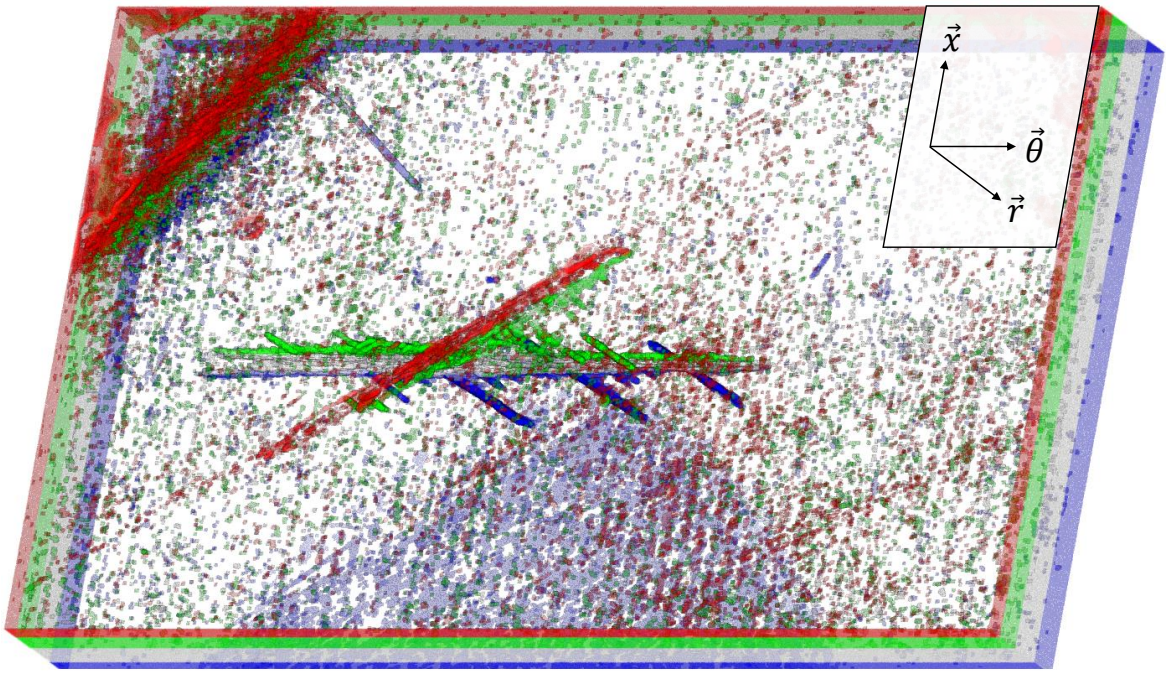
FIGURE 3.27 – Localisation et analyse des endommagements débouchants du tube sollicité avec effet de fond à -100 °C.

3.8.2.3 Morphologie d'un chemin de fuite

Observations micro-tomographiques Dans la même optique que pour les essais sans l'effet des fonds, nous avons observé la morphologie des points de fuite résultant de l'essai biaxial avec effet de fond testé à -100 °C sur la stratification $[\pm 60/90]_S$. Le tube analysé ayant été mené à rupture lors de l'essai, nous ne pouvions pas injecter de l'agent de contraste en utilisant la pression pour mieux le faire pénétrer dans le réseau. Ainsi, les zones d'intérêts sont découpées et immergées dans la solution révélatrice pendant 48 heures. Les capacités du tomographe utilisé nous permettent de scanner une zone d'environ 8-x-8 mm^2 avec une taille de voxel d'environ 5 µm. Les figures 3.28a et 3.28b présentent le réseau de fissures à l'origine du point de fuite numéro 2 de la figure 3.27. D'après ces images, on constate que le réseau est totalement isolé du reste des endommagements débouchants et des bords. Cela nous permet d'écarter le fait que le point de fuite numéro 2 se soit initié à partir du point de fuite numéro 1. A partir de là, il est possible de remonter à un scénario d'endommagement. La couche centrale à 90° est doublée donc plus épaisse et c'est elle qui est la plus sollicitée dans la direction transverse avec une déformation proche de 0,56 % au moment de l'apparition de la fuite. De fait, une fissure relativement longue apparait. A la vue du scan de micro-tomographie, cette fissure est finie et ne s'est pas propagée sur toute la circonférence du tube. Cela appuie nos observations du chapitre 1 dans le fait que les fissures transverses ne traversent pas forcément la couche complète dans la direction des fibres. L'apparition de cette fissure engendre de petites fissures sur les plis adjacents à -60°. Par la suite, la couche extérieure à 60° se fissure sur une longueur plus grande. Ce qui est intéressant, c'est que la fissure extérieure est longue mais que la fuite n'est visible qu'en un point. Une seule connexion semble donc s'être créée et le gaz sort par le chemin le plus court. Le réseau semble s'être créé dans une zone de "gap" puisque l'on n'observe pas de fissures dans le pli à 60° intérieur, alors qu'un endommagement débouchant est relevé. Les observations microscopiques présentées par la suite permettent de valider cette hypothèse.



(a) Vue dans le plan $X\theta$.



(b) Vue 3D du réseau.

FIGURE 3.28 – Observation par tomographie d'un point de fuite (PF2 figure 3.27) relevé sur un tube de stratification $[\pm 60/90]_S$ sollicité biaxialement par une pression interne de 4,25 MPa à une température de -100 °C.

Observations microscopiques Nous avons découpé l'échantillon en suivant un plan particulier entre les deux points de fuite 1 et 2. La figure 3.29 présente la coupe réalisée (A-A) et la direction d'observation. Un premier polissage nous permet de valider la non connexion du réseau avec le point de fuite 1 ou les bords de l'éprouvette. Après la réalisation de plusieurs polissages dans la direction des plans de polissage indiquée sur la figure 3.29, les fissures "longues" apparaissent à 8,85 mm du plan de découpe. On y retrouve la fissure du pli à 60° extérieur (rouge sur la figure 3.28b) et la fissure dans la couche double centrale à 90° (en vert/blanc). Sur la tomographie, on ne visualisait pas de fissure dans le premier pli intérieur. La microscopie répond à cette interrogation puisqu'il se trouve que le point de fuite s'est créé dans une zone où un défaut AFP de type "gap" est présent. Le pli intérieur ne fait donc pas partie du réseau de fissures. On remarque aussi que la connexion passe par un second défaut dans lequel la matière s'est réorganisée pendant la cuisson. Cette zone se traduit par un taux volumique de fibres très faible voire nul localement. C'est un second passage privilégié pour le réseau.

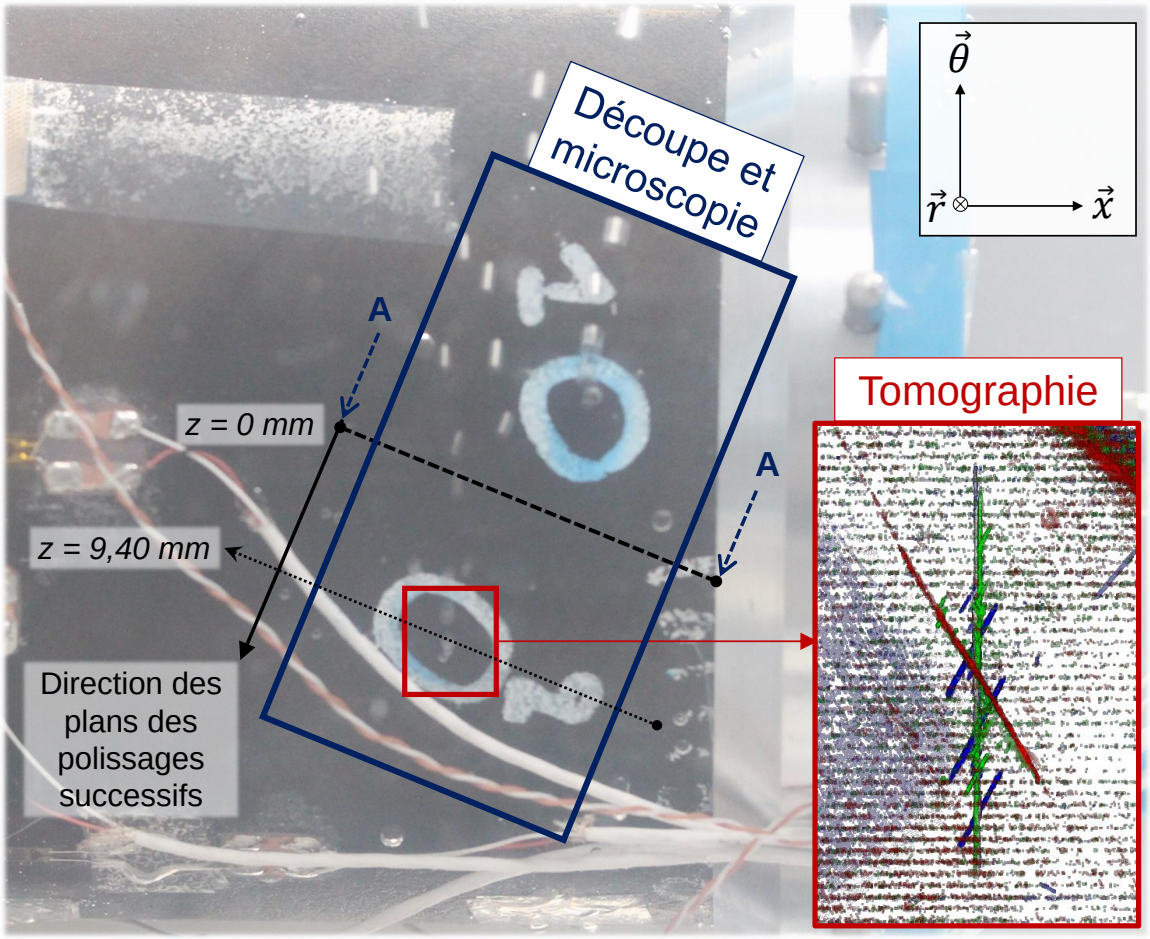


FIGURE 3.29 – Localisation de l'endommagement, orientation et direction des plans d'observations pour l'analyse microscopique du point de fuite numéro 2 identifié sur le tube de stratification $[\pm 60/90]_S$ testé à -100 °C.

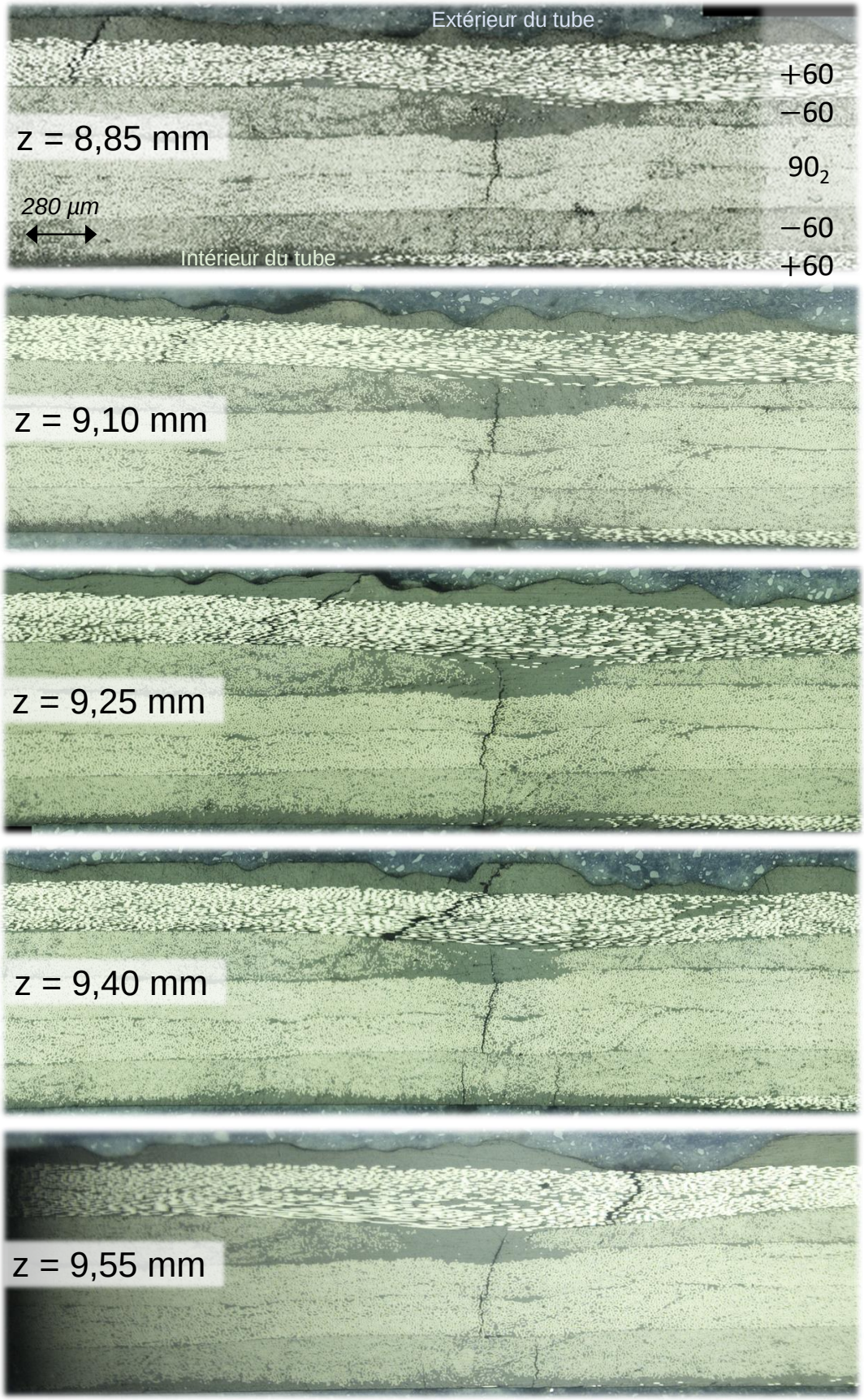


FIGURE 3.30 – Observations microscopiques du réseau de fissures identifié figure 3.29 et obtenu sous sollicitation biaxiale à -100 °C (tomographie en figure 3.28a et 3.28b).

3.9 Synthèse sur la mesure de perméabilité d'un composite stratifié sur éprouvette tubulaire

Dans ce chapitre, nous proposons dans un premier temps une synthèse des notions de perméabilité employées. Un état de l'art des moyens de mesure de la perméabilité et des essais thermomécaniques développés dans la littérature est également proposé. Il permet de cibler les verrous scientifiques et technologiques liés aux mesures de perméabilité sur composite stratifié sous charge. De nombreux moyens de mesures de perméabilité sont proposés. Le choix dépend alors de la précision et du temps de mesure souhaités. Aussi, nous pouvons noter que de nombreux essais plus ou moins originaux et complexes sont développés pour couvrir un grand nombre de cas de chargements thermique (cyclage, immersion) et mécanique (uniaxial, multi-axial). Le plus souvent les sollicitations mécaniques sont découplées des sollicitations thermiques. Or, à la vue de l'application industrielle, il est impératif de pouvoir effectuer des chargements thermomécaniques multi-axiaux. Les verrous technologiques se trouvent également dans la maîtrise du chargement et notamment l'homogénéité du chargement (température et déformation) dans la zone de mesure. En ce sens, nous avons proposé dans ce chapitre une stratégie complète pour la réalisation de mesures de perméabilité sur un composite stratifié sous sollicitation uniaxiale ou biaxiale en environnement de température cryogénique contrôlé.

La stratégie repose sur le développement de montages permettant de solliciter thermomécaniquement des éprouvettes tubulaires en composite stratifié. Ces éprouvettes sont fabriquées par placement automatisé de fibres. A partir de la théorie des stratifiés et des caractéristiques obtenues dans le chapitre 1, nous avons pu identifier le comportement de nos stratifiés et les niveaux de sollicitation à atteindre pour répondre aux objectifs prévus pour chaque stratification. Un cahier des charges a ensuite pu être édité.

Nous proposons ensuite deux types de montages permettant de mettre sous pression des tubes en intégrant ou non l'effet de fond. Aussi, le choix des solutions techniques et leur dimensionnement sont présentés. Le chargement thermique est généré par une enceinte cryogénique pouvant atteindre -180 °C. La pression interne au tube génère le chargement mécanique uniaxial ou biaxial en fonction du type de montage utilisé. Enfin, plusieurs techniques complémentaires de mesure de la perméabilité sont présentées. Elles permettent de réaliser des mesures qualitatives ou quantitatives globales sur toute la paroi de l'éprouvette ou locales sur un point de fuite débouchant sur l'extérieur. La validation des montages et des techniques de mesure au cours de différents essais ont permis la mise en place d'un protocole de mesure. En nous appuyant sur ce protocole, nous avons réalisé des essais uniaxiaux et biaxiaux sur les tubes composites. Les essais uniaxiaux ont servi à valider plusieurs aspects. Tout d'abord, à l'aide de la théorie des stratifiés et des données expérimentales du chapitre 1, nous avons pu valider que le chargement thermomécanique appliqué aux tubes était cohérent avec un chargement plan.

Aussi, à partir des essais sur les stratifications $[\pm 30]_3$, nous avons pu confronter les résultats aux niveaux de fissuration identifiés dans le chapitre 1. Il ressort que cette confrontation n'est pas aussi directe que supposée. En effet, les niveaux d'endommagement relevés sur les tubes sont inférieurs à ceux identifiés dans le chapitre 1. Cela peut être imputé à la présence de cisaillement dans les plis à cause de la stratification mais également à la présence plus importante de défauts AFP sur les éprouvettes tubulaires. Malgré cela, nous pouvons noter que le décalage de niveau d'endommagement du pli entre l'ambiante et -160 °C sur les essais sur tube est cohérent avec le décalage de seuil de fissuration identifié sur les éprouvettes rectangulaires dans le chapitre 1. Les essais sur stratification $[\pm 45]_3$ n'ont pas pu être menés à rupture à cause de l'expulsion précoce du joint d'étanchéité. Cependant, des niveaux de déformation suffisants, par rapport aux niveaux visés pour l'application, ont été atteints. En effet, pour les niveaux de sollicitation obtenus, il est possible d'appuyer le fait que le cisaillement a peu d'impact sur le mécanisme de fissuration transverse puisqu'aucun réseau débouchant de fissures n'a été observé.

L'essai sur le montage avec effet de fond a permis d'étudier une stratification complexe sollicitée biaxialement à très basse température. Il ressort principalement que la perméabilité du stratifié n'est pas significativement atteinte avant l'apparition d'endommagement débouchant. Dès lors que l'endommagement survient, la perméabilité du matériau est fortement atteinte. Le seuil d'endommagement relevé est cohérent avec les seuils identifiés dans le chapitre 1. D'un point de vue ingénierie, cet essai a permis de valider le concept et le dimensionnement du montage sur l'intervalle de chargement appliqué.

Globalement, les essais sur tubes ont permis de mettre en évidence que la perméabilité d'un composite stratifié est faiblement impactée avant l'apparition d'endommagement débouchant se traduisant par des points ou des lignes de fuite sur le matériau.

Enfin, des protocoles d'observations et d'analyses des endommagements débouchants relevés sur les tubes ont permis de visualiser la morphologie de ces réseaux de fuite. Ces réseaux de fuite sont constitués de fissures transverses connectées. La visualisation de scans par tomographie a permis d'identifier des fissures longues et courtes. A partir des stratifications et de ces observations, il est possible de remonter à un scénario d'endommagement possible. Les observations microscopiques permettent d'analyser plus finement la microstructure autour du point de fuite ainsi que la connectivité des fissures transverses. Ces analyses appuient la pertinence de l'existence d'essais expérimentaux et virtuels tels que ceux présentés dans les chapitres 1 et 2 dans une démarche de première identification des seuils et des scénarios d'endommagement d'une stratification.

D'un point de vue du procédé, nous pouvons noter que les endommagements débouchants relevés apparaissent principalement dans des zones affectées par un défaut AFP. L'amorçage de la fissuration ne semble pas forcément affecté par ces défauts. Cependant, nous mettons en évidence le fait que les espaces entre les mèches de fibres facilitent la percolation du réseau vers l'extérieur de la structure.

Chapitre 4

Méso-modèle de prédiction des chemins de fuite

Les deux premiers chapitres ont permis de qualifier et quantifier les mécanismes et scénarios d'endommagement d'un composite stratifié de l'ambiante aux très basses températures. Les montages et protocoles proposés dans le chapitre précédent permettent de solliciter une éprouvette semi-technologique dans des conditions similaires à celles de la structure réelle. Grâce à ces travaux, il est possible de lier expérimentalement la perméabilité de l'éprouvette à son état de chargement. Ces outils expérimentaux et numériques vont permettre de construire et valider un modèle mésoscopique utilisable en bureau d'étude. Cet outil est un modèle de prédiction de la densité de chemins de fuite en fonction du chargement appliqué à la structure. Ce chapitre présente une stratégie de modélisation à l'échelle mésoscopique basée sur une analogie entre la mécanique de l'endommagement et la mécanique de la rupture. A l'aide de critères en énergie et en contrainte, les cinétiques d'endommagement de chaque pli peuvent être obtenues. L'introduction de lois phénoménologiques permet ensuite d'obtenir une densité de chemins de fuite pour une histoire de chargement thermomécanique donnée.

Table des matières du chapitre 4

4.1 État de l'art sur les méso-modèles pour la prédiction de la fissuration et des débits de fuite dans les composites stratifiés 157
4.1.1 Modélisation de l'endommagement 157
4.1.1.1 Approches mono-échelle du type "méso-modèle" d'endommagement 158
4.1.1.2 Approches multi-échelles 159
4.1.1.3 Effet des interactions entre plis endommagés adjacents 159
4.1.2 Prédiction des chemins de fuite et du débit de fuite 160
4.2 Bilan de l'état de l'art et stratégie de modélisation retenue . 161
4.3 Présentation du modèle d'endommagement à l'échelle mésoscopique 163
4.3.1 Thermomécanique des stratifiés minces sollicités en membrane . 163
4.3.2 Prise en compte des effets de l'endommagement 163
4.3.3 Lois d'évolution du modèle 165
4.3.3.1 Critère énergétique 165
4.3.3.2 Critère en résistance 167
4.3.4 Prise en compte de la mixité des modes de sollicitation 170
4.3.5 Présentation et implémentation de la distribution aléatoire . . . 171
4.3.6 Introduction des phénomènes d'interaction entre les plis endommagés 172
4.3.7 Prédiction des croisements aux interfaces entre plis 174
4.4 Structuration et implémentation du modèle 175
4.5 Validation du modèle sur une cellule sans interaction entre plis 177
4.6 Réponse du modèle sur une cellule avec interaction entre plis endommagés 179
4.7 Phénoménologie des croisements aux interfaces des plis endommagés 180
4.8 Confrontation du modèle à un essai représentatif 182
4.9 Bilan sur le méso-modèle de prédiction des chemins de fuite 183

4.1 État de l'art sur les méso-modèles pour la prédiction de la fissuration et des débits de fuite dans les composites stratifiés

4.1.1 Modélisation de l'endommagement

Dans le but de prédire le comportement mécanique et la perméabilité des composites stratifiés, il est nécessaire de modéliser l'apparition des endommagements tels que la fissuration transverse et le microdélaminage. Les dégradations d'un matériau peuvent être prédites par deux théories majeures qui sont la mécanique de la rupture et la mécanique de l'endommagement [Lemaitre et al., 2009].

La mécanique de la rupture repose sur la détermination de l'accroissement d'une fissure d'une aire infinitésimale en s'appuyant sur le critère de Griffith qui est en fait le bilan des énergies mises en jeu lors de ce processus. Ce bilan consiste à comparer la valeur de l'énergie élastique libérée lors de la fissuration de la structure en comparaison de l'énergie nécessaire à la création de la nouvelle surface fissurée. L'énergie nécessaire à la création d'une fissure est proportionnelle à la surface libre créée et caractérisée par le taux de restitution d'énergie critique qui est une grandeur caractéristique du matériau. La mécanique de la rupture est limitée à la propagation infinitésimale d'une fissure préexistante. [Hashin, 1996] propose d'étendre cette approche à la création instantanée de fissures de longueur finie. Il définit que le taux de restitution d'énergie de fissures de longueur finie (qui sont en fait des fissures transverses) peut être utilisé pour appliquer le critère de Griffith. Il montre aussi que le taux de restitution d'énergie critique est limité par un critère en résistance. Cette approche est dénommée mécanique de la rupture incrémentale (Finite Fracture Mechanics). Ce cadre permet à [Leguillon, 2002] de proposer un double critère en énergie et en résistance pour décrire l'amorçage et la propagation d'une fissure sur une longueur finie.

Ainsi, dans cette théorie le critère de rupture en résistance doit être vérifié sur tout le trajet de la fissure avant sa création. En deux dimensions, les deux inconnues que constitue le niveau de charge provoquant la propagation de la fissure ainsi que la longueur de propagation sont déterminées à partir des deux équations fournies par les critères en résistance et en énergie [Weißgraeber et al., 2016]. Cette théorie a été appliquée pour des matériaux composites présentant différents mécanismes d'endommagement couplés ou en interaction [Doitrand, 2016].

Dans un autre type d'approche, la mécanique de l'endommagement consiste à décrire l'effet des dégradations à l'échelle microscopique en considérant que le volume est continu à l'échelle mésoscopique (échelle du volume élémentaire représentatif) [Lemaitre et al., 2009].

On représente alors l'état d'endommagement du matériau par une ou plusieurs variables d'endommagement. Ces variables modifient généralement les propriétés élastiques initiales du matériau (perte de raideur ou accroissement de souplesse) [Ladeveze and LeDantec, 1992, Matzenmiller et al., 1995, Maire and Chaboche, 1997]. Les variables d'endommagement sont des variables d'état dont les lois d'évolution sont construites à partir de forces thermodynamiques associées, conformément à la thermodynamique des processus irréversibles ou à partir de critères de rupture.

La mise en œuvre numérique de la mécanique de la rupture passe par une description explicite de l'endommagement selon l'ensemble des scénarios de fissuration afin d'évaluer les énergies restituées. Ceci conduit souvent à des temps de calcul conséquents et souvent prohibitifs à l'échelle de la structure pour autant que le ou les scénarios de fissuration aient été paramétrés. Si la taille des endommagements demeure à une échelle basse et que leur distribution permet de définir un volume élémentaire représentatif, une homogénéisation est possible afin de rentrer dans le cadre de la mécanique de l'endommagement. Les temps de calcul sont alors fortement réduits. Si le modèle d'endommagement est construit à une seule échelle, généralement l'échelle mésoscopique, le lien entre la morphologie des endommagements et les variables d'endommagement est perdu. Par ailleurs, si la taille caractéristique des endommagements est proche de l'échelle de modélisation, la question de la séparation des échelles se pose ce qui peut engendrer une mauvaise représentation des interactions entre mécanismes d'endommagement ou la non-périodicité du milieu.

De fait, plusieurs approches découlant de l'une ou l'autre de ces théories ont été développées pour prédire l'endommagement dans le cas particulier des composites stratifiés.

4.1.1.1 Approches mono-échelle du type "méso-modèle" d'endommagement

Les méso-modèles d'endommagement sont une application de la mécanique de l'endommagement continu aux composites stratifiés. On ne représente pas l'endommagement explicitement mais à travers une dégradation des propriétés élastiques. Le matériau est décrit par une succession de couches au comportement orthotrope. La théorie des stratifiés permet de connaitre le chargement à l'échelle de chaque pli et de calculer l'évolution des variables d'endommagement en fonction du modèle considéré. Dans le premier méso-modèle proposé [Ladevèze, 1992], deux types de couches sont considérés : le pli qui comporte les variables d'endommagement intra-laminaires [Ladeveze and LeDantec, 1992] et l'interface entre plis qui comporte les variables d'endommagement inter-laminaires [Allix and Ladevèze, 1992]. Généralement, les variables d'endommagement intègrent de manière globale les dégradations microscopiques (décohésion fibre matrice) et mésoscopiques (fissures transverses). Dans ce type de modèle, la notion de contrainte effective permet d'intégrer les déformations résiduelles liées aux dégradations ou au comportement des constituants [Huchette, 2005, Laurin et al., 2013].

Cette approche a été étendue pour la prédiction de l'endommagement en fatigue [Hochard and Thollon, 2010, Caous et al., 2017] et à l'endommagement par matage [Le Goff et al., 2017]. Comme précisément avant, ce type de modèle pose la question de la taille des mécanismes d'endommagement au vu du volume élémentaire représentatif. Pour assurer sa validité, il est donc nécessaire de considérer un volume du matériau (longueur ou surface de pli) suffisamment important pour contenir un grand nombre de fissures transverses. Malgré tout, cette approche ne permet pas de représenter correctement l'interaction entre les endommagements des plis et interfaces adjacents.

4.1.1.2 Approches multi-échelles

Dans ce type d'approche, l'idée est de modéliser explicitement les mécanismes d'endommagement à l'échelle adaptée et d'obtenir, par homogénéisation, des grandeurs moyennées pour travailler aux échelles supérieures. Les approches multi-échelles pour les composites stratifiés permettent de décrire séparément les dégradations microscopiques et mésoscopiques. Pour un modèle micro/méso comme celui développé par [Lubineau, 2010], les dégradations microscopiques sont prédites par la mécanique de l'endommagement tandis que les endommagements mésoscopiques (fissures tranverses et microdélaminages) sont décrits explicitement dans une cellule élémentaire périodique. La réalisation de calculs en élasticité linéaire sur un grand nombre de configurations pré-établies permet d'identifier les effets de l'endommagement mésoscopique sur les propriétés élastiques homogénéisées du pli [Huchette, 2005]. Ce type d'approche peut permettre de définir des lois d'évolution basées sur la mécanique de la rupture à partir de l'expression des tenseurs d'élasticité en fonction des densités d'endommagement [Laeuffer, 2017]. Toutefois, si la cellule élémentaire ne comporte qu'un seul pli endommagé, les effets d'interaction entre plis ne sont pas pris en compte.

4.1.1.3 Effet des interactions entre plis endommagés adjacents

La littérature [Yokozeki et al., 2006, Kumazawa and Whitcomb, 2008, Laeuffer et al., 2017] ainsi que les essais expérimentaux et virtuels des chapitres 1, 2 et 3 mettent en évidence les effets d'interaction entre les plis endommagés d'un même stratifié. En effet, on observe clairement des fissures courtes qui apparaissent simultanément le long de grandes fissures créées dans un pli adjacent. La fissuration d'un pli abaisse donc le seuil d'endommagement des plis adjacents. Avec une modélisation explicite de l'endommagement, comme dans le chapitre 2, les phénomènes d'interaction peuvent être pris en compte [Grogan et al., 2015a]. Concernant la mécanique de l'endommagement, comme évoqué précédemment, les endommagements étant représentés par une perte de raideur moyenne du pli, les interactions ne peuvent pas être prises en compte dès lors que les dégradations atteignent des dimensions voisines de celles du volume élémentaire représentatif.

Seule l'interaction globale induite par la redistribution des contraintes générée par les pertes de raideur homogénéisées est prise en compte.

Pour palier à cette limite, [Charrier et al., 2011] proposent d'introduire l'effet de l'endommagement intra-laminaire sur l'endommagement inter-laminaire en réduisant de manière phénoménologique par une loi linéaire la résistance inter-laminaire dans le critère qui pilote l'évolution de l'endommagement inter-laminaire. La loi d'endommagement prend alors un caractère non-local. Dans ces travaux le modèle est confronté avec succès à des essais de flexion 4 points sur cornière, mais l'identification de la loi phénoménologique n'est pas présentée et son intérêt n'est pas discuté.

Les approches multi-échelles vont permettre de prendre en compte les interactions entre mécanismes à l'intérieur de la cellule élémentaire (entre fissure transverse et micro-délaminage ou endommagement diffus microscopique et fissure transverse par exemple), mais uniquement dans la ou les configurations sélectionnées pour la cellule élémentaire.

Ainsi, il serait nécessaire d'introduire plusieurs plis dans la cellule qui devient forcément 3D et de paramétrer les différents scénarios d'endommagement possibles avant de réaliser la série de calculs linéaires. Cette approche, bien que séduisante, requiert une mise en place technique et des temps de calcul gigantesques.

4.1.2 Prédiction des chemins de fuite et du débit de fuite

Plusieurs approches sont abordées pour la prédiction de la perméabilité en fonction de l'endommagement dans un composite stratifié. Une première approche largement utilisée consiste à identifier une section de croisement entre les fissures en 2D. La section de passage du fluide à travers le stratifié est alors représentée par l'ouverture des fissures et l'angle d'intersection entre les fissures. Il est ensuite nécessaire d'identifier un coefficient de conductance hydraulique à partir des essais expérimentaux de fissuration et de mesure de perméabilité. Cette approche a été utilisée par [Kumazawa et al., 2003] qui prenaient en compte uniquement les taux de fissuration des plis. [Roy et al., 2004] ont étendu cette approche en ajoutant l'effet du micro-délaminage dans l'identification du coefficient de conductance. [Yokozeki et al., 2005b] prennent en compte l'effet de l'angle entre les plis sur la morphologie du croisement entre les plis endommagés. Ce type de modèle permet d'avoir des résultats cohérents vis à vis des essais expérimentaux.

Dans un autre type d'approche, [Peddiraju et al., 2007] et [Kumazawa and Whitcomb, 2008] proposent des modélisations explicites de l'écoulement d'un fluide à travers un réseau de fissures. Malgré une certaine proximité avec la physique réelle, ces approches restent lourdes à mettre en œuvre et manquent de confrontation avec des résultats expérimentaux.

Les modèles précédents permettent de prédire la perméabilité d'un composite stratifié endommagé. [Malenfant, 2012] propose un modèle d'écoulement à travers un matériau sain (non fissuré) combiné à un modèle d'écoulement à travers une fissure dont l'ouverture est également modélisée [Bois et al., 2014]. Ce modèle a l'avantage de pouvoir prédire la perméabilité avant l'apparition des chemins de fuite.

4.2 Bilan de l'état de l'art et stratégie de modélisation retenue

Les modélisations explicites de l'endommagement comme le proposent [Grogan et al., 2015a] permettent de prendre en compte localement les effets de l'endommagement entre les plis adjacents. Cependant, les temps de calcul associés en font un outil difficile à implémenter sur de grandes structures ou à exploiter pour obtenir des dimensionnements optimisés.

Afin de prédire la perméabilité d'un composite stratifié, il est nécessaire de faire le lien entre l'endommagement et l'écoulement d'un fluide à travers le matériau. Plusieurs approches sont abordées pour la prédiction de la perméabilité en fonction de l'endommagement dans un composite stratifié. Une première approche largement utilisée consiste à considérer uniquement la morphologie du croisement entre les fissures transverses. A partir de résultats expérimentaux donnant les taux de fissuration de chaque pli et la perméabilité du stratifié, un coefficient de conductance hydraulique est identifié. Ces modèles qui prennent en compte l'angle de croisement, l'ouverture des fissures et l'influence du micro-délaminage sont basés sur un principe relativement simple et permettent d'avoir de bonnes tendances sur les débits de fuite en fonction du chargement pour un état d'endommagement donné. Cependant, ces méthodes sont pertinentes si le taux et l'agencement de la fissuration dans chacun des plis sont connus en fonction du chargement. Peu d'études sur la prédiction du débit de fuite d'un composite stratifié en fonction du chargement proposent une modélisation permettant de décrire l'évolution de la densité et de l'agencement de la fissuration dans chacun des plis. La plupart des données sur l'endommagement du matériau en fonction d'un chargement est issue d'observations expérimentales. La difficulté de ce genre de modèle prédictif réside donc dans la prédiction de l'endommagement du matériau au cours du chargement. Les modèles de prédiction de débit de fuite pour un état d'endommagement donné ont démontré leur pertinence.

L'état de l'art sur la modélisation de l'endommagement dans les composites stratifiés a permis de mettre en avant deux types d'approches pour la mise en place d'un modèle de prédiction à l'échelle mésoscopique. Les méso-modèles d'endommagement permettent de décrire la perte de raideur de chaque pli d'un stratifié à travers l'introduction de variables d'endommagement.

La théorie des stratifiés permet ainsi d'avoir le comportement macroscopique du matériau. Ce type de modèle prend en compte les effets d'interaction entre plis endommagés uniquement par l'augmentation de souplesse des plis et la redistribution des contraintes dans les plis. Cette approche est donc limitée pour notre cas d'étude car elle ne permet pas d'obtenir des informations sur la morphologie du réseau de fissures et en particulier l'effet des interactions entre plis endommagés.

Les approches multi-échelles permettent de définir des variables d'endommagement représentatives des mécanismes d'endommagement et d'obtenir par homogénéisation des grandeurs moyennes pour travailler à l'échelle supérieure et ainsi réduire les temps de calcul. [Huchette, 2005] a identifié l'effet de l'endommagement sur les propriétés élastiques homogénéisées à partir de calcul linéaires élastiques par éléments finis sur de nombreuses configurations d'endommagement.

A partir de la littérature et des travaux de [Malenfant, 2012], [Laeuffer, 2017] s'est basée sur cette formulation de l'effet de l'endommagement proposée par [Huchette, 2005] pour construire des lois d'évolution basées sur le double critère en résistance et en énergie en incluant les variabilités matériaux afin de prédire correctement les premiers chemins de fuite. Ces lois d'évolution sont construites à partir des expressions des forces thermodynamiques associées à chaque variable d'endommagement et d'une analogie avec la mécanique de la rupture. Un critère en résistance non-local de type quadratique avec une correction en fonction de l'état d'endommagement du pli est implémenté afin de capter correctement l'amorçage de la fissuration transverse dans les plis épais et l'effet de déchargement du pli au cours de l'endommagement. Les variabilités du matériau sont prises en compte à travers une distribution aléatoire asymétrique sur les deux critères d'évolution. [Laeuffer, 2017] a confronté avec succès la pertinence du méso-modèle à partir de résultats expérimentaux sur l'évolution de la fissuration transverse sur plusieurs épaisseurs de plis unidirectionnels sollicités transversalement à température ambiante. Une loi phénoménologique permet de prédire le taux de croisement et donc le nombre de chemins de fuite potentiel au sein du stratifié. Les effets d'interaction entre les plis endommagés ne sont pas pris en compte.

Ce modèle a été repris et enrichi dans le cadre de ces travaux. La première partie de ce chapitre présente la construction des lois d'évolution du méso-modèle et la formulation utilisée pour la prise en compte de la mixité de mode (ouverture et cisaillement). Les paramètres des distributions aléatoires sont identifiés à partir des cinétiques de fissuration relevées pour plusieurs épaisseurs de pli et plusieurs températures dans la section 1.4 du chapitre 1. Une loi phénoménologique est proposée pour prendre en compte les effets d'interaction entre plis endommagés en agissant sur le champ de déformation des plis. Les paramètres de cette loi sont identifiés à partir des essais de la section 1.5 du chapitre 1 sur une stratification complexe. Enfin, nous proposons une confrontation du méso-modèle avec un essai représentatif de l'application industrielle décrit dans le chapitre 3.

4.3 Présentation du modèle d'endommagement à l'échelle mésoscopique

4.3.1 Thermomécanique des stratifiés minces sollicités en membrane

Le méso-modèle est basé sur la théorie des stratifiés minces sollicités en membrane. A partir de la caractérisation expérimentale ou par l'obtention de modules homogénéisés à l'aide d'un modèle microscopique, il est possible d'écrire la loi de comportement d'un pli unidirectionnel sous sollicitation thermomécanique.

$$\underline{\varepsilon} = \underline{\underline{S}}^0.\underline{\sigma} + \Delta T.\underline{\alpha}_s \tag{4.1}$$

où les expressions des déformations, des contraintes et des coefficients de dilatations thermiques sont notées :

$$\underline{\varepsilon} = \begin{Bmatrix} \varepsilon_{11} \\ \varepsilon_{22} \\ \sqrt{2}\varepsilon_{12} \end{Bmatrix}, \quad \underline{\sigma} = \begin{Bmatrix} \sigma_{11} \\ \sigma_{22} \\ \sqrt{2}\sigma_{12} \end{Bmatrix} \quad \text{et} \quad \underline{\alpha}_s = \begin{Bmatrix} \alpha_{11} \\ \alpha_{22} \\ 0 \end{Bmatrix} \tag{4.2}$$

et $\underline{\underline{S}}^0$ est la matrice non endommagée de souplesse du pli :

$$\underline{\underline{S}}^0 = \begin{bmatrix} \frac{1}{E_{11}^*} & -\frac{\nu_{12}}{E_{11}^*} & 0 \\ -\frac{\nu_{21}}{E_{22}} & \frac{1}{E_{22}} & 0 \\ 0 & 0 & \frac{1}{2G_{12}} \end{bmatrix} \tag{4.3}$$

4.3.2 Prise en compte des effets de l'endommagement

Les effets de l'endommagement sont pris en compte à l'échelle des plis par une variation de la souplesse du pli notée $\Delta\underline{\underline{S}}$. L'expression 4.4 du tenseur de souplesse de la couche considérée se décline donc en une partie initiale fixe régissant le comportement du matériau sain et une partie variable qui traduit l'augmentation de la souplesse au cours de l'endommagement. C'est une approche multi-échelles développée par [Huchette, 2005] qui permet d'identifier numériquement ces effets. Les termes de cette matrice de l'effet de l'endommagement sont évalués par homogénéisation sur une série de cellules élémentaires représentatives (figure 4.1) couvrant une large gamme d'états d'endommagement ($\overline{\rho}$, $\overline{\mu}$).

$$\underline{\underline{S}} = \underline{\underline{S}}^0 + \Delta\underline{\underline{S}} \tag{4.4}$$

où la variation de la souplesse $\Delta\underline{\underline{S}}$ dépend du tenseur de l'effet de l'endommagement $\underline{\underline{H}}(\overline{\rho}, \overline{\mu})$ et s'exprime sous la forme tensorielle définie par l'expression 4.5. Cette forme de la variation de la souplesse proposée par [Huchette et al., 2006] a été identifiée par régression à partir des résultats de la série de calculs élastiques linéaires sur un grand nombre de configurations d'endommagement.

$$\Delta\underline{\underline{S}} = \overline{\rho}\underline{\underline{H}}(\overline{\rho}, \overline{\mu}) = \overline{\rho}\underline{\underline{H}}_1^{\overline{\rho}} + \overline{\rho}^2\underline{\underline{H}}_2^{\overline{\rho}} + \overline{\mu}.\overline{\rho}\underline{\underline{H}}^{\overline{\mu}} \tag{4.5}$$

avec $\underline{\underline{H}}_i^{\overline{\rho}}$ et $\underline{\underline{H}}^{\overline{\mu}}$ les composantes du tenseur de l'effet de l'endommagement $\underline{\underline{H}}(\overline{\rho}, \overline{\mu})$.

$$\underline{\underline{H}}_i^{\overline{\rho}} = \begin{bmatrix} 0 & 0 & 0 \\ 0 & h_{22}^{\overline{\rho}_i} S_{22}^0 & 0 \\ 0 & 0 & h_{66}^{\overline{\rho}_i} S_{66}^0 \end{bmatrix}, \; i \in [1,2] \quad \text{et} \quad \underline{\underline{H}}^{\overline{\mu}} = \begin{bmatrix} 0 & 0 & 0 \\ 0 & h_{22}^{\overline{\mu}} S_{22}^0 & 0 \\ 0 & 0 & h_{66}^{\overline{\mu}} S_{66}^0 \end{bmatrix} \tag{4.6}$$

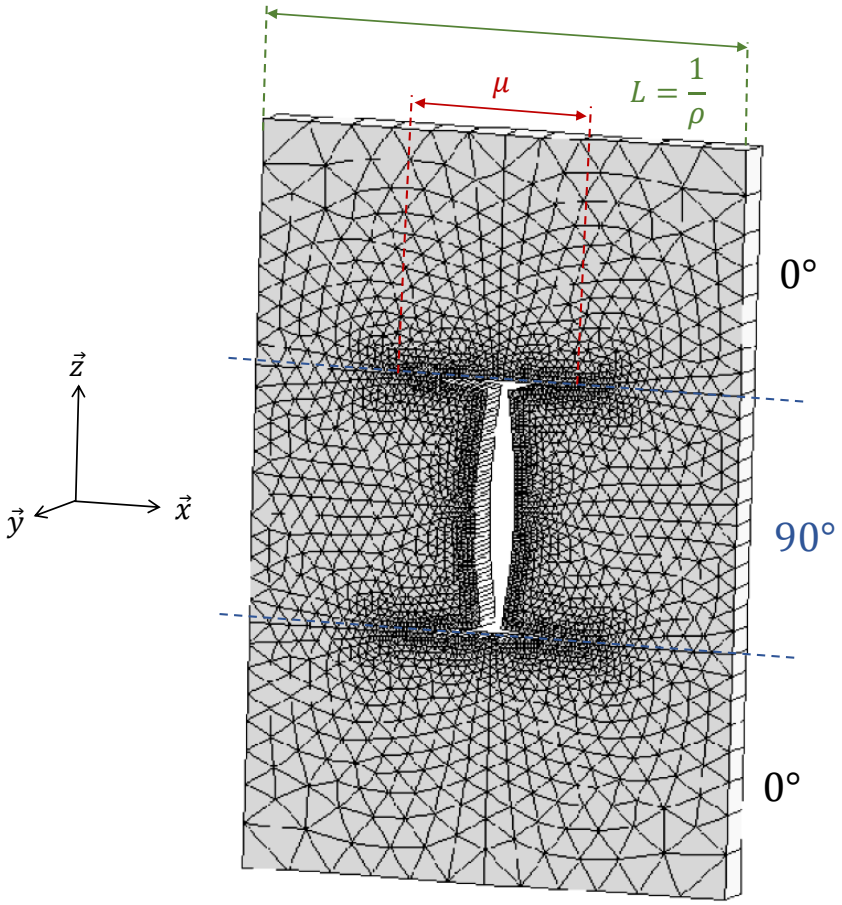


FIGURE 4.1 – Cellule périodique retenue pour le calcul des effets de l'endommagement sur les composantes du tenseur des souplesses [Huchette et al., 2006].

4.3.3 Lois d'évolution du modèle

L'évolution des endommagements à l'échelle mésoscopique sera décrite par un double critère en résistance et en énergie comme proposé par [Leguillon, 2002]. Pour que la densité de fissures transverses au sein d'un pli évolue, les deux critères doivent être vérifiés. N'ayant pas observé de micro-délaminage au sein du matériau étudié expérimentalement dans les chapitres 1 et 3, nous choisissons de ne pas représenter l'évolution de ce mésodommage. Notons cependant que l'approche proposée est capable de gérer la compétition entre plusieurs mécanismes tels que la fissuration transverse et le micro-délaminage [Laeuffer, 2017].

4.3.3.1 Critère énergétique

Le critère énergétique consiste à comparer l'énergie restituée lors de la création d'endommagement au taux de restitution d'énergie critique intrinsèque au matériau [Nairn, 2000]. L'expression de l'énergie élastique restituée par unité d'endommagement à l'échelle mésoscopique est obtenue à partir de la relation liant le tenseur des souplesses aux variables d'endommagement (expressions 4.1 et 4.5). On définit ainsi une force thermodynamique $y_{\overline{\rho}}$ associée à la variable d'endommagement qui représente le taux de fissuration transverse $\overline{\rho}$ par dérivation de l'énergie libre de Helmholtz :

$$\Psi = \frac{1}{2}\underline{\sigma}^t : \underline{\underline{S}} : \underline{\sigma} \tag{4.7}$$

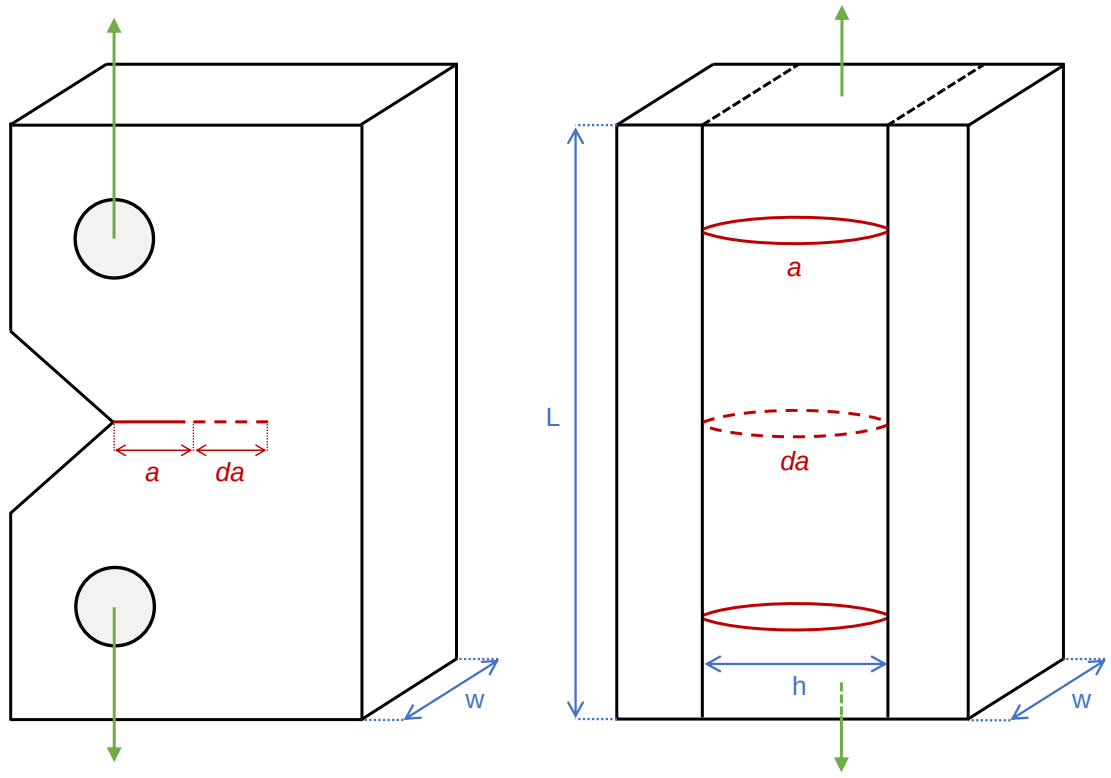
$$y_{\overline{\rho}} = -\frac{\partial \Psi}{\partial \overline{\rho}} = \frac{1}{2}\left[\underline{\sigma}^t : \frac{\partial}{\partial \overline{\rho}}\left(\underline{\underline{S}}^0 + \Delta\underline{\underline{S}}\right) : \sigma\right] \tag{4.8}$$

$$= -\frac{1}{2}\left[(h_{22}^{\overline{\rho}_1} + 2\overline{\rho}h_{22}^{\overline{\rho}_2} + \overline{\mu}h_{22}^{\overline{\mu}})S_{22}^0\sigma_{22}^2 + (h_{66}^{\overline{\rho}_1} + 2\overline{\rho}h_{66}^{\overline{\rho}_2} + \overline{\mu}h_{66}^{\overline{\mu}})2S_{66}^0\sigma_{66}^2\right] \tag{4.9}$$

En comparant l'énergie restituée dans le pli au taux de restitution d'énergie critique consommé lors de la fissuration, il est possible d'appliquer le critère de Griffith. La figure 4.2 permet d'illustrer l'analogie réalisée entre l'évolution d'une surface fissurée dans le cas d'un essai CTT et celle dans le cas d'un essai de fissuration sur un composite stratifié. Lors de la propagation de la fissuration, le critère de Griffith donne [Hashin, 1996] :

$$\int_V d\Psi = G da \tag{4.10}$$

où $d\Psi$ est l'énergie libre volumique libérée lors de la fissuration, V le volume de la structure, G le taux de restitution d'énergie critique et da l'aire de la nouvelle surface fissurée.



(a) Éprouvette CTT (Compact Tension Test).

(b) Composite stratifié avec des fissures transverses.

FIGURE 4.2 – Analogie entre la création d'une nouvelle surface fissurée sur deux types d'éprouvettes.

Pour décrire la propagation de fissures transverses dans un stratifié, il est possible d'étendre le critère de Griffith en posant l'équivalence entre un incrément de taux de fissuration $d\overline{\rho}$ et l'incrément correspondant à la nouvelle surface fissurée [Hashin, 1996, Nairn, 2000]. On peut alors définir l'incrément de surface fissurée da par unité de volume comme suit :

$$\frac{da}{V} = \frac{whLd\rho}{whL} = \frac{d\overline{\rho}}{h} \tag{4.11}$$

où $V = whL$ et L sont respectivement le volume et la longueur de l'élément de matière considéré. $Ld\rho$ correspond à l'incrément du nombre de fissures dans ce volume et wh à la surface fissurée lors de la création d'une fissure transverse.

L'application du critère de Griffith dans un méso-modèle d'endommagement dans le cadre de la mécanique des milieux continus impose de considérer que l'énergie restituée par la totalité de la structure est définie par une grandeur locale qui est la force thermodynamique $y_{\overline{\rho}}$. Cette considération est appuyée par le fait que l'énergie restituée lors de l'apparition d'une fissure transverse provient du voisinage de la fissure dans le pli fissuré. Par ailleurs, en raison du contraste de rigidité entre le pli endommagé et les plis adjacents, la redistribution des contraintes se fait sur une zone petite autour de la fissure.

En reportant l'expression 4.11 dans l'équation 4.10, on obtient l'expression 4.12 qui régit l'évolution énergétique du système :

$$F_{\overline{\rho}} \leq 0 \equiv y_{\overline{\rho}} - \frac{G_{\rho}^{c}}{h} \leq 0 \tag{4.12}$$

Le taux de restitution d'énergie critique G_{ρ}^{c} est associé à la création de nouvelles fissures transverses. L'épaisseur du pli a une influence sur le taux de restitution d'énergie de la cellule. On définit la fonctionnelle $F_{\overline{\rho}}$ comme étant la différence entre l'énergie libérée par la cellule et le taux de restitution d'énergie critique nécessaire pour propager la fissuration. Lorsque la fonctionnelle est négative ou nulle, l'endommagement n'évolue pas. Si elle devient positive alors le taux de fissuration transverse évolue afin de garantir ou atteindre à nouveau l'équilibre.

4.3.3.2 Critère en résistance

La création de fissures transverses nécessite un niveau d'énergie suffisant mais également un niveau de contrainte (ou déformation) supérieur à la résistance du matériau [Leguillon, 2002]. Expérimentalement, à la différence du cas d'une fissure unique (essai CTT), nous pouvons observer que les fissures transverses apparaissent les une après les autres sur toute l'épaisseur du pli.

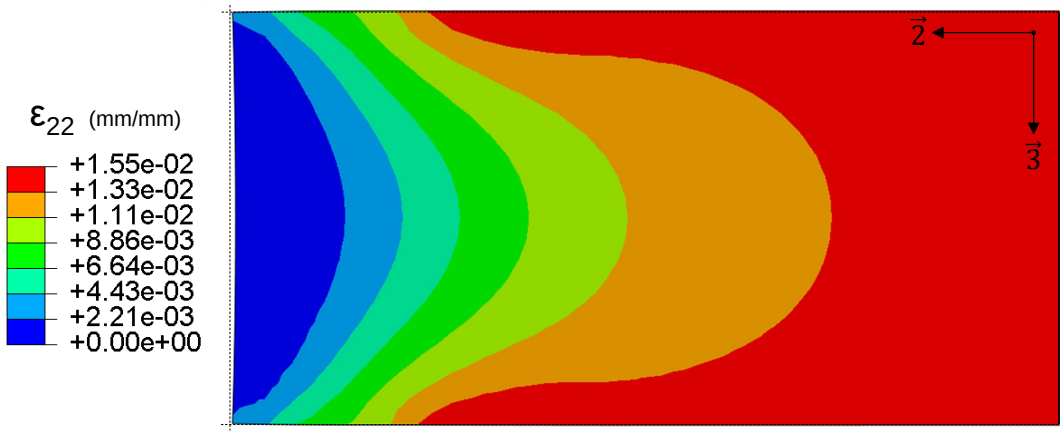


FIGURE 4.3 – Champ de déformation transverse dans un pli à 90° d'une cellule élémentaire soumise à une déformation homogénéisée $\varepsilon_{xx} = 1{,}6$ % pour un taux de fissuration transverse $\overline{\rho} = 0{,}115$.

La figure 4.3 illustre le champ de déformation transverse d'une cellule [0/90/0] sollicitée à $\varepsilon_{xx} = 1{,}6$ % pour un taux de fissuration transverse $\overline{\rho} = 0{,}115$. Nous pouvons constater que la zone au voisinage de la fissure est déchargée. La zone la plus sollicitée sur la couche se situe au bord de la cellule. Dans un schéma périodique, sans variabilité sur la géométrie ou les propriétés du matériau, la prochaine fissure transverse se créerait à cet endroit.

Cependant, en raison de la rigidité élevée des plis adjacents, la déformation dans cette zone est très proche de celle imposée en moyenne à la cellule (déformation homogénéisée). Ainsi, si le critère en résistance était défini de manière locale à partir de la déformation maximale, il ne serait pas affecté par les taux d'endommagement. Par conséquence, le critère en résistance ne ferait que croitre lorsque la déformation homogénéisée augmenterait. Une fois le seuil de résistance atteint pour l'apparition de la première fissure, il serait forcément vérifié pour les fissures suivantes. Seul le critère en énergie piloterait alors l'accumulation des fissures transverses. Le déchargement de la couche lors de l'endommagement n'aurait de conséquence que sur le taux de restitution d'énergie. En réalité, le seuil d'apparition de la fissure est impacté non seulement par la valeur maximale du critère, mais aussi par la distribution du champ du critère. En effet, la microstructure et la présence de variabilité géométrique et matériau engendrent des effets d'échelle qui sont pilotés par les gradients de déformation [Laeuffer, 2017].

L'impact d'un gradient de déformation sur le seuil à rupture est bien connu pour les matériaux composites. L'introduction d'un critère non-local permet de traiter cet effet de déchargement de la couche et de gradient de contrainte [Hochard et al., 2007]. Pour cela on définit un volume caractéristique V_c sur lequel est intégré le critère initial (local). Plus le gradient de déformation est grand, moins le critère non-local sera élevé par rapport au critère local.

Nous avons choisi, comme proposé dans [Huchette, 2005], un critère de rupture quadratique basé sur les déformations transverses et de cisaillement dans le plan. Cette formulation en déformation facilite l'implémentation du modèle pour le calcul de structure :

$$c = \left(\frac{\varepsilon_{22}}{\varepsilon_{22}^r}\right)^2 + \left(\frac{\varepsilon_{12}}{\varepsilon_{12}^r}\right)^2 \tag{4.13}$$

Où ε_{22}^r et ε_{12}^r sont les seuils de résistance à la fissuration en mode I (direction transverse dans le plan) et en mode II (cisaillement plan). Le volume caractéristique V_c est défini par un cylindre de rayon L_c et dont l'axe est dans la direction des fibres.

La figure 4.4 illustre l'application du critère non-local sur deux couches d'épaisseur différentes. En bord de couche, le volume caractéristique devient un demi cylindre. La longueur L_c est une caractéristique du matériau et est donc indépendante de l'épaisseur de la couche alors que le champ de déformations dans la couche est homothétique au regard de l'épaisseur de la couche à $\overline{\rho}$ fixé, par conséquent le critère non-local engendre un effet de l'épaisseur sur la rupture [Laeuffer, 2017].

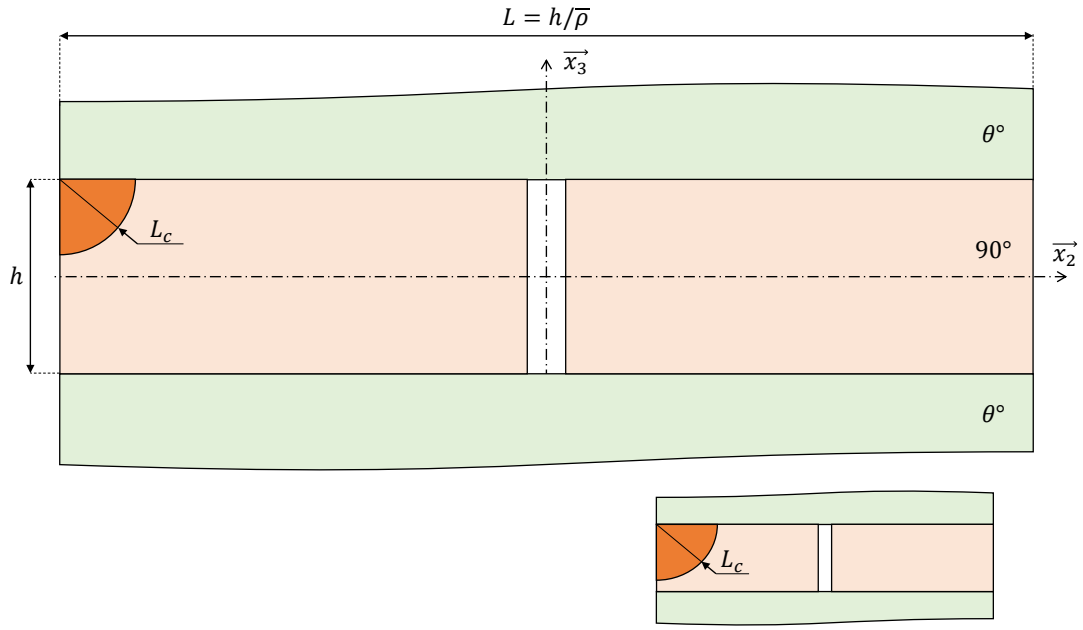


FIGURE 4.4 – Zone d'intégration du calcul du critère non-local pour deux cellules élémentaires ayant des épaisseurs de couche fissurée différentes mais des taux d'endommagement identiques, NB : L_c ne varie pas avec l'épaisseur de la couche [Laeuffer, 2017].

L'expression 4.14 permet de définir un critère adimensionné par la valeur du critère obtenu avec les déformations homogénéisées appliquées à la cellule. A travers des simulations par éléments finis dans lesquelles la longueur caractéristique varie, [Laeuffer, 2017] identifie une loi analytique, décrite par l'expression 4.15 (figure 4.5). Cette loi permet d'appliquer une correction à l'expression 4.16 du critère local obtenu avec les déformations homogénéisées appliquées en fonction du taux d'endommagement dans la cellule et donc de traduire l'impact de l'endommagement sur le déchargement du pli considéré. Cette approche permet de calculer le critère sans refaire de simulations par éléments finis pour chaque valeur de $\overline{\rho}$.

$$\tilde{c} = \frac{c}{c^h} \tag{4.14}$$

$$\text{avec} \qquad \tilde{c} = 1 - a\,(\overline{\rho} - \overline{\rho}_0)\,exp\left(-\frac{b}{\overline{\rho} - \overline{\rho}_0}\right) \tag{4.15}$$

$$\text{et} \qquad c^h = \left(\frac{\varepsilon^h_{22}}{\varepsilon^r_{22}}\right)^2 + \left(\frac{\varepsilon^h_{12}}{\varepsilon^r_{12}}\right)^2 \tag{4.16}$$

où a, b et $\overline{\rho}_0$ sont des paramètres dépendants de L_c.

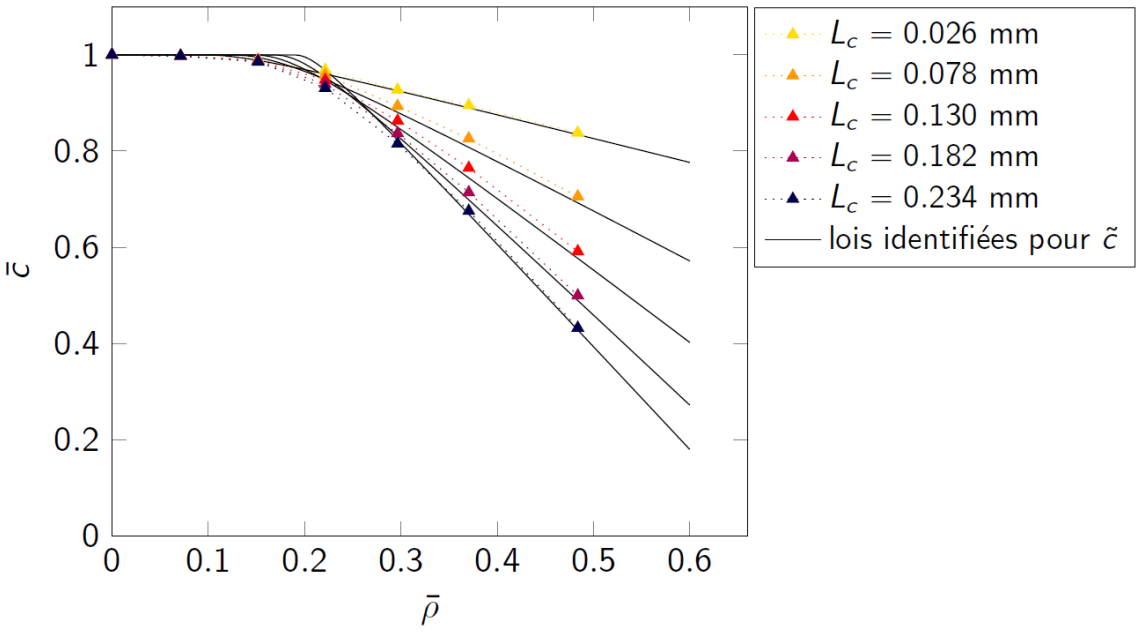


FIGURE 4.5 – Identification de la loi du critère adimensionné $\tilde{c}$ pour une couche d'épaisseur 260 µm : valeurs de $\tilde{c}$ calculées par la méthode des éléments finis pour plusieurs valeurs de la longueur caractéristique L_c (symboles △) et lois identifiées [Laeuffer, 2017].

4.3.4 Prise en compte de la mixité des modes de sollicitation

En fonction de la stratification étudiée et du chargement appliqué, la sollicitation dans chaque pli générant la fissuration transverse peut combiner le mode d'ouverture (normal) et le mode de cisaillement plan. De ce fait, il est important de prendre en compte cette mixité de mode afin de représenter correctement l'évolution de l'endommagement dans les plis d'un stratifié. Le critère de [Benzeggagh and Kenane, 1996] est largement utilisé pour les composites stratifiés notamment pour les endommagements inter-laminaires. Nous choisissons donc d'implémenter ce critère mixte défini par l'expression 4.17 dans notre méso-modèle.

$$G_T^c = G_I^c + (G_{II}^c - G_I^c)\left(\frac{G_{II}}{G_I + G_{II}}\right)^{\eta} \tag{4.17}$$

Où G_I^c est l'énergie critique de fissuration en mode I, G_{II}^c l'énergie critique de fissuration en mode II, G_I l'énergie de fissuration restituée en mode I, G_{II} l'énergie de fissuration restituée en mode II, η le paramètre de couplage et G_T^c l'énergie critique totale de fissuration.

L'énergie critique totale de fissuration définie dans l'expression 4.12 et régissant le critère énergétique de l'évolution de l'endommagement dépend alors de l'énergie restituée par la cellule en mode I (G_I) et II (G_{II}). L'expression de la fonctionnelle 4.12 associée au mécanisme de fissuration transverse s'écrit alors sous la forme suivante :

$$F_{\overline{\rho}} = y_{\overline{\rho}} - \frac{G^c_{\overline{\rho}}}{h_{pli}} = G_{I\overline{\rho}} + G_{II\overline{\rho}} - \frac{G^c_{T\overline{\rho}}}{h_{pli}} \tag{4.18}$$

$$\text{avec} \qquad G^c_{T\overline{\rho}} = G^c_{I\overline{\rho}} + \left(G^c_{II\overline{\rho}} - G^c_{I\overline{\rho}}\right)\left(\frac{G_{II\overline{\rho}}}{G_{I\overline{\rho}} + G_{II\overline{\rho}}}\right)^{\eta} \tag{4.19}$$

$$\text{où} \qquad G_{I\overline{\rho}} = -\frac{1}{2}\left(h^{\overline{\rho}_1}_{22} + 2\overline{\rho}h^{\overline{\rho}_2}_{22} + \overline{\mu}h^{\overline{\mu}}_{22}\right) S^0_{22}\sigma^2_{22} \tag{4.20}$$

$$\text{et} \qquad G_{II\overline{\rho}} = \left(h^{\overline{\rho}_1}_{66} + 2\overline{\rho}h^{\overline{\rho}_2}_{66} + \overline{\mu}h^{\overline{\mu}}_{66}\right) S^0_{66}\sigma^2_{66} \tag{4.21}$$

4.3.5 Présentation et implémentation de la distribution aléatoire

Nous avons vu précédemment que la cinétique de fissuration transverse d'un pli unidirectionnel est caractérisée par trois phases : un démarrage progressif, une évolution quasi-linéaire et la saturation de l'endommagement. Le démarrage progressif de la fissuration est imputable à la présence de défauts locaux (poches de résine, porosité, variation de l'épaisseur de plis) qui modifient la résistance et le taux de restitution d'énergie nécessaire à la création d'une fissure. Nous avons observé dans le chapitre 3 que la perméabilité du matériau peut être fortement impactée dès l'apparition des premières fissures. A l'échelle mésoscopique, les défauts inhérents au procédé de fabrication ("gap") modifient localement le comportement du matériau.

Nous avons montré que l'apparition des premières fissures et des premiers points de fuite est majoritairement localisée dans des zones de défauts AFP. Il est donc indispensable de représenter ces aspects variabilité pour être représentatif de la physique réelle. De fait, et de la même manière que dans le chapitre 2, nous avons choisi de représenter cette variabilité par l'introduction d'une distribution aléatoire asymétrique sur certaines propriétés mésoscopiques 4.22.

$$p(x) = \frac{(x - x_0)^{\alpha}.(x_1 - x)^{\beta}}{A} \tag{4.22}$$

$$\text{avec } A = \int_{x_0}^{x_1} (x - x_0)^{\alpha}.(x_1 - x)^{\beta}.dx \tag{4.23}$$

4.3.6 Introduction des phénomènes d'interaction entre les plis endommagés

En complément de la littérature, les chapitres précédents ont permis de mettre en évidence le phénomène d'interaction entre les plis adjacents endommagés. Il apparait clairement que la fissuration d'un pli abaisse fortement le seuil de fissuration des plis qui lui sont adjacents. Il semble donc que localement, autour des fissures créées dans un pli, les deux critères nécessaires à l'amorçage de la fissuration soient validés dans les plis adjacents même si le niveau de sollicitation dans ces plis à l'échelle mésoscopique est sensiblement inférieur au niveau requis pour amorcer la fissuration si ces plis étaient isolés. Comme nous l'avons observé dans le chapitre 2 sur la figure 2.23, cela peut s'expliquer par une surcharge très localisée induite par la création d'une fissure.

Pour prendre en compte cet effet avec l'approche multi-échelles présentée précédemment, il faudrait redéfinir la cellule représentative (figure 4.1) en introduisant une morphologie d'endommagement plus complexe avec deux plis fissurés avec dans au moins l'un des deux des fissures de longueur finie. Cette évolution nécessiterait une série de simulations 3D en faisant varier au moins trois paramètres indépendamment. Elle complexifierait également l'établissement de la loi gouvernant le tenseur d'effet de l'endommagement et la résolution du critère énergétique. Ainsi, nous avons préféré introduire l'effet des interactions par une loi phénoménologique.

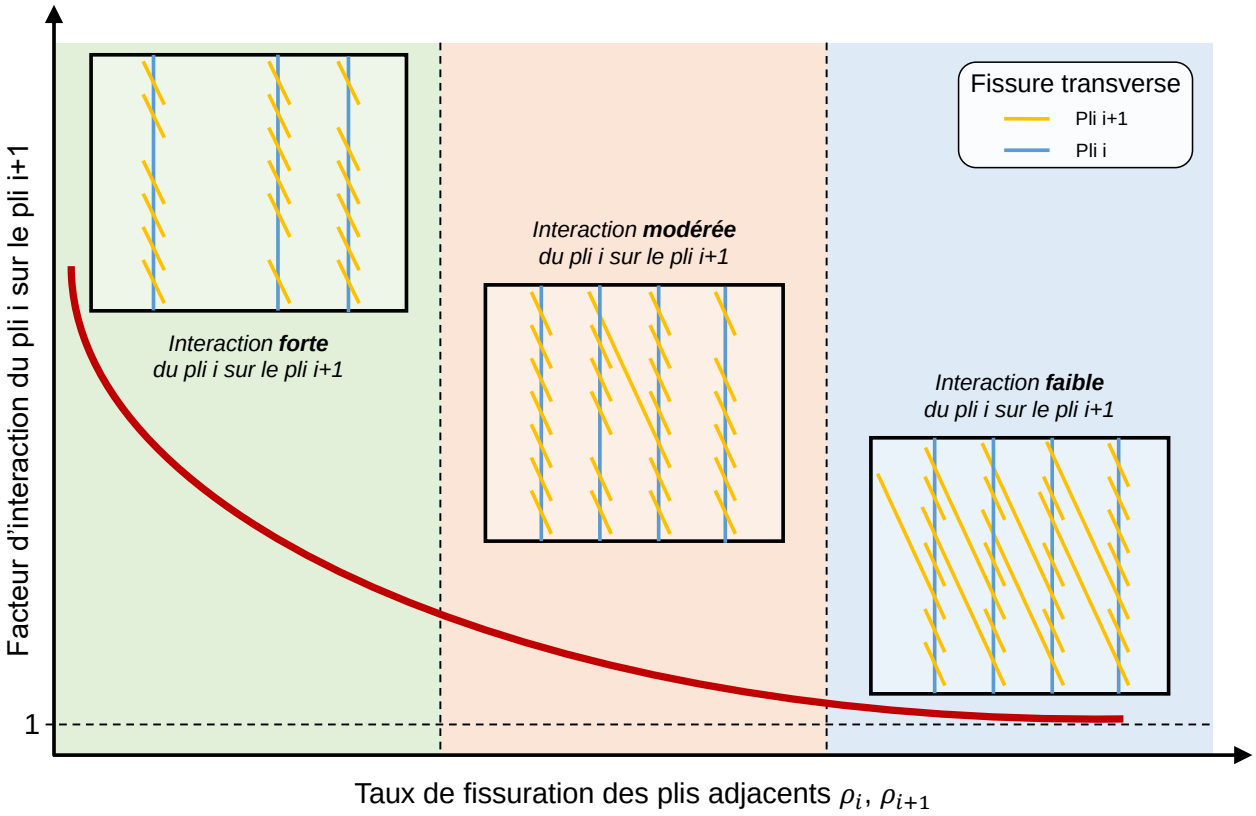


FIGURE 4.6 – Illustration de la phénoménologie des interactions entre plis endommagés.

La figure 4.6 illustre les observations des chapitres 1 et 2 et le choix de la forme à adopter pour la loi phénoménologique afin de prendre en compte les phénomènes d'interaction entre plis endommagés. Nous avons constaté que l'interaction d'un pli i endommagé sur la fissuration du pli $i+1$ adjacent est forte au début de la fissuration du pli i considéré. En effet, la fissuration du pli i intervient dans un processus de fissuration dit classique car les deux critères sont vérifiés sur un volume relativement important du pli. L'endommagement se traduit donc par l'apparition de fissures transverses relativement longues et sur toute l'épaisseur du pli. A cause des phénomènes locaux précisés avant, l'apparition de ces grandes fissures dans le pli i engendre l'apparition de nombreuses petites fissures dans le pli $i+1$ adjacent. Ces fissures ne peuvent pas se propager sur une longueur importante car les critères de fissuration ne sont pas vérifiés loin de la fissure longue.

Si on se résume à un volume fini, la fissuration d'un pli i tend à saturer lorsque le chargement augmente car le pli se décharge. De fait, l'interaction du pli i sur le pli $i+1$ devient modérée puis faible plus la fissuration du pli i sature dans le volume. Si le chargement global augmente, certaines fissures courtes du pli $i+1$ déjà amorcées par interaction du pli i tendent à se propager et générer des fissures courtes dans le pli i. Cependant, le pli i est moins sensible à la fissuration du pli $i+1$ car son état d'endommagement est déjà avancé et donc le pli est déchargé.

En résumé, les observations des chapitres précédents nous indiquent que les interactions d'un pli vers un autre sont fortes au début de la fissuration et qu'un pli déjà fissuré est moins sensible à la fissuration d'un pli adjacent. Aussi, nous avons vu que c'est principalement le mode d'ouverture qui semble piloter l'évolution du mécanisme de fissuration transverse. De fait, nous choisissons d'introduire un facteur correcteur sur la composante transverse du champ de déformation homogénéisé du pli :

$$\begin{aligned} \tilde{\varepsilon}^h_{22} &= f(\overline{\rho}_{i-1}, \overline{\rho}_i, \overline{\rho}_{i+1}) \times \varepsilon^h_{22} \\ \text{avec} \quad f(\overline{\rho}_{i-1}, \overline{\rho}_i, \overline{\rho}_{i+1}) &= 1 + \lambda_0.exp\left[-\tau\left(\tfrac{\overline{\rho}_{i-1}+\overline{\rho}_{i+1}}{2} + \overline{\rho}_i\right)\right] \end{aligned} \tag{4.24}$$

Où ε^h_{22} est la déformation transverse homogénéisée du pli, $\overline{\rho}_{i-1}$ et $\overline{\rho}_{i+1}$ les taux de fissuration des plis adjacents, $\overline{\rho}_i$ le taux de fissuration du pli considéré et λ_0, τ des paramètres de la fonction. Ce facteur dépend de l'état d'endommagement des plis adjacents et du pli considéré. Lorsque les plis adjacents ne sont pas endommagés, la composante de déformation n'est pas impactée. Le fait d'impacter la composante transverse du champ de déformation du pli nous permet d'impacter simultanément le critère en résistance et celui en énergie. De fait, conformément aux résultats expérimentaux, les phénomènes d'interactions interviendront sur les plis épais, au sein desquels l'amorçage de l'endommagement est piloté par le critère en résistance, et sur les plis fins au sein desquels l'amorçage est piloté par le critère en énergie.

4.3.7 Prédiction des croisements aux interfaces entre plis

Comme pour les effets d'interaction, plutôt que d'utiliser une approche multi-échelles complexe, nous avons opté pour une approche phénoménologique. La figure 1.31 du chapitre 1 présente l'évolution du taux de croisements réduits pour chaque interface d'un stratifié $[0/\text{-}60/\text{+}60/90_{0.5}]_S$ à l'aide de l'expression 4.25 définie dans les travaux de [Laeuffer, 2017] :

$$\overline{\chi}_{i,i+1} = \chi_{i,i+1}.S_{motif} = \frac{n_{croisement}}{S_{obs.}}.\frac{1}{\rho_i.\rho_{i+1}.sin(|\theta_{i+1} - \theta_i|)} \tag{4.25}$$

Au cours de ses travaux, [Laeuffer, 2017] a proposé une loi phénoménologique permettant de décrire l'évolution des taux croisements réduits aux interfaces entre plis endommagés :

$$\overline{\chi}_{i,i+1} = 1 + \frac{\lambda}{(\overline{\rho}_i\overline{\rho}_{i+1})^{\gamma}} \tag{4.26}$$

où $\chi_{i,i+1}$ est le taux de croisement entre deux plis adjacents, $\overline{\rho}_i$ et $\overline{\rho}_{i+1}$ les taux de fissuration réduit des deux plis considérés et λ et γ deux paramètres à identifier à partir des résultats expérimentaux. Une fois les paramètres identifiés, il est possible d'obtenir le taux de croisement de chaque interface à partir des expressions 4.25 et 4.26 :

$$\chi_{i,i+1} = \left[\rho_i\rho_{i+1} + \lambda\left(\rho_i\rho_{i+1}\right)^{1-\gamma}\right].sin|\theta_{i+1} - \theta_i| \tag{4.27}$$

Dans ce travail, les paramètres λ et γ sont considérés constants et donc indépendants de l'angle entre les plis, de l'épaisseur des plis et de la mixité du chargement. Les limites de cette hypothèse seront discutées dans la section 4.7.

4.4 Structuration et implémentation du modèle

La figure 4.7 présente la structure globale du méso-modèle tel qu'il a été construit à l'aide du langage de programmation *Python*. On y retrouve quatre boucles principales imbriquées.

La première boucle permet de créer les matrices de tirages aléatoires des paramètres pour chacun des plis. La boucle de chargement permet d'incrémenter la sollicitation thermomécanique. Pour chaque incrément de chargement, la matrice de souplesse du pli unidirectionnel est calculée en fonction du taux d'endommagement de chacun des plis. L'assemblage des matrices de rigidité de chaque pli nous permet de calculer la matrice de rigidité homogénéisée du stratifié. Ainsi, il est possible de calculer la réponse mécanique du stratifié soumis à l'incrément de chargement thermomécanique.

Nous pouvons ensuite en déduire l'état de contrainte dans chacun des plis et vérifier si les deux critères d'évolution de l'endommagement sont activés. Si c'est le cas, nous rentrons dans une boucle de résolution dite locale. Elle consiste à résoudre de manière itérative l'équation 4.12 en utilisant la méthode de descente du gradient. Le taux de fissuration de chacun des plis est donc obtenu à l'issu de cette boucle locale.

Afin de vérifier si l'état d'endommagement est stable dans tous les plis, le comportement du stratifié associé au nouvel état de dommage de chaque pli est calculé. Une boucle à l'échelle du stratifié permet de vérifier si l'augmentation de souplesse générale n'induit pas d'évolution des dommages au sein des plis. Pour cela, la résolution au sein de cette boucle est réalisée à l'aide de la méthode du point fixe. Cette méthode de résolution consiste à analyser l'évolution de la variable d'endommagement de chacun des plis. L'état d'endommagement est dit stable si, pour un même état de chargement à l'échelle du stratifié, l'évolution entre deux itérations du taux de fissuration de chaque pli est inférieure à une tolérance. Une fois que l'état de dommage de chacun des plis est stable, le chargement peut être incrémenté jusqu'à atteindre la sollicitation finale.

L'évolution de l'endommagement de chacun des plis en fonction de son chargement mécanique est stockée pour chaque échantillon du tirage aléatoire. Cette matrice de stockage nous permet de moyenner les taux de fissuration des plis sur l'ensemble des échantillons du tirage aléatoire. Nous pouvons alors calculer les taux de croisement aux interfaces, la densité de points de fuite et le débit de fuite associé à chaque état de chargement et d'endommagement.

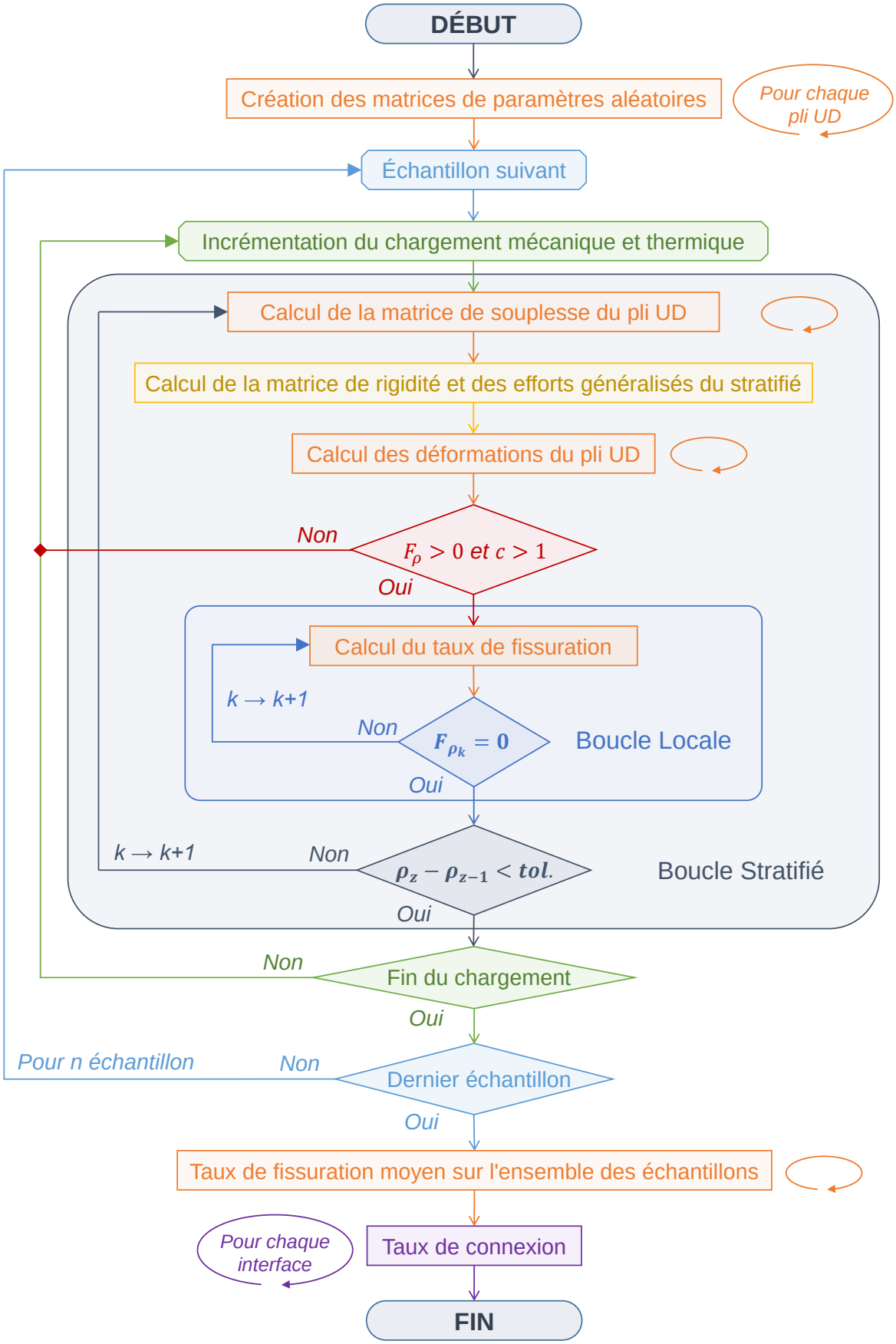


FIGURE 4.7 – Structure principale du méso-modèle implémentée en Python.

4.5 Validation du modèle sur une cellule sans interaction entre plis

La distribution aléatoire est appliquée sur la déformation transverse critique ε_{22}^r associée au critère en résistance homogénéisé 4.16 ainsi que sur les paramètres $h_{22}^{\bar{\rho}_1}$ et $h_{22}^{\bar{\rho}_2}$ régissant l'effet de la fissuration transverse sur les propriétés élastiques transverses du pli unidirectionnel. Les paramètres des distributions sur $h_{22}^{\bar{\rho}_1}$ et $h_{22}^{\bar{\rho}_2}$ ainsi que les paramètres ε_{12}^r et ε_{22}^r du critère non-local sont repris des travaux de [Laeuffer, 2017].

La validation des paramètres des distributions aléatoires est réalisée sur des stratifications croisées [0/90/0]. La couche centrale à 90° aura une épaisseur de 71 µm, 143 µm, 288 µm et 572 µm afin de pouvoir identifier l'effet de l'épaisseur du pli. L'effet de la température sera également étudié à partir des résultats expérimentaux du chapitre 1 et numériques du chapitre 2.

Les propriétés élastiques du matériau sont issues de la caractérisation expérimentale du chapitre 1. Les coefficients de dilatations thermiques sont issus de l'identification du chapitre 2. L'évolution de ces caractéristiques en fonction de la température est implémentée sous la forme d'une loi linéaire par morceau dans le modèle. Le chargement thermomécanique du stratifié est réalisé en deux temps, la diminution de la température dans un premier temps puis l'application d'un chargement mécanique en déformation dans un second temps.

La figure 4.8 présente l'évolution du taux de fissuration transverse en fonction du chargement mécanique appliqué à la cellule à température ambiante. Les taux de fissuration présentés sont issus de la moyenne d'un tirage aléatoire avec 100 valeurs. Le méso-modèle rend bien compte de l'effet de l'épaisseur du pli aussi bien en terme de seuils que de cinétiques de fissuration. La progressivité du processus de fissuration transverse est également bien pris en compte par le méso-modèle. La cinétique de fissuration du pli d'épaisseur 71 µm est sous estimé par le modèle. Cela peut s'expliquer par les aspects conservatifs, notamment sur les plis de faible épaisseur, de la méthode expérimentale pour quantifier les cinétiques de fissuration.

La figure 4.9 présente l'évolution des taux de fissuration transverse de plis de 576 µm et 143 µm en fonction du chargement thermomécanique. Les courbes obtenues avec le méso-modèle sont confrontées aux courbes expérimentales du chapitre 1 à 20 °C, -80 °C et -130 °C. Le méso-modèle prend bien en compte l'influence de la température sur le processus de fissuration du pli. Pour le pli d'épaisseur de 143 µm, le méso-modèle ne reproduit pas les cinétiques plus rapide à basse température. Comme pour les essais virtuels du chapitre 2, cela peut s'expliquer par le fait que les distributions aléatoires ne dépendent pas de la température.

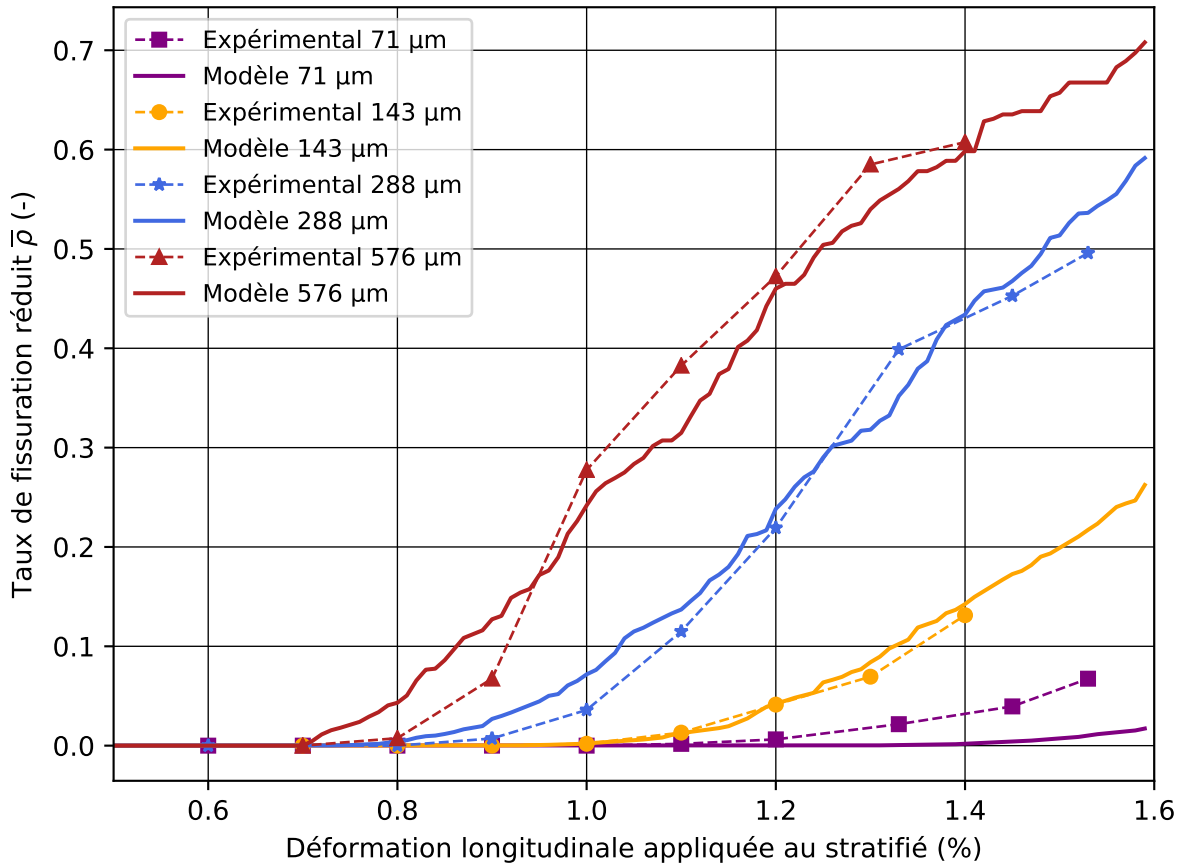
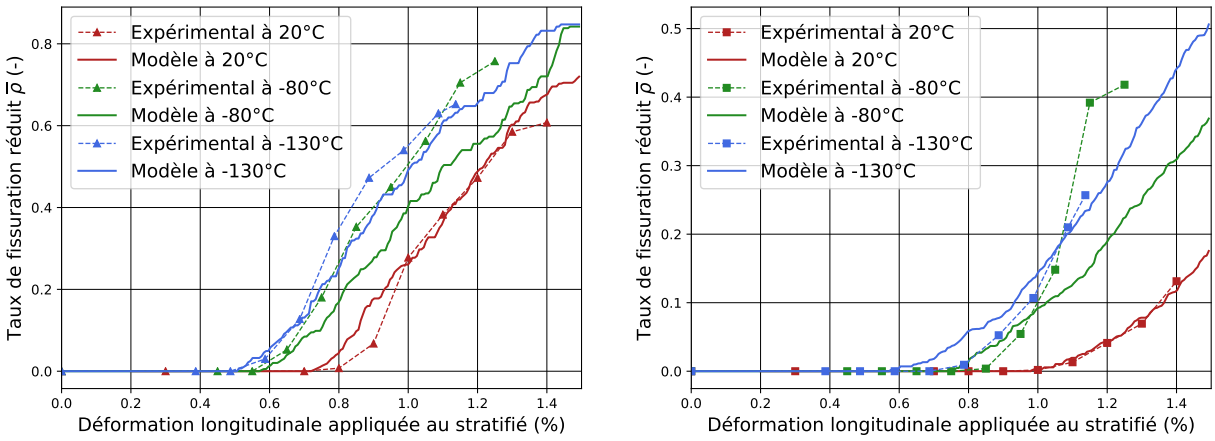


FIGURE 4.8 – Évolution du taux de fissuration réduit en fonction du chargement appliqué à température ambiante. Confrontation du méso-modèle / expérimental.



(a) Couche centrale de 576 µm constituée de quatre plis de grammage 150 g/m^2

(b) Couche centrale de 143 µm constituée d'un seul pli de grammage 150 g/m^2

FIGURE 4.9 – Évolution du taux de fissuration de la couche centrale d'un stratifié [0/90/0] en fonction du chargement thermomécanique. Confrontation méso-modèle / expérimental.

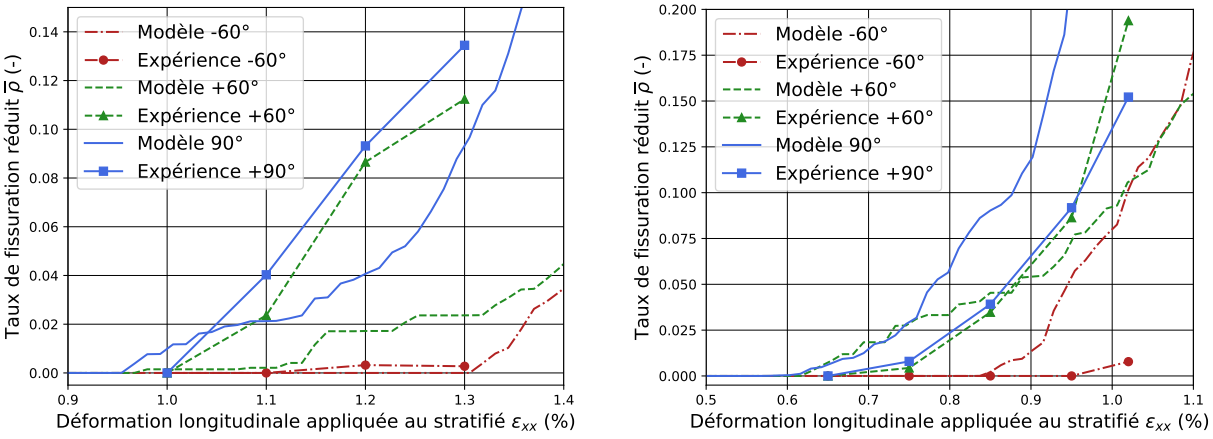
4.6 Réponse du modèle sur une cellule avec interaction entre plis endommagés

Afin d'évaluer la pertinence de la mise en place des effets d'interactions dans le méso-modèle d'endommagement, nous traçons l'évolution des taux de fissuration transverse réduits dans chacun des plis d'un stratifié $[0/\text{-}60/+60/90_{0.5}]_S$ en fonction de la déformation appliquée au stratifié sur la figure 4.10. Les résultats du méso-modèle sont confrontés aux résultats expérimentaux du chapitre 1.

Les paramètres du modèle d'interaction de l'expression 4.24 ne dépendent pas de la température. Ils sont déterminés à partir des tendances expérimentales et récapitulés dans le tableau 4.1. La méthode mise en place à travers l'implémentation d'une modification locale du champ de déformation (expression 4.24) donne des résultats intéressants. En effet, le seuil de fissuration des plis adjacents au premier pli qui fissure (pli central à 90°) est avancé et les plis adjacents s'endommagent en même temps que le pli central. Les plis les plus éloignés du pli central s'endommagent un peu plus tard, une fois que les plis adjacents au pli central ont un taux de fissuration suffisamment important pour interagir avec le pli extérieur. Ce scénario d'endommagement est également valable à basse température.

Aussi, nous pouvons noter l'importance de prendre en compte la mixité des modes de sollicitation pour sous-estimer le seuil de fissuration des plis à ±60° et surestimer leur taux de fissuration au cours du chargement.

Cette première confrontation du modèle est encourageante, mais le méso-modèle devra être confronté à d'autres résultats expérimentaux afin d'appuyer la pertinence de la démarche mise en place.



(a) Confrontation à température ambiante **(b)** Confrontation à T = -130 °C

FIGURE 4.10 – Évaluation des effets d'interaction entre plis endommagés d'un stratifié $[0/\text{-}60/+60/90_{0.5}]_S$ en fonction du chargement thermomécanique. Confrontation méso-modèle / expérimental.

4.7 Phénoménologie des croisements aux interfaces des plis endommagés

Afin de prédire le taux de croisement aux interfaces du stratifié avec interaction entre plis endommagés, nous avons identifié les paramètres de la loi phénoménologique proposée par [Laeuffer, 2017] (expression 4.26). Les résultats de cette identification sont présentés sur la figure 4.11 et les paramètres récapitulés dans le tableau 4.1.

Il est intéressant de noter que les paramètres de la loi identifiés pour les interfaces qui interagissent en premier dans le processus d'endommagement du stratifié $[0/\text{-}60/60/90_{0.5}]_S$ sont les mêmes que ceux identifiés par [Laeuffer, 2017] sur un stratifié $[0_2/\text{-}67{,}5/67{,}5]_S$. Ces premières interactions sont régies par de longues fissures qui engendrent des fissures courtes dans les plis adjacents. En revanche, les croisements aux interfaces des plis -60°/+60° semblent régis par des fissures courtes et donc des paramètres différents.

Le manque de résultats expérimentaux ne permet pas d'identifier le lien entre l'évolution des paramètres de l'expression 4.26 et le type d'interface considérée. Cependant, cette première approche phénoménologique est intéressante et nous permet de réaliser une première confrontation entre le méso-modèle et des résultats sur éprouvette tubulaire.

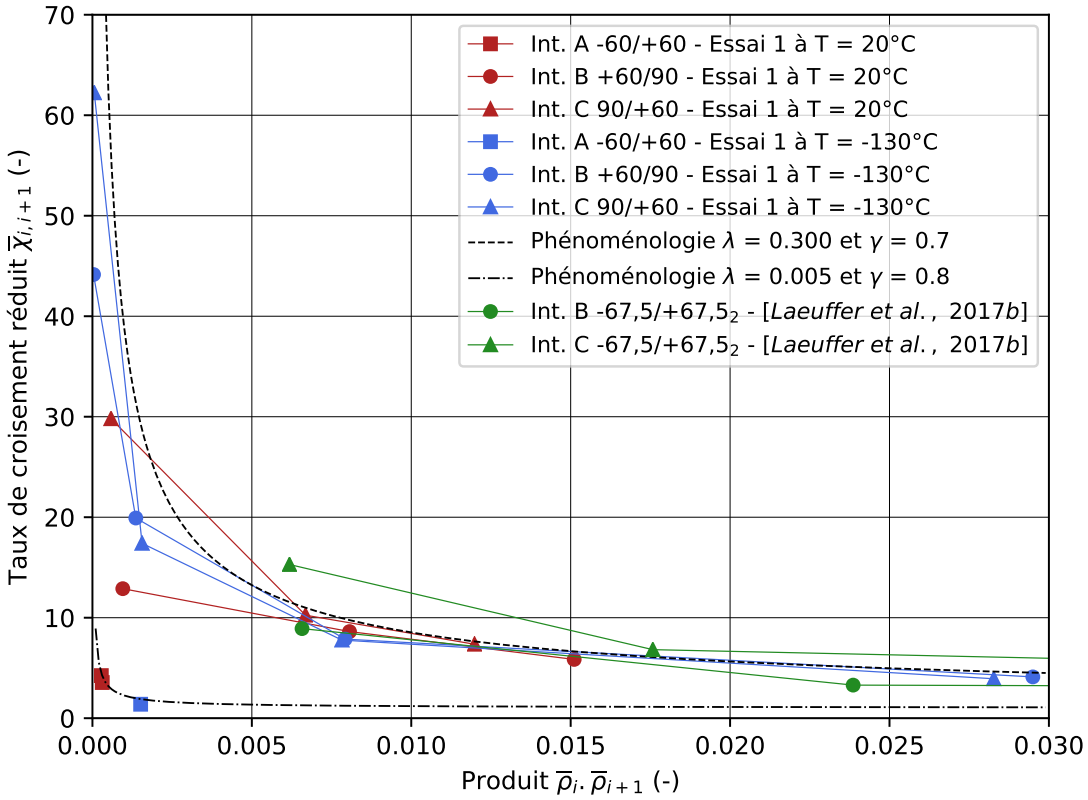


FIGURE 4.11 – Identification de la phénoménologie des taux de croisement réduits aux interfaces d'un stratifié $[0/\text{-}60/+60/90_{0.5}]_S$ en fonction du produit des taux de fissuration réduits des plis considérés.

Type	Dénomination	Valeur	Origine
Effet de l'endommagement et Critère d'évolution en énergie	$h^{\overline{\rho}_1}_{22,min}$	0,430	[Huchette, 2005] [Laeuffer, 2017] Identification chapitre 1 sur un stratifié $[0/90_n]_S$
	$h^{\overline{\rho}_1}_{22,max}$	3,000	
	$\alpha_{h^{\overline{\rho}_1}_{22}}$	0,200	
	$\beta_{h^{\overline{\rho}_1}_{22}}$	2,000	
	$h^{\overline{\rho}_2}_{22,min}$	1,320	
	$h^{\overline{\rho}_2}_{22,max}$	7,200	
	$\alpha_{h^{\overline{\rho}_1}_{22}}$	0,200	
	$\beta_{h^{\overline{\rho}_1}_{22}}$	2,000	
	$h^{\overline{\rho}_1}_{66}$	0,860	
	$h^{\overline{\rho}_2}_{66}$	0,640	
	$h^{\overline{\mu}}_{22}$	5,100	
	$h^{\overline{\mu}}_{66}$	4,250	
Critère d'évolution en résistance	$\varepsilon^r_{22,min}$	0,007	[Laeuffer, 2017] Identification chapitre 1 sur un stratifié $[0/90_n]_S$
	$\varepsilon^r_{22,max}$	0,030	
	$\alpha_{\varepsilon^r_{22}}$	0,200	
	$\beta_{\varepsilon^r_{22}}$	2,000	
	ε^r_{12}	0,008	
	$\overline{\rho}_0$	0,007	
	a	2,150	
	b	0,028	
Mixité des modes de sollicitation	G^c_I (J/m^2)	120,0	[Laeuffer, 2017]
	G^c_{II} (J/m^2)	500,0	[Iarve et al., 2011]
	η	1,000	[Benzeggagh and Kenane, 1996]
Phénoménologie des interactions	λ_0	1,200	Identification chapitre 1 sur un stratifié $[0/\pm 60/90_{0,5}]_S$
	τ	8,000	
Phénoménologie des croisements	λ^{lc}	0,300	Identification chapitre 1 sur un stratifié $[0/\pm 60/90_{0,5}]_S$
	γ^{lc}	0,700	
	λ^{cc}	0,005	
	γ^{cc}	0,800	

TABLE 4.1 – Récapitulatif des paramètres identifiés pour la construction du méso-modèle de prédiction.

4.8 Confrontation du modèle à un essai représentatif

L'essai de mesure de perméabilité réalisé sous sollicitation biaxiale à une température de -100 °C nous semble être le plus pertinent à confronter au modèle compte tenu de l'application visée. De fait, nous proposons d'illustrer la réponse du modèle pour une sollicitation biaxiale à -100 °C sur une stratification $[\text{-}60/60/90]_S$. Les paramètres matériaux sont issus du tableau 1.1 du chapitre 1. Les paramètres du méso-modèle identifiés au cours de ces travaux et utilisés pour cette confrontation sont récapitulés dans le tableau 4.1.

La figure 4.12 présente la prédiction du méso-modèle sur le taux de fissuration de chacun des plis d'une stratification $[\text{-}60/+60/90]_S$ en fonction du chargement thermomécanique. Nous avons également reporté l'intervalle de déformation dans lequel les premiers endommagements débouchants sont apparus lors de l'essai sur tube avec effet de fond à -100 °C (cf. § 3.8.2).

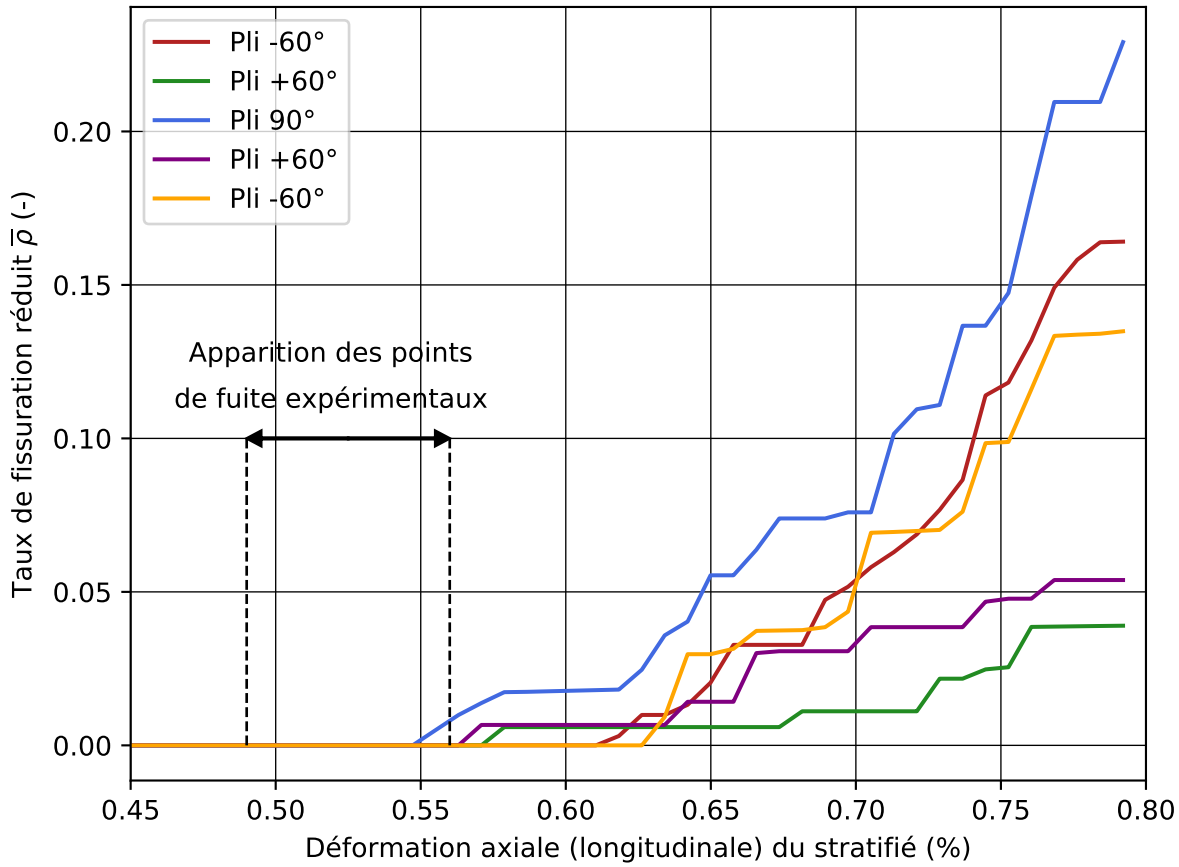


FIGURE 4.12 – Évolution du taux de fissuration des plis d'un stratifié $[\text{-}60/+60/90_2/\text{-}60/+60]$ en fonction du chargement thermomécanique. Confrontation méso-modèle / expérimental.

Logiquement les premiers endommagements débouchants apparaissent lorsque tous les plis du stratifié sont fissurés. On remarque que le modèle capte bien le seuil d'amorçage de la fissuration du pli central à 90° et de ses plis adjacents par rapport aux mesures expérimentales. En revanche, le seuil de fissuration des plis extérieurs semblent légèrement surestimés. Le modèle prédit donc une apparition des premiers points de fuite pour une déformation axiale du tube de 0,625 % contre 0,56 % expérimentalement. L'erreur relative reste donc faible compte tenu des incertitudes de mesures expérimentales et de la variabilité du matériau (présence de défauts). En effet, les observations réalisées après l'essai montrent que les premiers réseaux de fissures débouchants sont localisés au niveau de zones constituées de défauts AFP que le méso-modèle ne prend pas en compte.

La prise en compte de la mixité des modes permet de ne pas sous-estimer le seuil de fissuration des plis à ±60°. Les effets d'interactions permettent de ne pas surestimer les seuils d'amorçage des plis à ±60° et d'avoir un scénario assimilable à l'expérimental. En effet, comme observé par microscopie et micro-tomographie après l'essai, nous constatons que le pli à 90° fissure au niveau des seuils de fissuration identifiés dans le chapitre 1 et interagit avec les plis à +60° adjacents qui voient leur seuil de fissuration abaissé tout comme les plis à -60°. De fait, nous pouvons donc conclure que le modèle donne des tendances intéressantes.

4.9 Bilan sur le méso-modèle de prédiction des chemins de fuite

Ce dernier chapitre présente la mise en place d'un méso-modèle de prédiction de l'endommagement et des chemins de fuite dans un composite stratifié de la température ambiante aux très basses températures.

L'état de l'art a permis de dégager une stratégie globale et de mettre en évidence les briques élémentaires indépendantes proposées par plusieurs auteurs. Premièrement, la prédiction des endommagements d'un composite stratifié est largement traitée dans la littérature, mais pour des travaux axés sur l'impact de l'endommagement à diverses échelles sur le comportement de la structure et non pour prédire la perméabilité d'un stratifié. D'autre part, des études sur le transport de fluide à travers une paroi endommagée ou un réseau de fuite sont développées. En raison du coup du calcul, les modélisations explicites de l'endommagement et de l'écoulement à travers un réseau de fuite semblent être limitées pour l'étude sur une grande structure. En revanche, concernant le transport de fluide, les méthodes basées sur la prise en compte simplifiée de la morphologie du croisement entre les fissures transverses donnent de bonnes tendances.

Le verrou se situe donc sur la prédiction du réseau de fissure et par conséquent de l'endommagement en fonction du chargement. En ce sens, [Laeuffer, 2017] a mis en place un méso-modèle d'endommagement basé sur le modèle de [Huchette, 2005] étendu pour prédire l'endommagement d'un stratifié à partir d'un double critère en énergie et en résistance.

Ce travail de thèse a permis d'intégrer différents phénomènes à ce modèle. Tout d'abord, nous avons ajouté l'effet des dilatations thermiques et l'influence de la température sur les propriétés du matériau. Ces aspects ont été validés par une confrontation du modèle aux cinétiques de fissuration transverse expérimentales relevées dans le chapitre 1.

L'étude d'une stratification plus complexe a permis de mettre en évidence l'importance de la prise en compte de la mixité des modes pour décrire correctement le processus de fissuration de plis soumis à une sollicitation mixte. En ce sens, la formulation de [Benzeggagh and Kenane, 1996] a été ajoutée au modèle.

À l'aide des résultats expérimentaux des chapitres précédents, nous avons pu mettre en place une formulation permettant de prendre en compte les effets d'interaction entre plis endommagés. Cette formulation phénoménologique et non-locale se base sur une correction de la déformation transverse des plis adjacents aux plis endommagés. À partir des taux de fissuration des plis adjacents et du pli considéré, la modification du champ de déformation permet d'abaisser le seuil d'endommagement sur les deux critères d'évolution des taux de fissuration des plis adjacents et du pli considéré. La pertinence de la formulation a été confrontée aux résultats expérimentaux du premier chapitre à température ambiante et à -130 °C.

Aussi, les paramètres de loi phénoménologique proposée par [Laeuffer, 2017] pour prédire les taux de croisement ont été identifiés sur les résultats expérimentaux du chapitre 1. Cependant, le manque de données expérimentales ne permet pas d'identifier le rôle de certains paramètres comme l'angle entre les plis, la longueur des fissures transverses ou la mixité du mode de chargement.

Enfin, nous avons proposé une confrontation du modèle avec un essai représentatif de l'application industrielle visée. Il en ressort que le modèle donne des tendances intéressantes quant à la prédiction des seuils de fissuration des plis du stratifié et de l'apparition des premiers points de fuite.

Les futurs essais sur éprouvettes tubulaires permettront d'améliorer la construction des lois phénoménologiques permettant de prédire à la fois les interactions entre plis et les taux de croisement en fonction du chargement appliqué, mais également des paramètres de la stratification. Le modèle pourra alors être complété par une loi phénoménologique gouvernant la densité de chemins de fuite et un méso-modèle hydraulique intégrant l'ouverture des fissures sous l'effet du chargement.

Conclusion générale

Bilan des travaux de thèse

Le développement de réservoirs cryogéniques en composite sans liner nécessite d'étudier le comportement élasto-endommageable d'un composite stratifié en fonction du chargement thermomécanique appliqué à la structure. En effet, au cours du chargement, des mécanismes de fissuration apparaissent et coalescent pour créer des réseaux de fissures. Ces réseaux constituent des points de fuite qui impactent fortement la perméabilité du matériau. L'objectif de ces travaux de recherche est de proposer un méso-modèle de prédiction de l'endommagement et de la perméabilité d'un composite stratifié en fonction de la sollicitation thermomécanique appliquée. A partir des travaux déjà réalisés au sein du laboratoire, ces travaux de thèse visaient à étendre le domaine d'application du méso-modèle de prédiction afin de le rendre exploitable en bureau d'étude. En ce sens, les outils expérimentaux mis en place au cours des travaux précédents ont été développés pour une exploitation de la température ambiante aux très basses températures. Aussi, une stratégie de modélisation explicite de l'endommagement a été proposée afin de compléter les observations expérimentales. Enfin, les données issues des essais expérimentaux et virtuels ont été intégrées au modèle permettant de prendre en compte les effets de la température, de la mixité de mode de chargement et des effets d'interactions entre les plis endommagés afin de prédire plus finement l'endommagement et la perméabilité d'un composite stratifié.

Dans un premier chapitre, nous avons proposé une série de protocoles expérimentaux permettant de caractériser le comportement élasto-endommageable et les effets d'interactions entre plis endommagés de la température ambiante aux très basses températures. Comme l'appuyait la littérature, nous avons pu noter une rigidification globale du pli unidirectionnel notamment dans les directions dépendantes du comportement de la matrice. Les essais de fissuration ont permis de mettre en évidence l'impact significatif de la diminution de la température sur le seuil de fissuration transverse du pli. Aussi, l'utilisation couplée des observations de microscopie et de micro-tomographie nous ont permis d'observer que les mécanismes et scénarios d'endommagement sont similaires de l'ambiante aux basses températures. Enfin, les essais de tomographie ont mis en évidence les phénomènes d'interactions entre plis endommagés également présents à basse température.

Le deuxième chapitre s'attache à proposer une stratégie de modélisation discrète des méso-dommages au sein d'un composite stratifié basée sur la méthode des zones cohésives. L'utilisation d'une loi cohésive endommageable pour représenter un phénomène fragile, habituellement décrit par la mécanique de la rupture, s'avère complexe. Cependant, en posant un critère de fissuration basé sur une confrontation avec la mécanique de la rupture et en représentant la variabilité du matériau, le modèle s'est révélé intéressant pour qualifier le scénario d'endommagement d'un composite stratifié à l'échelle mésoscopique. Aussi, la modélisation explicite des dommages a permis d'accéder à des grandeurs locales telles que le champ de contraintes au voisinage d'une fissure longue et ainsi analyser la cinétique d'apparition des fissures courtes le long d'une fissure longue. En revanche, les temps de calcul limitent la taille du modèle et donc sa représentativité. Ainsi une exploitation quantitative incluant l'influence de certains paramètres comme l'effet de la stratification ou de la mixité du mode de sollicitation sur les phénomènes d'interactions n'a pas pu être réalisée dans ce travail.

Le troisième chapitre présente le développement d'un banc d'essai permettant de relier un chargement thermomécanique à la perméabilité d'une structure sollicitée de manière représentative par rapport à l'application industrielle. En effet, la fabrication de pièces cylindriques, par placement automatisé de fibres, a permis d'une part de générer des défauts représentatifs de la structure réelle et d'autre part de s'affranchir des effets de bord afin d'obtenir un chargement homogène monoaxial ou biaxial de la température ambiante aux très basses températures. Le banc d'essai permet de localiser les chemins de fuite débouchants, de quantifier leur débit de fuite et d'analyser leur morphologie à l'aide de moyens d'observations post-mortem par microscopie et micro-tomographie.

Enfin, le quatrième et dernier chapitre présente le méso-modèle de prédiction de l'endommagement et des chemins de fuite d'un composite stratifié soumis à une sollicitation thermomécanique plane. Dans un premier temps, nous présentons la structure du méso-modèle basé sur une stratégie hybride établie à partir d'une approche multi-échelles avec une analogie entre la mécanique de la rupture à l'échelle microscopique et la mécanique de l'endommagement à l'échelle mésoscopique. Le méso-modèle construit dans les travaux précédents a été étendu aux basses températures. Aussi, l'ajout des effets d'interactions entre les plis endommagés à travers une approche phénoménologique a permis de mener une confrontation du modèle avec un essai représentatif de l'application industrielle.

Aujourd'hui les protocoles expérimentaux développés dans cette thèse sont utilisés par les partenaires industriels pour comparer la réponse de différents matériaux et valider certains choix technologiques. Par ailleurs, le méso-modèle a été implémenté dans l'outil de pré-dimensionnement du bureau d'étude d'ArianeGroup afin d'être confronté aux méthodes antérieures de calcul qui s'avéraient très conservatives.

Perspectives de travail

Dans l'idée d'améliorer la capacité de prédiction du méso-modèle proposé, plusieurs perspectives sont à envisager.

Les outils expérimentaux permettant d'alimenter le méso-modèle sont désormais développés et validés sur le domaine d'utilisation de l'application industrielle. Cependant, les essais sur éprouvettes tubulaires n'ont été exploités que partiellement durant ces travaux de thèse. Un des premiers axes de poursuites sera donc de réaliser des campagnes d'essais pour évaluer plusieurs points. Les essais sur tubes permettent de générer des chargements multi-axiaux à l'échelle du stratifié mais également à l'échelle du pli, non reproductibles sur une éprouvette rectangulaire. Ces données sont indispensables car elles pourraient notamment alimenter le modèle concernant l'effet du cisaillement sur le mécanisme de fissuration transverse ou encore identifier les paramètres influents dans la mise en place des phénomènes d'interaction entre plis endommagés (angle entre plis, multi-axialité du chargement et longueur des fissures). Les travaux réalisés jusqu'alors mettent en évidence l'impact non négligeable des défauts liés à la stratégie de placement de fibres (présence de "gap" ou "over-lap"). Ainsi, nous pouvons envisager de réaliser des éprouvettes avec des défauts calibrés qui seraient caractérisés avant essai afin de déterminer de manière quantitative et paramétrique le lien entre défaut, morphologie des endommagements et perméabilité. Par ailleurs, nous pouvons supposer que l'introduction de singularités géométriques sur un réservoir telle qu'une zone avec des reprises de plis (augmentation d'épaisseur) ou une forme doublement incurvée (fond d'un réservoir) pourrait également avoir un impact sur les mécanismes d'endommagement et ce en présence ou non de défauts. Une exploitation particulière du dispositif d'essai sur tube pourra être menée pour identifier précisément l'influence de ces défauts et/ou singularités sur l'amorçage et l'évolution des dommages au sein du composite stratifié.

Les travaux entamés pour la mise en place d'essais virtuels en modélisant explicitement les méso-dommages au sein d'un composite stratifié sont encourageants puisqu'ils permettent d'accéder à des grandeurs locales et d'identifier précisément des phénomènes tels que l'interaction entre l'endommagement de plis adjacents. Actuellement, les temps de calcul limitent la taille du modèle et donc sa représentativité. Par ailleurs, l'utilisation de la mécanique de l'endommagement via des zones cohésives pour représenter un processus fragile ou quasi-fragile présente certaines limites mises en évidence dans le chapitre 2. Cette stratégie de modélisation pourrait être poursuivie avec une approche basée sur la mécanique de la rupture incrémentale.

Ainsi, sur le même type de cellules représentatives, la réalisation de calculs purement élastiques sur un grand nombre de configurations d'endommagement sur un stratifié contenant plusieurs plis endommagés pourrait être proposée. Ce genre d'approche permettrait d'identifier le taux de restitution d'énergie associé à différents scénarios d'endommagement et notamment au développement des fissures courtes le long des fissures longues afin, éventuellement, de prendre en compte la longueur des fissures dans le méso-modèle. Des défauts caractéristiques ou des singularités géométriques pourront également être intégrés aux cellules représentatives pour comprendre plus finement leurs effets.

Enfin, le méso-modèle doit être enrichi et affiné à l'aide des données expérimentales et numériques issues des propositions précédentes. Ces améliorations pourront passer par l'introduction de nouvelles variables d'endommagement à l'échelle mésoscopique (longueur des fissures), de lois phénoménologiques permettant de relier le taux de croisements au taux de chemins de fuite ou encore d'un modèle d'écoulement permettant de prédire le débit de fuite d'une paroi en fonction du chargement appliqué. La pertinence du modèle pourra ensuite être évaluée à partir de confrontations expérimentales permettant à la fois d'évaluer son domaine de validité (séquencement du chargement thermomécanique et multi-axial, stratification) et sa capacité à prédire le débit de fuite de stratifications représentatives de l'application industrielle. Au fur et à mesure de son développement, ce modèle pourra être transféré vers le bureau d'étude d'ArianeGroup pour créer un outil métier. Cet outil pourra être exploité pour réaliser des études de sensibilité, définir des plans d'expérience, construire des abaques pour le pré-dimensionnement de réservoirs et l'optimisation locale de stratifications. L'intégration de cet outil dans un code éléments finis, en post-traitement par exemple, peut également être envisagée afin de prédire le débit de fuite d'une structure complète.

Bibliographie

[Abdullah et al., 2017] Abdullah, N. A., Curiel-Sosa, J. L., Taylor, Z. A., Tafazzolimoghaddam, B., Martinez Vicente, J. L., and Zhang, C. (2017). Transversal crack and delamination of laminates using XFEM. *Composite Structures*, 173 :78–85.

[Ahlborn and Knaak, 1988] Ahlborn, K. and Knaak, S. (1988). Cryogenic mechanical behaviour of a thick-walled carbon fibre reinforced plastic structure. *Cryogenics*, 28(4) :273–277.

[Allix and Ladevèze, 1992] Allix, O. and Ladevèze, P. (1992). Interlaminar interface modelling for the prediction of delamination. *Composite Structures*, 22(4) :235–242.

[Anon, 2000] Anon (2000). Final Report of the X-33 Liquid Hydrogen Tank Test Investigation Team.

[Aoki et al., 2000] Aoki, T., Ishikawa, T., Kumazawa, H., and Morino, Y. (2000). Mechanical performance of CF/polymer composite laminates under cryogenic conditions. volume 1, pages 1448–1455.

[Aoki et al., 2001] Aoki, T., Ishikawa, T., Kumazawa, H., and Morino, Y. (2001). Cryogenic mechanical properties of CF/polymer composites for tanks of reusable rockets. *Advanced Composite Materials : The Official Journal of the Japan Society of Composite Materials*, 10(4) :349–356.

[Arbaoui et al., 2012] Arbaoui, J., Malenfant, J., Wahl, J., and Bois, C. (2012). Etude expérimentale et modélisation de l'endommagement pour la prévision de la perméabilité des matériaux composites destinés aux applications spatiales. In *Symposium international sur les matériaux et les technologies de l'aéronautique*, Fés, Maroc.

[Barenblatt, 1962] Barenblatt, G. I. (1962). The Mathematical Theory of Equilibrium Cracks in Brittle Fracture. In Dryden, H. L., von Kármán, T., Kuerti, G., van den Dungen, F. H., and Howarth, L., editors, *Advances in Applied Mechanics*, volume 7, pages 55–129. Elsevier.

[Beakou et al., 2011] Beakou, A., Cano, M., Le Cam, J. B., and Verney, V. (2011). Modelling slit tape buckling during automated prepreg manufacturing : A local approach. *Composite Structures*, 93(10) :2628–2635.

[Bechel et al., 2003] Bechel, V. T., Fredin, M. B., Donaldson, S. L., Kim, R. Y., and Camping, J. D. (2003). Effect of stacking sequence on micro-cracking in a cryogenically cycled carbon/bismaleimide composite. *Composites Part A : Applied Science and Manufacturing*, 34(7) :663–672.

[Bechel and Kim, 2004] Bechel, V. T. and Kim, R. Y. (2004). Damage trends in cryogenically cycled carbon/polymer composites. *Composites Science and Technology*, 64(12) :1773–1784.

[Bechel et al., 2006] Bechel, V. T., Negilski, M., and James, J. (2006). Limiting the permeability of composites for cryogenic applications. *Composites Science and Technology*, 66(13) :2284–2295.

[Benzeggagh and Kenane, 1996] Benzeggagh, M. L. and Kenane, M. (1996). Measurement of mixed-mode delamination fracture toughness of unidirectional glass/epoxy composites with mixed-mode bending apparatus. *Composites Science and Technology*, 56(4) :439–449.

[Bergoglio and Mari, 2012] Bergoglio, M. and Mari, D. (2012). Leak rate metrology for the society and industry. *Measurement*, 45(10) :2434–2440.

[Berthelot, 2012] Berthelot, J.-M. (2012). *Matériaux composites (5ème Éd.)*. Librairie Lavoisier, Institut Superieur des Matériaux et Mécaniques Avancés.

[Bois et al., 2014] Bois, C., Malenfant, J.-C., Wahl, J.-C., and Danis, M. (2014). A multiscale damage and crack opening model for the prediction of flow path in laminated composite. *Composites Science and Technology*, 97 :81–89.

[Bois et al., 2007] Bois, C., Montagnier, O., and Hochard, C. (2007). Caracterisation du comportement en compression de materiaux composites par essais de flexion pure. In *15ème Journées Nationales sur les matériaux Composites*, Marseille.

[Boissin et al., 2017] Boissin, E., Christophe Bois, Wahl, J.-C., and Bois, C. (2017). Caractérisation du comportement mécanique en fatigue d'un stratifié à matrice thermoplastique acrylique et fibres de verre. In *19ème Journées Nationales sur les matériaux Composites*, Champs sur Marne.

[Bouvet et al., 2009] Bouvet, C., Castanié, B., Bizeul, M., and Barrau, J.-J. (2009). Low velocity impact modelling in laminate composite panels with discrete interface elements. *International Journal of Solids and Structures*, 46(14-15) :2809–2821.

[Béranger et al., 2009] Béranger, G., Tiers, J.-F., and Duffaut, F. (2009). Invar - Famille d'alliages fonctionnels. Techniques de l'Ingénieur.

[Camanho et al., 2003] Camanho, P. P., Davila, C. G., and de Moura, M. F. (2003). Numerical Simulation of Mixed-Mode Progressive Delamination in Composite Materials. *Journal of Composite Materials*, 37(16) :1415–1438.

[Caous et al., 2017] Caous, D., Bois, C., Wahl, J.-C., Palin-Luc, T., and Valette, J. (2017). A method to determine composite material residual tensile strength in the fibre direction as a function of the matrix damage state after fatigue loading. *Composites Part B : Engineering*, 127 :15–25.

[Cercignani, 1988] Cercignani, C. (1988). *The Boltzmann Equation and Its Applications*. Applied Mathematical Sciences. Springer-Verlag, New York.

[Charrier et al., 2011] Charrier, J.-S., Carrere, N., Laurin, F., Goncalves-Novo, E., and Mahdi, S. (2011). Proposition d'une méthode d'analyse dédiée aux structures composites soumises à des sollicitations hors-plans. In AMAC, editor, *17èmes Journées Nationales sur les Composites (JNC17)*, page 116, Poitiers-Futuroscope, France.

[Danzi et al., 2017] Danzi, F., Fanteria, D., Panettieri, E., and Palermo, M. (2017). A numerical micro-mechanical study of the influence of fiber–matrix interphase failure on carbon/epoxy material properties. *Composite Structures*, 159 :625–635.

[Darcy, 1856] Darcy, H. (1856). *Les fontaines publiques de la ville de Dijon. Exposition et application des principes à suivre et des formules à employer dans les questions de distribution d'eau : ouvrage terminé par un appendice relatif aux fournitures d'eau de plusieurs villes au filtrage des eaux et à la fabrication des tuyaux de fonte, de plomb, de tole et de bitume*. Dalmont.

[Defauchy et al., 2018] Defauchy, V., Le Corre, H., and Colin, X. (2018). Simulation of the Oxygen Permeability of a Composite Container. *Journal of Composites Science*, 2(2) :21. Number : 2 Publisher : Multidisciplinary Digital Publishing Institute.

[Directive 2014/68/UE, 2014] Directive 2014/68/UE (2014). Directive 2014/68/UE du Parlement européen et du Conseil du 15 mai 2014 relative à l'harmonisation des législations des États membres concernant la mise à disposition sur le marché des équipements sous pression Texte présentant de l'intérêt pour l'EEE. Code Number : 189 Library Catalog : EUR-Lex.

[Disdier et al., 1998] Disdier, S., Rey, J. M., Pailler, P., and Bunsell, A. R. (1998). Helium permeation in composite materials for cryogenic application. *Cryogenics*, 38(1) :135–142.

[Doitrand, 2016] Doitrand, A. (2016). *Endommagement à l'échelle mésoscopique et son influence sur la tenue mécanique des matériaux composites tissés*. Thèse de doctorat, Université de Bretagne Occidentale, Brest.

[Donaldson and Kim, 2005] Donaldson, S. and Kim, R. (2005). Ply level behavior of carbon/epoxy composites mechanically cycled at cryogenic temperature. volume 7, pages 4375–4379.

[Donaldson et al., 2004] Donaldson, S., Kim, R., and Trejo, R. (2004). Damage development in laminates mechanically cycled at cryogenic temperature. volume 4, pages 2917–2926.

[Dugdale, 1960] Dugdale, D. (1960). Yielding of steel sheets containing slits. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 8(2) :100–104.

[Dullien, 1992] Dullien, F. (1992). *Porous Media : fluid transport and pore structure.* Second edition edition.

[Falk et al., 2001] Falk, M. L., Needleman, A., and Rice, J. R. (2001). A Critical Evaluation of Cohesive Zone Models of Dynamic Fracture. *Journal de Physique IV*.

[Feng et al., 2014] Feng, Q.-P., Deng, Y.-H., Xiao, H.-M., Liu, Y., Qu, C.-B., Zhao, Y., and Fu, S.-Y. (2014). Enhanced cryogenic interfacial normal bond property between carbon fibers and epoxy matrix by carbon nanotubes. *Composites Science and Technology*, 104 :59–65.

[Flanagan et al., 2017] Flanagan, M., Grogan, D. M., Goggins, J., Appel, S., Doyle, K., Leen, S. B., and Ó Brádaigh, C. M. (2017). Permeability of carbon fibre PEEK composites for cryogenic storage tanks of future space launchers. *Composites Part A : Applied Science and Manufacturing*, 101 :173–184.

[Flores et al., 2018] Flores, M., Sesar, N., Wheeler, B., Sharits, A., and Mollenhauer, D. (2018). Discrete Damage Modeling for a Transverse Compression Experiment of a Polymer Matrix Composite. *Proceedings of the American Society for Composites — Thirty-third Technical Conference*.

[Fu, 2013] Fu, S.-Y. (2013). Cryogenic Properties of Polymer Materials. In Kalia, S. and Fu, S.-Y., editors, *Polymers at Cryogenic Temperatures*, pages 9–39. Springer, Berlin, Heidelberg.

[Garrett and Bailey, 1977] Garrett, K. W. and Bailey, J. E. (1977). Multiple transverse fracture in 90° cross-ply laminates of a glass fibre-reinforced polyester. *Journal of Materials Science*, 12(1) :157–168.

[Gates et al., 2012] Gates, T., Whitley, K., Grenoble, R., and Bandorawalla, T. (2012). Thermal/Mechanical Durability of Polymer-Matrix Composites in Cryogenic Environments. In *44th AIAA/ASME/ASCE/AHS/ASC Structures, Structural Dynamics, and Materials Conference*. American Institute of Aeronautics and Astronautics.

[Gay, 2014] Gay, D. (2014). *Composite Materials : Design and Applications, Third Edition.*

[Germaneau, 2007] Germaneau, A. (2007). *Développement de techniques de mesure dans le volume : photoélasticimétrie 3D par découpage optique et corrélation volumique par tomographie optique et rayons X. Application à l'étude des effets mécaniques 3D dans les structures et les biomatériaux.* Thèse de doctorat, Université de Poitiers.

[Grogan et al., 2015a] Grogan, D. M., Ó Brádaigh, C. M., and Leen, S. B. (2015a). A combined XFEM and cohesive zone model for composite laminate microcracking and permeability. *Composite Structures*, 120 :246–261.

[Grogan et al., 2015b] Grogan, D. M., Ó Brádaigh, C. M., McGarry, J. P., and Leen, S. B. (2015b). Damage and permeability in tape-laid thermoplastic composite cryogenic tanks. *Composites Part A : Applied Science and Manufacturing*, 78 :390–402.

[Grogan et al., 2014a] Grogan, D. M., Leen, S. B., and Ó Brádaigh, C. M. (2014a). An XFEM-based methodology for fatigue delamination and permeability of composites. *Composite Structures*, 107 :205–218.

[Grogan et al., 2014b] Grogan, D. M., Leen, S. B., Semprimoschnig, C. O. A., and Ó Brádaigh, C. M. (2014b). Damage characterisation of cryogenically cycled carbon fibre/-PEEK laminates. *Composites Part A : Applied Science and Manufacturing*, 66 :237–250.

[Ha et al., 2015] Ha, K., Baek, H., and Park, K. (2015). Convergence of fracture process zone size in cohesive zone modeling. *Applied Mathematical Modelling*, 39(19) :5828–5836.

[Halm et al., 2017] Halm, D., Fouillen, F., Lainé, E., Gueguen, M., Bertheau, D., and van Eekelen, T. (2017). Composite pressure vessels for hydrogen storage in fire conditions : Fire tests and burst simulation. *International Journal of Hydrogen Energy*, 42(31) :20056–20070.

[Hart-Smith, 2004] Hart-Smith, L. (2004). Bolted joint analyses for composite structures - Current empirical methods and future scientific prospects. *ASTM Special Technical Publication*, pages 127–160.

[Hashin, 1996] Hashin, Z. (1996). Finite thermoelastic fracture criterion with application to laminate cracking analysis. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 44(7) :1129–1145.

[Higuchi et al., 2017] Higuchi, R., Okabe, T., and Nagashima, T. (2017). Numerical simulation of progressive damage and failure in composite laminates using XFEM/CZM coupled approach. *Composites Part A : Applied Science and Manufacturing*, 95 :197–207.

[Hochard et al., 2007] Hochard, C., Lahellec, N., and Bordreuil, C. (2007). A ply scale non-local fibre rupture criterion for CFRP woven ply laminated structures. *Composite Structures*, 80(3) :321–326.

[Hochard and Thollon, 2010] Hochard, C. and Thollon, Y. (2010). A generalized damage model for woven ply laminates under static and fatigue loading conditions. *International Journal of Fatigue*, 32(1) :158–165.

[Huchette, 2005] Huchette, C. (2005). *Sur la complémentarité des approches expérimentales et numériques pour la modélisation des mécanismes d'endommagement des composites stratifiés*. Thèse de doctorat, Université Paris 6.

[Huchette et al., 2006] Huchette, C., Lévêque, D., and Carrère, N. (2006). A multiscale damage model for composite laminate based on numerical and experimental complementary tests. In *Proceedings of the IUTAM Symposium on Multiscale Modelling of Damage and Fracture Processes in Composite Materials*, volume 135 of *IUTAM Symposium on Multiscale Modelling of Damage and Fracture Processes in Composite Materials*, pages 241–248, Dolny.

[Iarve et al., 2011] Iarve, E. V., Gurvich, M. R., Mollenhauer, D. H., Rose, C. A., and Dávila, C. G. (2011). Mesh-independent matrix cracking and delamination modeling in laminated composites. *International Journal for Numerical Methods in Engineering*, 88(8) :749–773.

[Jackson and Ratcliffe, 2013] Jackson, W. and Ratcliffe, J. (2013). Investigation of the Leak Response of a CarbonFiber Laminate Loaded in Biaxial Tension. volume 2, pages 1116–1133.

[Jannot and Lasseux, 2012] Jannot, Y. and Lasseux, D. (2012). A new quasi-steady method to measure gas permeability of weakly permeable porous media. *Review of Scientific Instruments*, 83(1).

[Kara et al., 2018] Kara, M., Kırıcı, M., Tatar, A. C., and Avcı, A. (2018). Impact behavior of carbon fiber/epoxy composite tubes reinforced with multi-walled carbon nanotubes at cryogenic environment. *Composites Part B : Engineering*, 145 :145–154.

[Kim and Donaldson, 2006] Kim, R. and Donaldson, S. (2006). Experimental and analytical studies on the damage initiation in composite laminates at cryogenic temperatures. *Composite Structures*, 76(1-2) :62–66.

[Kim et al., 2006] Kim, R., Sihn, S., and Donaldson, S. (2006). Effect of ply thickness on the damage development in composite laminates. volume 51.

[Klinkenberg, 1941] Klinkenberg, L. J. (1941). The Permeability Of Porous Media To Liquids And Gases.

[Kumazawa et al., 2003] Kumazawa, H., Aoki, T., and Susuki, I. (2003). Analysis and Experiment of Gas Leakage Through Composite Laminates for Propellant Tanks. *AIAA Journal*, 41(10) :2037–2044.

[Kumazawa et al., 2006a] Kumazawa, H., Aoki, T., and Susuki, I. (2006a). Influence of stacking sequence on leakage characteristics through CFRP composite laminates. *Composites Science and Technology*, 66(13) :2107–2115.

[Kumazawa et al., 2006b] Kumazawa, H., Hayashi, H., Susuki, I., and Utsunomiya, T. (2006b). Damage and permeability evolution in CFRP cross-ply laminates. *Composite Structures*, 76(1–2) :73–81.

[Kumazawa and Whitcomb, 2008] Kumazawa, H. and Whitcomb, J. (2008). Numerical Modeling of Gas Leakage Through Damaged Composite Laminates :. *Journal of Composite Materials*.

[Ladeveze and LeDantec, 1992] Ladeveze, P. and LeDantec, E. (1992). Damage modelling of the elementary ply for laminated composites. *Composites Science and Technology*, 43(3) :257–267.

[Ladevèze, 1992] Ladevèze, P. (1992). A damage computational method for composite structures. *Computers and Structures*, 44(1-2) :79–87.

[Ladevèze and Lubineau, 2003] Ladevèze, P. and Lubineau, G. (2003). Pont entre les « micro » et « méso » mécaniques des composites stratifiés. *Comptes Rendus Mécanique*, 331(8) :537–544.

[Laeuffer, 2017] Laeuffer, H. (2017). *Caractérisation et prédiction du réseau de fissures dans les composites stratifiés - Application aux réservoirs de lanceurs spatiaux sans liner*. Thèse de doctorat, ENSAM ParisTech.

[Laeuffer et al., 2017] Laeuffer, H., Arbaoui, J., Bois, C., Lavelle, F., Perry, N., and Wahl, J.-C. (2017). A new device to measure permeability evolution under pressure loading : Application to CFRP pipes. *Measurement*, 98 :68–76.

[Laeuffer et al., 2018] Laeuffer, H., Briand, T., Bois, C., and Wahl, J.-C. (2018). Modelling crack network in laminated composites using complementary observation technics. Athens, Greece.

[Lafarie-Frenot and Ho, 2006] Lafarie-Frenot, M. C. and Ho, N. Q. (2006). Influence of free edge intralaminar stresses on damage process in CFRP laminates under thermal cycling conditions. *Composites Science and Technology*, 66(10) :1354–1365.

[Lan, 2016] Lan, M. (2016). *Étude de l'influence des singularités créées par la technique de placement de fibres automatisé sur les performances des matériaux composites*. Thèse de doctorat, Université de Bretagne Sud.

[Lapczyk and Hurtado, 2007] Lapczyk, I. and Hurtado, J. A. (2007). Progressive damage modeling in fiber-reinforced materials. *Composites Part A : Applied Science and Manufacturing*, 38(11) :2333–2341.

[Laurin et al., 2013] Laurin, F., Carrere, N., Huchette, C., and Maire, J.-F. (2013). A multiscale hybrid approach for damage and final failure predictions of composite structures. *Journal of Composite Materials*, 47(20-21) :2713–2747.

[Lavoie and Adolfsson, 2001] Lavoie, J. A. and Adolfsson, E. (2001). Stitch Cracks in Constraint Plies Adjacent to a Cracked Ply. *Journal of Composite Materials*, 35(23) :2077–2097.

[Le Goff, 2013] Le Goff, E. (2013). *Etude des transferts de charges dans les alésages composites, application aux renforcements par bague frettée collée.* Thèse de doctorat, Université Bordeaux 1.

[Le Goff et al., 2017] Le Goff, E., Bois, C., and Wargnier, H. (2017). A progressive intra- and inter-laminar damage model to predict the effect of out-of-plane confinement on pin-bearing behaviour of laminated composites. *Journal of Composite Materials*, 51(4) :433–450.

[Leguillon, 2002] Leguillon, D. (2002). Strength or toughness ? A criterion for crack onset at a notch. *European Journal of Mechanics - A/Solids*, 21(1) :61–72.

[Lejeunes and Bourgeois, 2018] Lejeunes, S. and Bourgeois, S. (2018). Homtools : Homogeneization toolbox for Abaqus. Technical report.

[Lemaitre et al., 2009] Lemaitre, J., Chaboche, J.-L., and Benallal, A. (2009). *Mécanique des matériaux solides Ed. 3.* Dunod.

[Li et al., 2016] Li, F., Hua, Y., Qu, C.-B., Xiao, H.-M., and Fu, S.-Y. (2016). Greatly enhanced cryogenic mechanical properties of short carbon fiber/polyethersulfone composites by graphene oxide coating. *Composites Part A : Applied Science and Manufacturing*, 89 :47–55.

[Liu et al., 2011] Liu, X., Cheng, L., Zhang, L., Dong, N., Wu, S., and Meng, Z. (2011). Tensile properties and damage evolution in a 3D C/SiC composite at cryogenic temperatures. *Materials Science and Engineering : A*, 528(25–26) :7524–7528.

[Lu et al., 2002] Lu, C., Danzer, R., and Fischer, F. D. (2002). Fracture statistics of brittle materials : Weibull or normal distribution. *Physical Review E*, 65(6) :067102. Publisher : American Physical Society.

[Lubineau, 2008] Lubineau, G. (2008). Estimation of residual stresses in laminated composites using field measurements on a cracked sample. *Composites Science and Technology*, 68(13) :2761–2769.

[Lubineau, 2010] Lubineau, G. (2010). A Pyramidal Modeling Scheme for Laminates - Identification of Transverse Cracking. *International Journal of Damage Mechanics*, 19(4) :499–518.

[Maire and Chaboche, 1997] Maire, J. and Chaboche, J. L. (1997). A new formulation of continuum damage mechanics (CDM) for composite materials.

[Malenfant, 2012] Malenfant, J.-C. (2012). *Étude de l'influence de l'endommagement sur la perméabilité des matériaux composites, application à la réalisation d'un réservoir cryogénique sans liner.* Thèse de doctorat, Université Bordeaux 1.

[Marle, 2006] Marle, C.-M. (2006). Henry Darcy et les écoulements de fluides en milieu poreux. *Oil & Gas Science and Technology - Revue de l'IFP*, 61.

[Matzenmiller et al., 1995] Matzenmiller, A., Lubliner, J., and Taylor, R. (1995). A constitutive model for anisotropic damage in fiber-composites. *Mechanics of Materials*, 20(2) :125–152.

[Mechin and Keryvin, 2019] Mechin, P. Y. and Keryvin, V. (2019). Prediction of mechanical properties of Carbone-Epoxy composites based on constituants properties and micro-mechanical model. In *21ème Journées Nationales sur les Composites*, Bordeaux, Talence, France. École Nationale Supérieure d'Arts et Métiers (ENSAM) - Bordeaux.

[Menet, 2011] Menet, M.-C. (2011). Principes de la spectrométrie de masse. *Revue Francophone des Laboratoires*, 2011(437) :41–53.

[Mertiny and Gold, 2007] Mertiny, P. and Gold, A. (2007). Quantification of leakage damage in high-pressure fibre-reinforced polymer composite tubular vessels. *Polymer Testing*, 26(2) :172–179.

[Mix, 2005] Mix, P. (2005). *Introduction to Nondestructive Testing : A Training Guide*. John Wiley & Sons Inc., Hoboken, NJ, USA, second edition edition.

[Morandi, 2014] Morandi, P. (2014). *Développement d'une technique de tomographie par découpage optique rotatif pour la mesure résolue en temps de champs cinématiques 3D par corrélation d'images volumiques*. Thèse de doctorat, Université de Poitiers.

[Nairn, 2000] Nairn, J. A. (2000). 2.12 - Matrix Microcracking in Composites. In Kelly, A. and Zweben, C., editors, *Comprehensive Composite Materials*, pages 403–432. Pergamon, Oxford.

[Nairn et al., 1993] Nairn, J. A., Hu, S., and Bark, J. S. (1993). A critical evaluation of theories for predicting microcracking in composite laminates. *Journal of Materials Science*, 28(18) :5099–5111.

[NF EN 13185, 2001] NF EN 13185 (2001). Essais non destructif - Contrôle d'étanchéité - Méthode par gaz traceur.

[NF EN 1779, 1999] NF EN 1779 (1999). Essais non destructifs - Contrôle d'étanchéité - Critères de choix de la méthode et de la technique.

[Nobelen et al., 2003] Nobelen, M., Hayes, B. S., and Seferis, J. C. (2003). Cryogenic microcracking of rubber toughened composites. *Polymer Composites*, 24(6) :723–730.

[Oliver et al., 2015] Oliver, S. T., Gilbert, J. A., and Bower, M. V. (2015). Deformation of a Composite Disk Having a Tapered Clamped Boundary. *Experimental Mechanics*, 55(8) :1451–1463.

[Parvizi et al., 1978] Parvizi, A., Garrett, K., and Bailey, J. (1978). Constrained cracking in glass fibre-reinforced epoxy cross-ply laminates. *Journal of Materials Science*, 13(1) :195–201.

[Pavlick et al., 2009] Pavlick, M. M., Johnson, W. S., Jensen, B., and Weiser, E. (2009). Evaluation of mechanical properties of advanced polymers for composite cryotank applications. *Composites Part A : Applied Science and Manufacturing*, 40(4) :359–367.

[Peddiraju et al., 2007] Peddiraju, P., Noh, J., Whitcomb, J., and Lagoudas, D. C. (2007). Prediction of Cryogen Leak Rate through Damaged Composite Laminates. *Journal of Composite Materials*, 41(1) :41–71.

[Perry et al., 2013] Perry, N., Wahl, J. C., Bois, C., Pilato, A., and Bernard, A. (2013). Thick composite design for hydrogen vessels : A contribution to composite design method. *CIRP Annals*, 62(1) :139–142.

[Pilato, 2011] Pilato, A. (2011). *Caractérisation des structures composites bobinées épaisses, application à l'étude du comportement de réservoirs de stockage d'hydrogène.* Thèse de doctorat, Université Bordeaux I.

[Poiseuille, Jean-Léonard-Marie, 1840] Poiseuille, Jean-Léonard-Marie (1840). Recherches expérimentales sur le mouvement des liquides dans les tubes de très petits diamètre. In *Comptes rendus des séances de l'Académie des Sciences*, volume 11, pages 1041–1048.

[Post, 2015] Post, H. (2015). Reusability : The Key to Making Human Life Multi-Planetary.

[Raffaelli, 2006] Raffaelli, L. (2006). *Thermomechanics of Fibre Reinforced Epoxies for Cryogenic Pressurized Containment.* Thèse de doctorat, Technical University of Munich.

[Ransom et al., 2008] Ransom, J., Glaessgen, E., Raju, I., Knight, N., and Reeder, J. (2008). Lessons Learned from Recent Failure and Incident Investigations of Composite Structures.

[Reed, 2016] Reed, J. G. R. (2016). Performance Efficient Launch Vehicle Recovery and Reuse. Long Beach, CA, United States.

[Reed and Golda, 1994] Reed, R. P. and Golda, M. (1994). Cryogenic properties of unidirectional composites. *Cryogenics*, 34(11) :909–928.

[Reed and Walsh, 1994] Reed, R. P. and Walsh, R. P. (1994). Tensile Properties of Resins at Low Temperatures. In Reed, R. P., Fickett, F. R., Summers, L. T., and Stieg, M., editors, *Advances in Cryogenic Engineering Materials*, number 40 in An International Cryogenic Materials Conference Publication, pages 1129–1136. Springer US.

[Robinson et al., 2002] Robinson, M., Eichinger, J., and Johnson, S. (2002). Hydrogen permeability requirements and testing for reusable launch vehicle tanks. volume 3, pages 1708–1717.

[Robinson et al., 2004] Robinson, M., Johnson, S., Eichinger, J., Hand, M., and Sorensen, E. (2004). Trade study results for a second-generation reusable launch vehicle composite hydrogen tank. volume 6, pages 4427–4436.

[Roy et al., 2004] Roy, S., Utturkar, A., and Benjamin, M. (2004). Modeling of Permeability and Damage in Graphite/epoxy Laminates at Cryogenic Temperatures. In *45th AIAA/ASME/ASCE/AHS/ASC Structures, Structural Dynamics & Materials Conference*. American Institute of Aeronautics and Astronautics.

[Schilling et al., 2005] Schilling, P. J., Karedla, B. R., Tatiparthi, A. K., Verges, M. A., and Herrington, P. D. (2005). X-ray computed microtomography of internal damage in fiber reinforced polymer matrix composites. *Composites Science and Technology*, 65(14) :2071–2078.

[Schutz, 1998] Schutz, J. B. (1998). Properties of composite materials for cryogenic applications. *Cryogenics*, 38(1) :3–12.

[Scott et al., 2012] Scott, A. E., Sinclair, I., Spearing, S. M., Thionnet, A., and Bunsell, A. R. (2012). Damage accumulation in a carbon/epoxy composite : Comparison between a multiscale model and computed tomography experimental results. *Composites Part A : Applied Science and Manufacturing*, 43(9) :1514–1522.

[Segurado and Llorca, 2005] Segurado, J. and Llorca, J. (2005). A computational micromechanics study of the effect of interface decohesion on the mechanical behavior of composites. *Acta Materialia*, 53(18) :4931–4942.

[Shi, 2018] Shi, H. (2018). Effects of Cryogenic Temperature on Mechanical Properties of Carbon Fiber/Epoxy Composites. Athens, Greece.

[Sippel et al., 2015] Sippel, M., Kopp, A., Mattsson, D., Freund, J., Tapeinos, I., and Koussios, S. (2015). Final Results of Advanced Cryo-Tanks Research Project CHATT. Krakau, Polen. EUCASS.

[Soni et al., 2014] Soni, G., Singh, R., Mitra, M., and Falzon, B. G. (2014). Modelling matrix damage and fibre–matrix interfacial decohesion in composite laminates via a multi-fibre multi-layer representative volume element (M2RVE). *International Journal of Solids and Structures*, 51(2) :449–461.

[Sápi and Butler, 2020] Sápi, Z. and Butler, R. (2020). Properties of cryogenic and low temperature composite materials – A review. *Cryogenics*, 111 :103190.

[Stokes, 2003] Stokes, E. H. (2003). Hydrogen Permeability of a Polymer Based Composite Tank Material Under Tetra-Axial Strain.

[Tay et al., 2007] Tay, T. E., Liu, G., Yudhanto, A., and Tan, V. B. C. (2007). A Micro—Macro Approach to Modeling Progressive Damage in Composite Structures :. *International Journal of Damage Mechanics*.

[Timmerman et al., 2002] Timmerman, J. F., Tillman, M. S., Hayes, B. S., and Seferis, J. C. (2002). Matrix and fiber influences on the cryogenic microcracking of carbon fiber/epoxy composites. *Composites Part A : Applied Science and Manufacturing*, 33(3) :323–329.

[Turon et al., 2007] Turon, A., Dávila, C. G., Camanho, P. P., and Costa, J. (2007). An engineering solution for mesh size effects in the simulation of delamination using cohesive zone models. *Engineering Fracture Mechanics*, 74(10) :1665–1682.

[Van Der Meer and Dávila, 2013] Van Der Meer, F. and Dávila, C. (2013). Cohesive modeling of transverse cracking in laminates under in-plane loading with a single layer of elements per ply. *International Journal of Solids and Structures*, 50(20-21) :3308–3318.

[Van Der Sypt, 2020] Van Der Sypt, P. (2020). *Analyse et modélisation des chemins d'effort et de la dégradation des assemblages de type "HYPER joints"*. Thèse de doctorat, Université de Bordeaux.

[van Dongen et al., 2018] van Dongen, B., van Oostrum, A., and Zarouchas, D. (2018). A blended continuum damage and fracture mechanics method for progressive damage analysis of composite structures using XFEM. *Composite Structures*, 184 :512–522.

[Vandellos, 2011] Vandellos, T. (2011). *Développement d'une stratégie de modélisation du délaminage dans les structures composites stratifiées*. Thèse de doctorat, Université Bordeaux 1.

[Violeau, 2007] Violeau, D. (2007). *Une stratégie de calcul pour l'analyse à l'échelle "micro" des endommagements jusqu'à rupture des composites stratifiés*. phdthesis, École normale supérieure de Cachan - ENS Cachan.

[Vittecoq, 1991] Vittecoq, E. (1991). *Sur le comportement en compression des composites stratifies carbone-epoxy*. Thèse de doctorat, Paris 6.

[Wahl et al., 2011] Wahl, J.-C., Malenfant, J.-C., Bois, C., Danis, M., Lasseux, D., and Pailhes, J. (2011). Influence of thermomechanical loading on composite Material permeability : application to the design of a Linerless cryogenic tank. In *3st International Carbon Composites Conference*, Arcachon, France.

[Wei et al., 2015] Wei, W., Rongjin, H., Chuanjun, H., Zhao, Y., Li, S., and Laifeng, L. (2015). Cryogenic performances of T700 and T800 carbon fibre- epoxy laminates. *IOP Conference Series : Materials Science and Engineering*, 102 :012016.

[Weißgraeber et al., 2016] Weißgraeber, P., Leguillon, D., and Becker, W. (2016). A review of Finite Fracture Mechanics : crack initiation at singular and non-singular stress raisers. *Archive of Applied Mechanics*, 86(1) :375–401.

[Yokozeki et al., 2005a] Yokozeki, T., Aoki, T., and Ishikawa, T. (2005a). Experimental cryogenic gas leakage through damaged composite laminates for propellant tank application. *Journal of Spacecraft and Rockets*, 42(2) :363–366.

[Yokozeki et al., 2005b] Yokozeki, T., Aoki, T., Ogasawara, T., and Ishikawa, T. (2005b). Effects of layup angle and ply thickness on matrix crack interaction in contiguous plies of composite laminates. *Composites Part A : Applied Science and Manufacturing*, 36(9) :1229–1235.

[Yokozeki et al., 2009] Yokozeki, T., Ogasawara, T., Aoki, T., and Ishikawa, T. (2009). Experimental evaluation of gas permeability through damaged composite laminates for cryogenic tank. *Composites Science and Technology*, 69(9) :1334–1340.

[Yokozeki et al., 2006] Yokozeki, T., Ogasawara, T., and Ishikawa, T. (2006). Evaluation of gas leakage through composite laminates with multilayer matrix cracks : Cracking angle effects. *Composites Science and Technology*, 66(15) :2815–2824.

[Yonemoto et al., 2008] Yonemoto, K., Yamamoto, Y., Ebina, T., and Okuyama, K. (2008). High hydrogen gas barrier performance of carbon fiber reinforced plastic with non-metallic crystal layer. volume 52.

[Yu et al., 2015] Yu, B., Bradley, R. S., Soutis, C., Hogg, P. J., and Withers, P. J. (2015). 2D and 3D imaging of fatigue failure mechanisms of 3D woven composites. *Composites Part A : Applied Science and Manufacturing*, 77 :37–49.

[Yu et al., 2014] Yu, Y. H., Choi, I., Nam, S., and Lee, D. G. (2014). Cryogenic characteristics of chopped glass fiber reinforced polyurethane foam. *Composite Structures*, 107 :476–481.

[Zou et al., 2002] Zou, Z., Reid, S. R., Li, S., and Soden, P. D. (2002). Modelling Interlaminar and Intralaminar Damage in Filament-Wound Pipes under Quasi-Static Indentation. *Journal of Composite Materials*.

Annexe A

Documents complémentaires

Table des matières du chapitre A

A.1 Comportement des jauges de déformation à basse température II

A.2 Traitement d'image de tomographie avec Image-J III

A.3 Influence des conditions d'observation sur la mesure quantitative à partir d'images de tomographie VI

A.4 Choix et montage du joint d'étanchéité X

A.5 Dimensionnement de l'assemblage composite/métal du montage pour la mesure de perméabilité avec effet de fond . . . XII

A.1 Comportement des jauges de déformation à basse température

Cette annexe a pour objectif de présenter le comportement d'une jauge de déformation lorsque la température diminue. Les jauges proviennent du fabricant ®KYOWA. Nous avons placé deux types de jauges dans la direction circonférentielle d'une éprouvette tubulaire. Une première jauge, désignée KFGS, est auto-compensée de 10 °C à 100 °C. Elle est constituée d'un circuit en Cupro-Nickel figé dans une résine polyimide. Une autre, désignée KFL, constituée d'un circuit en Nichrome noyé dans une résine polyimide est auto-compensée de -196 °C à 50 °C. Les deux jauges sont choisies avec un coefficient de dilatation longitudinal égal à 11.10^{-6} °C^{-1}. Un cycle de température jusqu'à -100 °C est appliqué à l'éprouvette composite. Une fois la température jugée stabilisée, un chargement mécanique est appliqué à l'éprouvette. Le signal de chaque jauge est enregistré et présenté sur la figure A.1 en fonction.

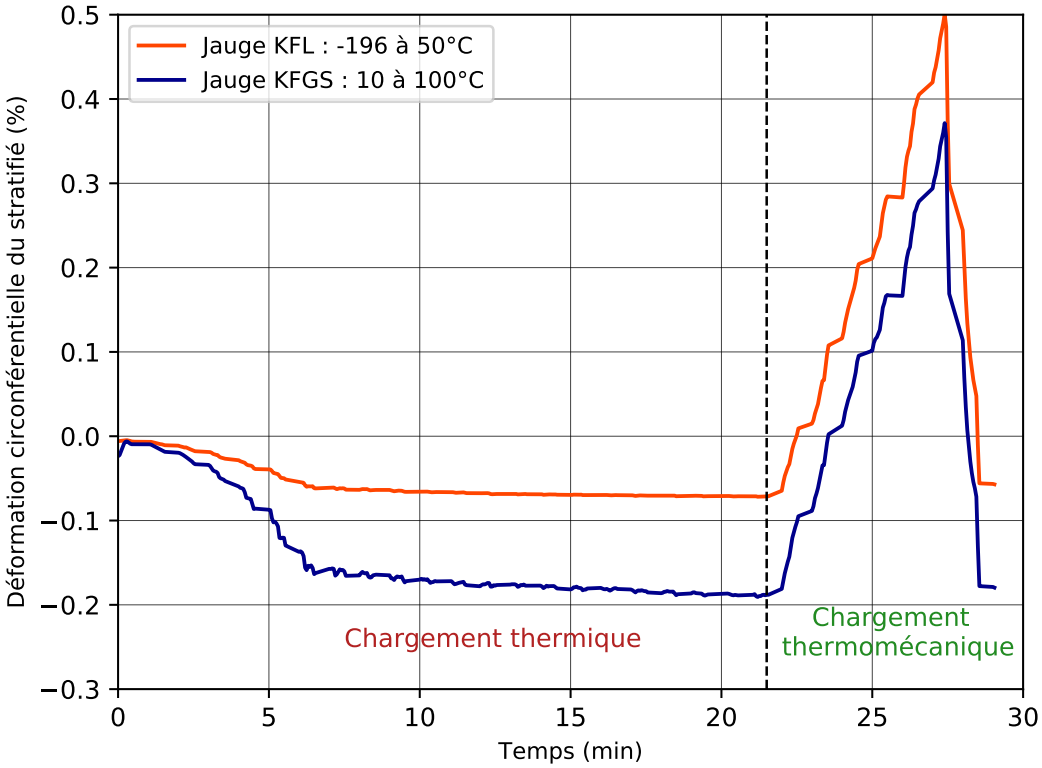


FIGURE A.1 – Évolution du signal de jauge en fonction du temps de l'essai.

On note une réponse stabilisée après le chargement thermique plus importante pour la jauge non compensée à basse température. D'autre part, le signal de la jauge KFL se stabilise plus rapidement. Une observation intéressante est le fait que malgré des valeurs initiales différentes, les variations de déformation mesurées lors du chargement mécanique sont similaires.

En effet, pour la jauge non compensée on mesure une déformation d'origine mécanique de 0,562 % contre 0,572 % pour la jauge compensée. Soit un écart de mesure d'environ 1,85 % que l'on peut supposer négligeable au vu des incertitudes de positionnement, de collage et de câblage des jauges de déformation. Il semblerait donc que pour des applications quasi-statiques, lorsqu'on souhaite avoir accès à une mesure de déformation d'origine mécanique, des jauges non compensées en température peuvent être utilisées. Cependant, nous avons préféré des jauges auto-compensées à basse température pour nos mesures afin de minimiser les erreurs de mesures et obtenir un signal de mesure stable plus rapidement pour optimiser le temps de nos paliers de chargement thermomécanique.

A.2 Traitement d'image de tomographie avec Image-J

La tomographie est une méthode de mesure qui génère des images brutes stockées dans des fichiers très volumineux. Il est donc nécessaire de traiter ces fichiers pour premièrement, faciliter leur manipulation et ensuite améliorer le rendu des images pour permettre la réalisation d'observations et de mesures. Cette annexe présente un protocole de traitement réalisé avec le logiciel $Image - J$.

Dans un premier temps, il est important de réduire au maximum le volume du fichier pour faciliter sa manipulation. Plusieurs moyens sont utilisés dans ces travaux. L'utilisation de la fonction de rognage (*Crop*) permet de ne garder que la partie des images qui nous intéresse. Dans notre cas, c'est une action indispensable et pertinente puisqu'il y a une grande différence entre le volume du stratifié scanné (10-x-10-x-1,5 mm^3) et le volume du scan (10-x-10-x-10 mm^3). La réduction du niveau de gris permet de réduire de moitié la taille du fichier sans perdre trop d'informations. A titre de comparaison, le même traitement d'images a été réalisé sur une séquence en 16-bit et une autre en 8-bit pour un résultat très proche in-fine. Enfin, il est possible de ne garder qu'une partie de la séquence d'images à l'aide des fonctions *Slice keeper et Slice remover*. Par exemple, si on choisit de ne garder qu'une image sur deux, la perte d'informations n'est pas significative et il est toujours possible de visualiser le volume. La taille du fichier est par conséquent divisée par deux. Avec ces trois actions, la taille du fichier est fortement amoindrie (passage d'un fichier de 8,2 Go à 300 Mo). Une perte d'informations est assumée car une fois le traitement d'images optimal défini, il est possible de le lancer sur un fichier plus complet avec les fonctions du menu *Macros*. Les fonctions du menu *Transform* permettent de réorienter l'image dans l'espace. La fonction *Reslice* permet de se replacer dans le plan souhaité.

La figure A.2 présente le séquencement de traitement d'images pour l'obtention d'une séquence d'images exploitables d'un point de vue qualitatif et quantitatif. Les images proposées concernent un réseau de fissures obtenu sur la stratification $[0/\pm 60/90_{0.5}]_S$ étudié dans la section 1.5 du chapitre 1.

Le réseau présenté est obtenu après l'application d'une déformation longitudinale de 1,02 % sur une éprouvette droite stabilisée à une température de -130 °C.

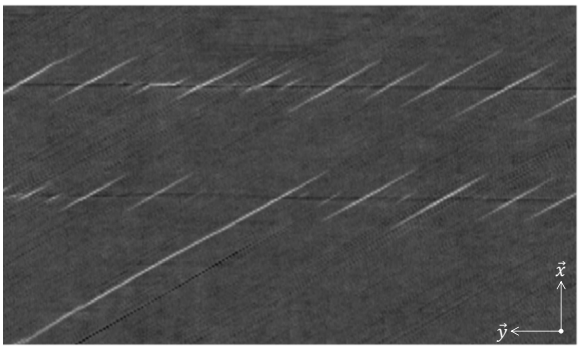
Les premières actions consistent à isoler le plus rapidement et simplement les éléments à étudier. Nous agissons donc sur la luminosité et le contraste. Si on souhaite lisser ou intensifier un élément dans l'image, il est possible d'appliquer différents filtres en fonction du résultat souhaité (Max, Min, Gaussien, Médian, etc). Ensuite, un seuillage par la fonction *Threshold* permet de passer la séquence d'images en binaire. Cela permettra d'appliquer des filtres morphologiques par la suite. Plusieurs seuillages automatiques sont disponibles et permettent en général de cibler un résultat intéressant. En fonction du contraste entre les éléments à observer et le reste de l'image, l'image obtenue est plus ou moins satisfaisante. En effet, si il y a peu de contraste, un compromis doit être déterminé pour ne pas supprimer d'informations à l'image. Il est préférable de garder ces informations et une image moins satisfaisante au départ car les outils du logiciel que nous présentons en suivant permettent de palier à ces problèmes.

Les éléments qui nous intéressent ont une morphologie longiligne et sont assez facilement identifiables. Une fois l'image passée en binaire (Noir et Blanc), nous pouvons donc faire une recherche de particule dont la taille et la morphologie ne nous intéresse pas. C'est l'utilisateur qui doit déterminer les paramètres optimaux à cette recherche. La soustraction de l'image obtenue à l'image initiale nous permet d'éliminer les éléments perturbateurs à l'observation.

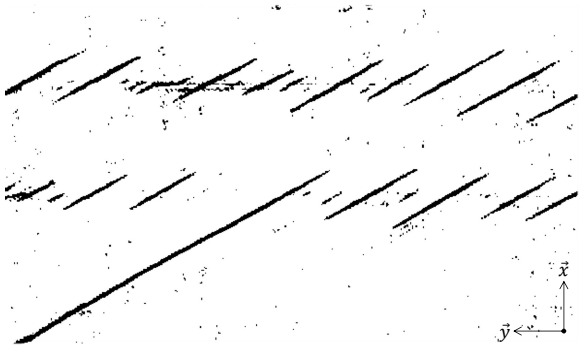
Il est parfois possible d'avoir une recherche à faire sur des éléments blanc et noir à la fois (ou deux autres tons). Pour pouvoir garder uniquement ces éléments et éliminer le reste, il suffit de faire le protocole précédent en isolant les deux tons recherchés. Ensuite, avec une inversion des couleurs et un assemblage des deux résultats, on obtient une séquence contenant le résultat sur les deux tons recherchés.

Le choix du filtre, du contraste et du seuillage peuvent avoir tendance à générer ou à perdre de l'information. Les méthodes de filtres morphologiques (érosion, dilatation, ouverture ou fermeture) peuvent aider à étendre ou réduire le réseau de pixels obtenu. Dans notre cas, comme certaines images sur la figure 1.28b, nous avons dilaté le réseau de pixels pour faciliter l'observation qualitative.

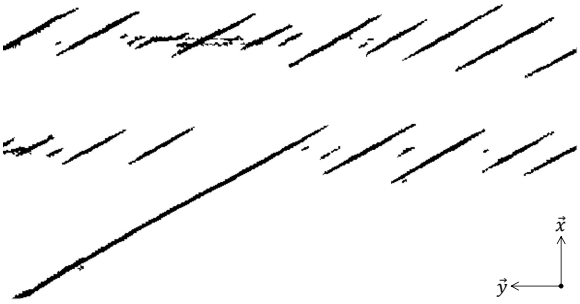
Enfin, dans notre étude, il peut être intéressant de séparer les différentes couches par couleur pour faciliter l'analyse du réseau de fissures. Pour cela, il est nécessaire de créer des séquences d'images par couche puis de les passer du type 8-bit au type RGB. Les options du menu *Color* permettent d'associer des couleurs à chaque séquence. Un assemblage final permet l'obtention d'images comme sur celles de la figure A.2e.



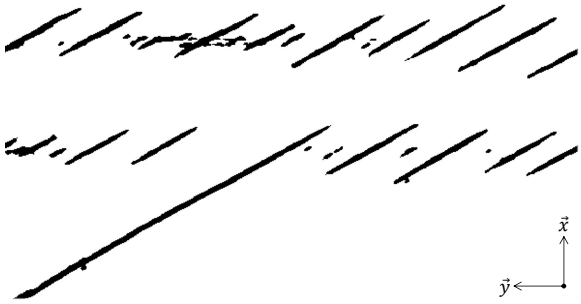
(a) Image originale. Vue dans le plan XY d'une image de la séquence.



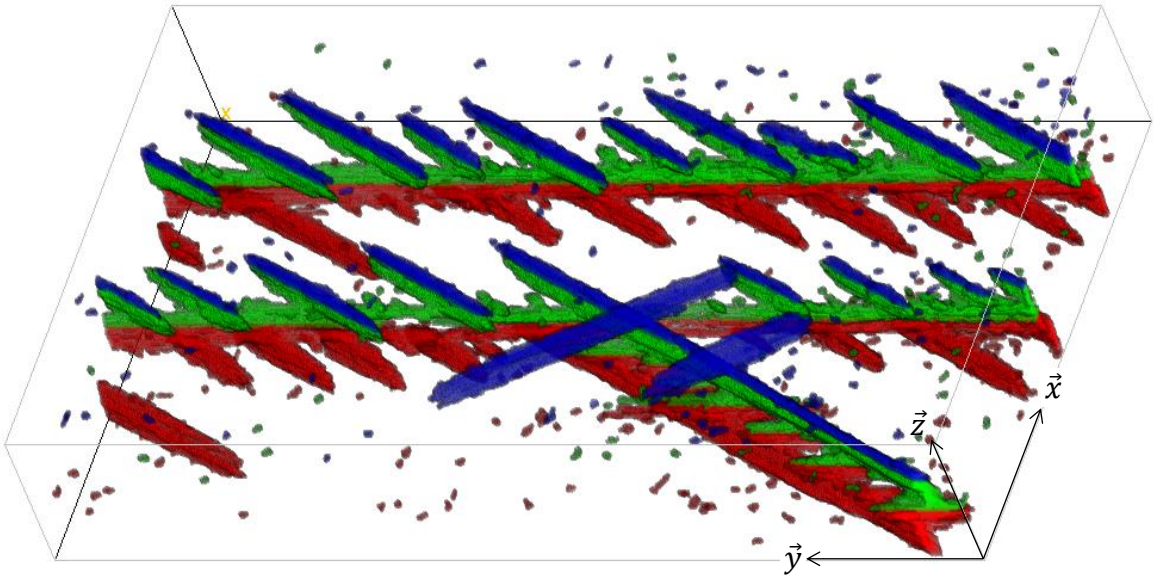
(b) Image binaire obtenue après application des méthodes de seuillage. Vue dans le plan XY d'une image de la séquence.



(c) Image binaire obtenue après retrait des pixels néfastes à l'observation. Vue dans le plan XY d'une image de la séquence.



(d) Image binaire obtenue après une double dilatation des pixels. Vue dans le plan XY d'une image de la séquence.



(e) Résultat final du réseau de fissures obtenu après traitement. Vue de perspective.

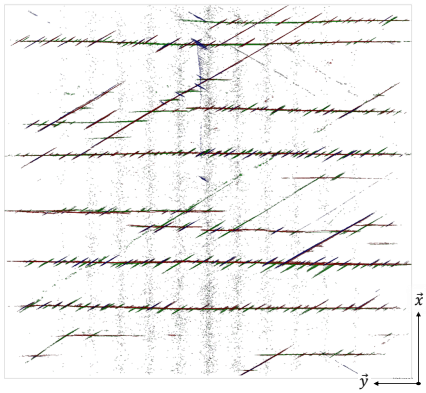
FIGURE A.2 – Illustration d'un protocole de traitement d'images de tomographie avec Image-J pour l'analyse d'un réseau de fissures obtenu sur un stratifié $[0/\pm 60/90_{0.5}]_S$.

A.3 Influence des conditions d'observation sur la mesure quantitative à partir d'images de tomographie

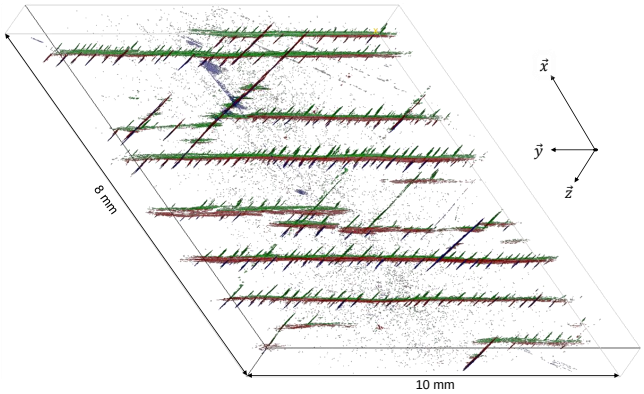
Les observations qualitatives réalisées dans le paragraphe 1.5.3.1 sur les images de tomographie ont permis de mettre en évidence les différents mécanismes et scénarios d'endommagement d'une stratification donnée à température ambiante et à -130 °C. Ces analyses révèlent déjà énormément d'informations intéressantes. Cependant, afin de pouvoir construire un modèle mésoscopique basé sur l'évolution de paramètres régissant l'endommagement du pli UD et les interactions entre plis, il est indispensable de faire des mesures quantitatives. Dans un contexte où la qualité de l'information est pilotée par la capacité du tomographe employé à détecter les endommagements, il s'avère important d'analyser les sources d'erreurs et leur ordre de grandeur.

La figure A.3 présente trois scans de la même zone réalisés pour une même déformation maximale de $\varepsilon_{xx}^{max} = 1{,}3$ % appliquée à notre stratifié. Les figures A.3a et A.3b ont été obtenues à une déformation intermédiaire de 1,1 % alors que les figures A.3c et A.3d ont été obtenues à la déformation maximale appliquée, soit 1,3 %. Les figures A.3a et A.3b sont obtenues dans un premier temps, puis lors d'un second scan, nous obtenons les résultats présentés sur les figures A.3c et A.3d. Les figures A.3e et A.3f présentent le même volume, mais observé sans chargement après imprégnation dans une solution d'agent de contraste. Ces résultats sont obtenus au cours d'un troisième scan. Par comparaison avec les résultats sans solution révélatrice, les résultats avec agent de contraste montrent une bonne imprégnation du réseau même si certaines zones n'ont pas été atteintes par le liquide. En effet, il apparait logiquement que les fissures à la fois non débouchantes et non connectées au réseau principal ne sont pas imprégnées.

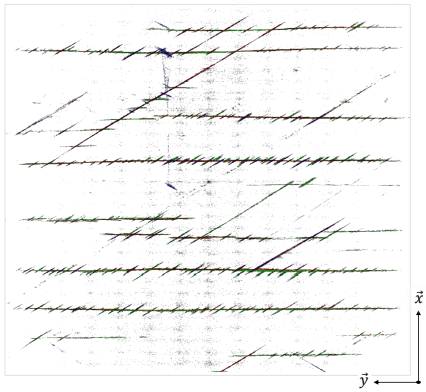
Afin de quantifier l'écart en terme de mesures quantitatives entre les trois observations, nous avons comptabilisé le nombre de fissures dans chaque pli, leur longueur et le nombre de connexions visibles. Les résultats sont présentés dans le tableau A.1. Ces mesures ont été réalisées à l'aide des logiciels *Python* et $Image - J$. Ce tableau permet de mettre en évidence plusieurs points intéressants sur la mesure par tomographie en elle-même et le protocole adopté pour la réalisation de cette mesure. Tout d'abord entre les deux scans réalisés sous charge, mais à chargement différent, nous pouvons constater un écart de résultat qui ne va pas forcément dans le sens attendu. En chargeant plus notre éprouvette, nous pouvions nous attendre à avoir plus d'informations sur le réseau et notamment voir un nombre plus important de fissures. Or pour la plupart des mesures, c'est l'inverse qui se produit avec un nombre de fissures, une longueur de fissures cumulées et un nombre de croisement inférieur à 1,3 % de déformation qu'à 1,1 %. Toutefois, on obtient l'inverse pour le pli central sollicité purement de manière transverse.



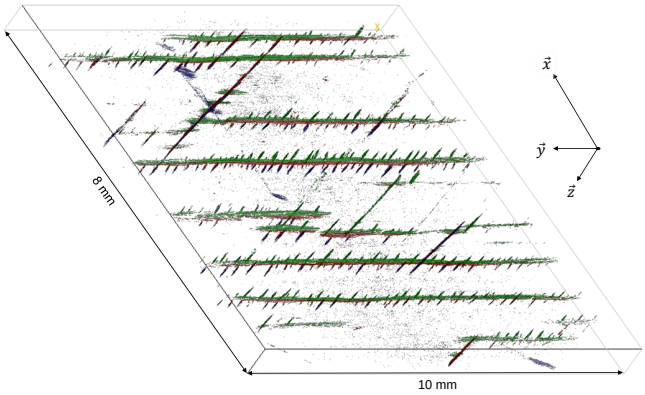
(a) Observation du plan XZ ε_{xx}^{max} = 1,3 % - ε_{xx}^{obs} = 1,1 %.



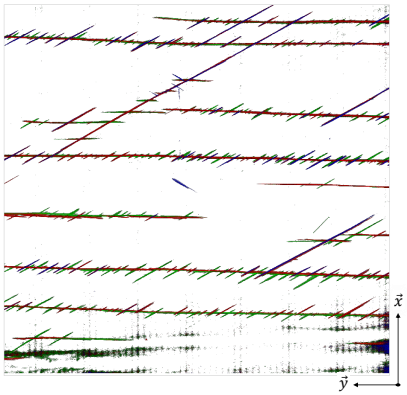
(b) Observation 3D - ε_{xx}^{max} = 1,3 % - ε_{xx}^{obs} = 1,1 % - Taille de voxel = 4,8 µm.



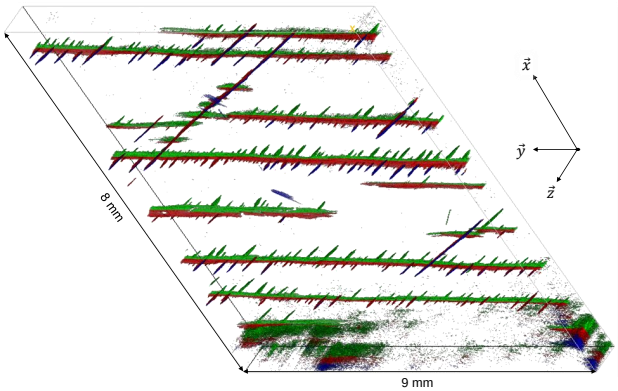
(c) Observation du plan XZ ε_{xx}^{max} = 1,3 % - ε_{xx}^{obs} = 1,3 %.



(d) Observation 3D - ε_{xx}^{max} = 1,3 % - ε_{xx}^{obs} = 1,3 % - Taille de voxel = 4,8 µm.



(e) Observation du plan XZ ε_{xx}^{max} = 1,3 % - ε_{xx}^{obs} = 0,0 % - Imprégnation d'agent de contraste.



(f) Observation 3D - ε_{xx}^{max} = 1.3 % - ε_{xx}^{obs} = 0.0 % - Imprégnation d'agent de contraste.

FIGURE A.3 – Visualisation 2D et 3D de la zone d'intérêt scannée par micro-tomographie entre chaque palier de chargement à température ambiante.

Globalement, on constate que la mesure quantitative sur les fissures courtes engendre plus d'incertitudes que sur les fissures longues créées dans le pli central. En chargeant davantage le montage, il est possible que l'on accentue les phénomènes de relaxation ce qui a pu engendrer un flou au moment de la mesure et dégrader la qualité de la mesure. La température dans la salle de mesure peut également modifier le comportement du tube PMMA qui peut se relaxer lors de la mesure et générer un flou de mesure. Les nombreux paramètres régissant la mesure par tomographie semblent donc être aussi influents que le paramètre d'ouverture de fissures. Une source RX légèrement plus usée, l'intensité lumineuse de la salle au moment de la mesure ou une initialisation de la source un peu différente pourraient tout aussi bien avoir impacté la qualité de la mesure. Si cela impacte la qualité de la mesure, le traitement d'images peut être différent également. L'annexe A.2 présente un exemple de traitement d'images réalisé et sa sensibilité.

Pour la mesure avec un agent de contraste, certaines fissures ne sont pas imprégnées par l'agent de contraste. Malgré cette perte d'information, les résultats du tableau A.1 nous montrent que le scan avec agent de contraste révèle un taux de fissuration plus important que les scans sous charge et ce, pour une même zone de mesure. Cela peut s'expliquer par le fait que le fort contraste entre l'agent de contraste et le matériau nous permet de mesurer plus précisément les longueurs de fissures. En comparant les scans avec et sans agent de contraste, on note que le nombre de fissures non imprégnées car non débouchantes et non connectées est faible. Le gain en terme de mesure quantitative obtenu grâce à l'agent de contraste semble donc plus significatif en comparaison de la perte d'information sur les fissures non débouchantes.

Finalement, il ressort qu'en fonction du protocole de mesure, nous ayons accès à différentes informations qui se complètent. Le recours à plusieurs mesures sous charge pour analyser la répétabilité s'avère intéressant pour donner plus de pertinence à nos observations sur certains scans. Cela permet d'évaluer la dispersion sur ce type de mesure. Enfin, nous avons vu que le couplage de différents protocoles est également pertinent pour appuyer nos observations. En effet, les scans sous charge permettent d'identifier qualitativement tout le réseau de fissures et nous donne une mesure assez précise. L'agent de contraste peut être utilisé en complément pour renforcer les mesures quantitatives. Rappelons que le rechargement après imprégnation est délicat à mettre en place ne sachant pas réellement l'impact de l'agent de contraste sur le comportement mécanique de notre matériau.

Nombre de fissures (-)								
Imprégnation	Déformation (%)		Pli considéré					
	ε_{xx}^{max}	ε_{xx}^{obs}	60A	-60B	90	-60C	60D	
Non	1,3	1,1	8	141	12	153	0	
Non	1,3	1,3	6	128	17	129	0	
Non	1,3	0	4	155	17	163	0	

Longueur de fissuration cumulée (mm)							
Imprégnation	Déformation (%)		Pli considéré				
	ε_{xx}^{max}	ε_{xx}^{obs}	60A	-60B	90	-60C	60D
Non	1,3	1,1	2,4	60,2	73,0	48,7	0,0
Non	1,3	1,3	1,9	48,7	75,3	39,9	0,0
Non	1,3	0	0,2	71,7	69,7	54,9	0,0

Nombre de connexions (-)						
Imprégnation	Déformation (%)		Interface considérée			
	ε_{xx}^{max}	ε_{xx}^{obs}	A	B	C	D
Non	1,3	1,1	5	161	164	0
Non	1,3	1,3	4	154	154	0
Oui	1,3	0	4	155	155	0

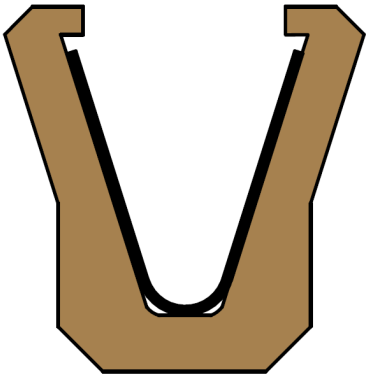
TABLE A.1 – Récapitulatif de grandeurs mesurées pour l'analyse de la dispersion sur une mesure par tomographie des zones de 72 à 80 mm^2 (figure A.3).

A.4 Choix et montage du joint d'étanchéité

Les montages de perméabilité développés dans le chapitre 3 reposent sur leur tenue à la pression interne. Nous avons choisi de garder la possibilité de démonter et remonter l'éprouvette au cours de l'essai. De fait, l'introduction d'un joint d'étanchéité est indispensable pour contenir la pression interne. Le choix du type de joint est majeur pour nos essais. Il existe un grand nombre de possibilités dès lors que l'on reste dans des conditions standard. La palette de joints disponibles pour les conditions cryogéniques est beaucoup plus restreinte. Elle le devient encore plus si on souhaite un joint réutilisable. La majorité des études en conditions cryogéniques a recours à des joints métalliques en indium (figure 3.2). Ce matériau a la particularité de rester ductile à température cryogénique. De plus, ce type de joint est prévu pour un fonctionnement statique uniquement. Généralement, il se déforme de manière irréversible. Sa déformation comble les pores et étanchéifie le montage. On joue donc sur la plasticité du joint pour réaliser l'étanchéité du montage. Cependant, au vu de son caractère ductile ce type de joint doit être logé au sein de la gorge usinée et comprimé entre deux brides [Raffaelli, 2006] ou ne pas subir trop d'efforts au risque d'être éjecté par déformation plastique. De fait, on le retrouve souvent dans l'étanchéité des cryostats ou pour étancher des cloches de mesure [Bechel et al., 2006].

Dans notre cas, nous avons besoin d'avoir une certaine élasticité du joint même à très basse température pour garder un montage étanche même lorsque le tube va se déformer radialement. Un joint en indium ne convient donc pas. Nous avons donc opté pour un joint dont la forme et la constitution lui assurent une certaine élasticité. Deux points importants sont à vérifier dans le choix du joint : le jeu d'extrusion et le retour élastique. La solution choisie est un joint au profil en V (figure A.4a). Le joint est en polymère PTFE (PolyTetraFluoroEthylène) chargé de particules de carbone. L'élasticité est amenée par un ressort en acier inoxydable placé à l'intérieur (figure A.4b). Le fabriquant du joint garantit un bon fonctionnement du joint de -200 °C à 260 °C jusqu'à une pression de 30 MPa. Le jeu d'extrusion est limité par le fait que le tube descendra suffisamment sur le joint. Le retour élastique de ce type de joint, assez rigide, n'est pas très important (environ 1 % de son diamètre) contrairement à des joints élastomères par exemple. De fait, des talons devront être dimensionnés pour limiter la déformation du tube à ses extrémités et ainsi éviter la perte d'étanchéité à haute pression. La rigidité du joint induit également des difficultés d'assemblage en particulier pour monter le tube composite sur le joint sans le détériorer. Il est tout d'abord monté progressivement sur le flasque à l'aide d'une presse et d'une cale-martyre. Une fois en place sur le flasque ou le bouchon, le joint ne peut être enlevé sans être détruit.

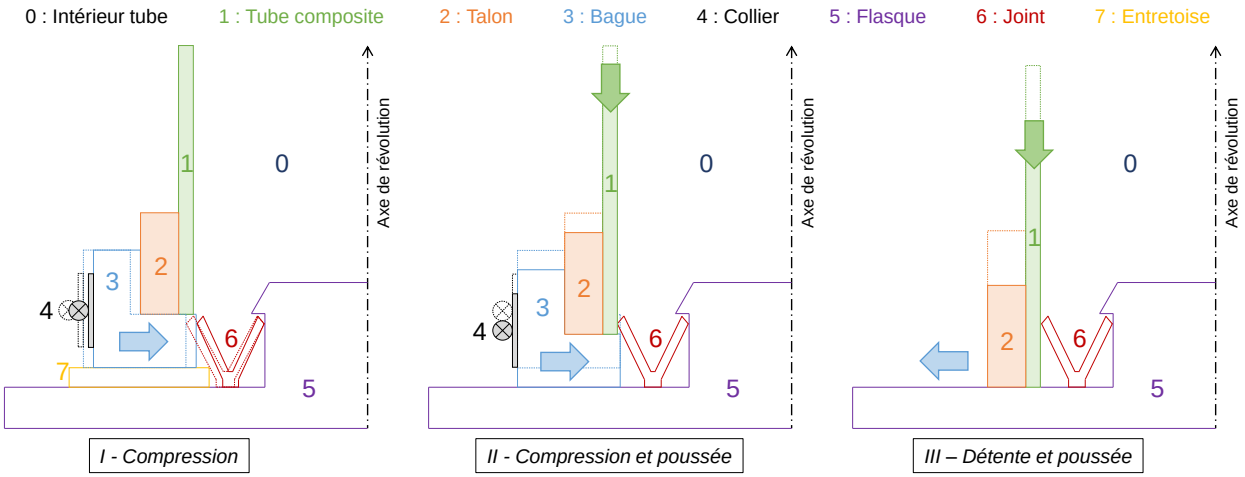
La figure A.4c décrit en trois étapes la seconde partie de l'assemblage. Un outillage spécifique a été réalisé pour monter le tube sur l'ensemble joint/flasque. Il se compose de trois éléments : une bague spécifique, une entretoise en polymère et un collier de serrage métallique. Dans une première étape, un collier cercle une bague qui comprime de manière uniforme le joint. Le joint est comprimé jusqu'à ce qu'il atteigne un diamètre légèrement inférieur au tube composite. La seconde étape consiste à retirer l'entretoise polymère ce qui permet d'enfiler le tube sur la lèvre du joint. Une dernière étape permet de relâcher complètement le joint, encore comprimé par la bague. Un petit chanfrein sur le tube composite (2-3 dixième de millimètre maximum) et l'utilisation de graisse "propre" facilite le montage et évite d'endommager le joint au cours des phases de montage/démontage.



(a) Profil du joint d'étanchéité



(b) Vue isométrique du joint d'étanchéité



(c) Montage du joint sur le flasque et le tube

FIGURE A.4 – Présentation du joint d'étanchéité choisi et de son insertion dans les montages.

A.5 Dimensionnement de l'assemblage composite/métal du montage pour la mesure de perméabilité avec effet de fond

Dans le cas des liaisons boulonnées ou piontées, il faut considérer quatre modes de rupture : le cisaillement des pions, le matage des pièces au niveau du contact avec les pions, la rupture des pièces au droit des trous de passage des pions ou par cisaillement entre les trous de passage et le bord des pièces. La flexion des pièces peut impacter la rupture ou le matage des pièces, mais dans notre cas celle-ci est négligeable car la configuration axisymétrique bloque la flexion secondaire. L'absence de précharge axiale via une tête de vis et un écrou engendre une transmission des efforts uniquement par contact entre le fût du pion et la surface d'appui. L'uniformité de la répartition des charges entre les pions passe par une limitation du jeu radial et un alignement rigoureux des alésages.

Le rapport $\frac{d}{w}$ exprime le ratio entre le diamètre des pions et l'espacement entre les pions. Il pilote le mode de rupture des pièces entre matage et rupture au droit des pions. Dans notre cas, on choisira un ratio égal à 0,2 pour obtenir un endommagement progressif par matage. Le matage étant associé à une déformation ductile, il permet de compenser les défauts d'alignement des alésages. A partir de ce choix, on peut déterminer un diamètre d^p et un nombre n^p de pions répondant au critère de résistance en cisaillement des pions avec les expressions A.1 et A.2.

À partir de la force maximale admissible en matage, on doit déterminer une surface d'appui suffisante pour le pion. Vu l'épaisseur faible du tube, cela passe par l'ajout d'une surépaisseur de composite localement ou la mise en place de talons. Dans un souci de faisabilité, nous choisissons de coller des talons métalliques sur notre éprouvette en composite dont l'épaisseur est définie par l'expression A.3. Ces talons sont ajustés et collés pour avoir une épaisseur de colle (époxy) permettant la transmission des efforts en cisaillement entre le tubes composite et le talon.

Enfin, on fixe le rapport $\frac{e}{w}$ supérieur à 50 % pour éviter la rupture par cisaillement du tube. Les données obtenues pour le dimensionnement du montage sont récapitulées dans le tableau A.2.

$$d^p_{min} = \frac{4.F_{max}.s^p_c}{\pi^2.\tau_r.D.\frac{d}{w}} \tag{A.1}$$

$$n^p_{min} = \frac{\pi.D.\frac{d}{w}}{d^p} \tag{A.2}$$

$$h = h^c + h^t = \frac{s^c_m.F_{max}}{p^c_m.d^p.n^p} \tag{A.3}$$

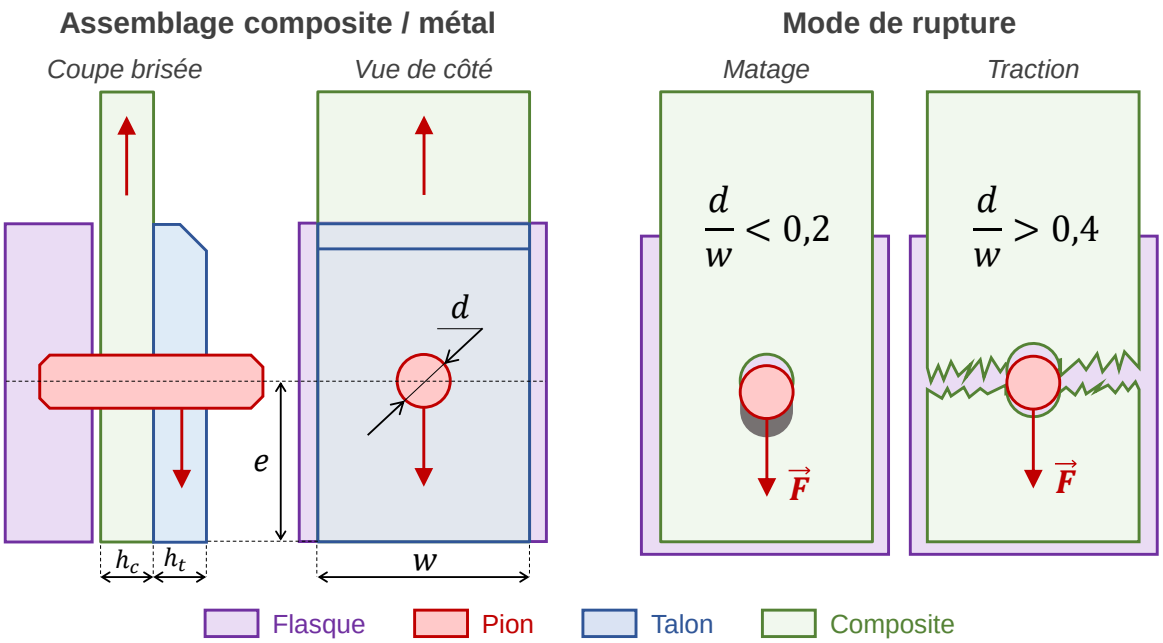


FIGURE A.5 – Principaux paramètres dans les assemblages composite / métal et modes de rupture du composite.

avec :

- d^p_{min}, le diamètre minimal des pions à utiliser [mm] ;
- n^p, le nombre de pions à utiliser [-]
- F_{max}, la force maximale sur les fonds du réservoir [N] ;
- s^p_c, le coefficient de sécurité en cisaillement du pion [-] ;
- τ_r, la contrainte à rupture en cisaillement du pion [MPa] ;
- D, le diamètre du réservoir [mm] ;
- w, l'espacement entre deux pions de l'assemblage [mm] ;
- $h = h^c + h^t$, l'épaisseur (composite + talon) reprenant les effets de fond [mm] ;
- s^c_m, le coefficient de sécurité en matage du composite [-] ;
- p^c_m, la pression de matage maximale admissible par le composite [MPa].

d^p_{min}	n^p	F_{max}	s^p_c	τ_r	D	d/w	$h = h^c + h^t$	s^c_m	p^c_m
mm	-	kN	-	MPa	mm	-	mm	-	MPa
4	16	50	1	520	100	0,2	5,4	1,25	200

TABLE A.2 – Récapitulatif des grandeurs identifiées pour chaque température d'essai.

Les talons métalliques sont usinés séparément puis assemblés minutieusement par collage au tube composite. Un montage spécifique (entretoises martyres et plateau diviseur manuel de table de fraisage) est réalisé pour permettre le contre-perçage du composite en évitant le délaminage des couches du matériau composite (figure A.6).

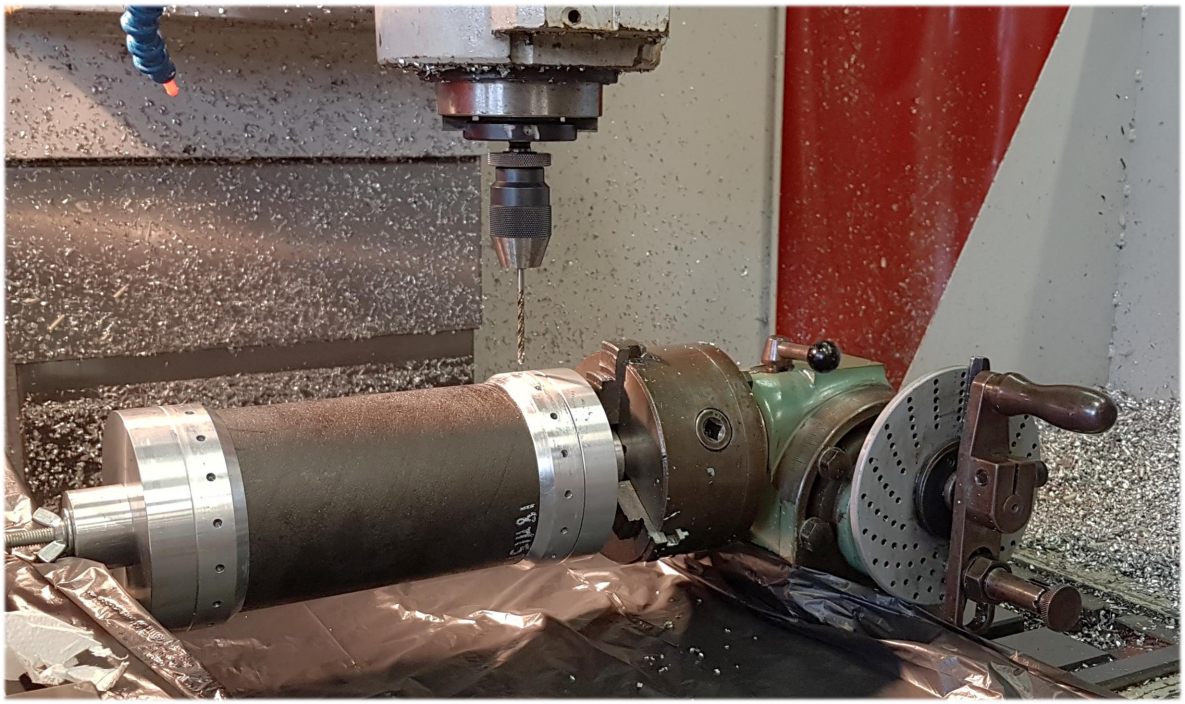


FIGURE A.6 – Opération de contre-perçage du tube composite après collage des talons usinés en alliage d'aluminium.

Un essai à rupture sur une éprouvette tubulaire de stratification $[\pm 60/90]_S$ sollicitée biaxialement à une température de -100 °C a été mené. La figure A.7 présente le tube après rupture et le faciès de rupture menant à la ruine du montage. Cet essai nous a permis de valider le dimensionnement du montage.

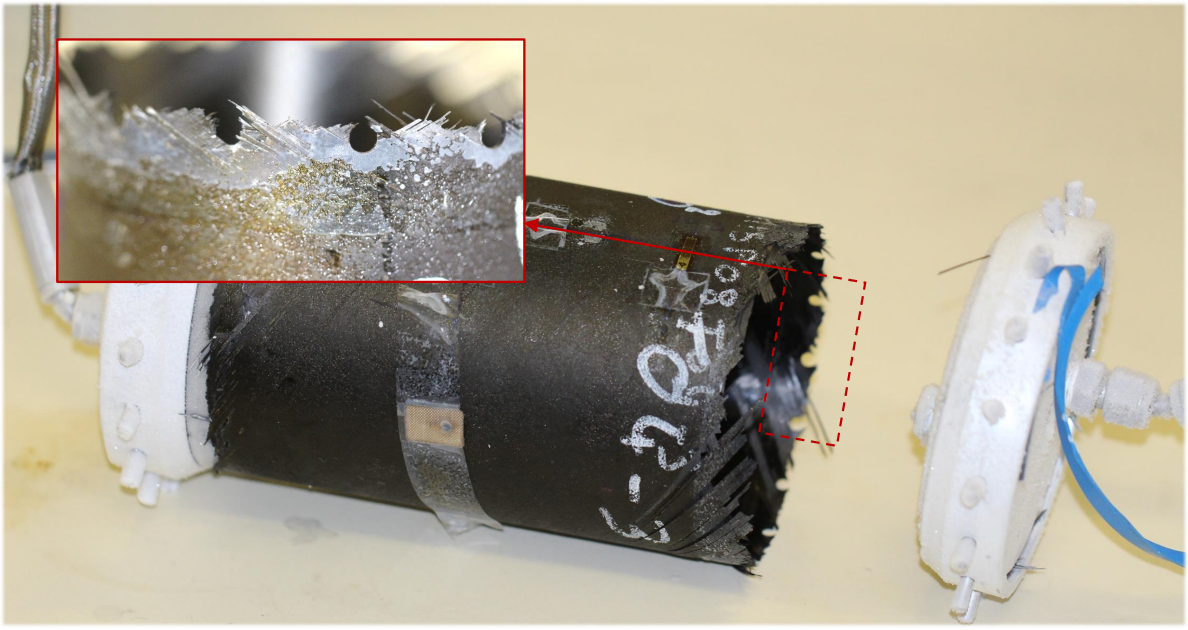


FIGURE A.7 – Visualisation du faciès de rupture d'un tube $[\pm 60/90]_S$ sollicité avec l'effet des fonds. Rupture à $p_{int} = 4{,}25$ MPa.

Caractérisation et modélisation de la relation entre l'endommagement et la perméabilité dans un composite stratifié en condition cryogénique

Résumé : Le dimensionnement de réservoirs cryogéniques sans liner pour les lanceurs spatiaux nécessite d'identifier précisément le comportement complexe et multi-échelles d'un composite stratifié ainsi que sa perméabilité en fonction du chargement thermomécanique induit par les très basses températures des ergols liquides ainsi que les efforts dus à la pressurisation et au lancement. L'objectif de ces recherches est donc de proposer un méso-modèle de prédiction de l'endommagement et des chemins de fuite en fonction du chargement appliqué à la structure composite. Le méso-modèle est construit et enrichi à partir de plusieurs protocoles de caractérisation expérimentale du comportement élasto-endommageable du composite stratifié. Dans un premier temps, ces travaux visent à étendre les protocoles de caractérisation existants à température ambiante aux très basses températures. Des observations sous charge par microscopie et tomographie-X sont réalisées sur des éprouvettes droites afin d'identifier et quantifier les cinétiques de fissuration transverse et notamment les effets d'interaction entre plis qui pilotent l'apparition des premiers points de fuite. Par ailleurs, deux essais sur éprouvettes tubulaires sont développés afin de mesurer la perméabilité du matériau, mais également localiser et observer les points de fuite sous chargement thermomécanique mono-axial et biaxial. Afin de compléter et appuyer les observations expérimentales, ces travaux proposent une stratégie de modélisation discrète de l'endommagement d'un composite stratifié à l'échelle mésoscopique en s'appuyant sur la méthode des zones cohésives. Enfin, le méso-modèle d'endommagement proposé dans les études précédentes, basé sur un changement d'échelle avec une équivalence en énergie pour prédire les cinétiques de fissuration, est étendu au domaine des basses températures. Les effets d'interaction entre plis endommagés sont par ailleurs introduits de manière phénoménologique dans le but de prédire les densités de chemin de fuite. Une confrontation entre le modèle et un essai représentatif de l'application industrielle permet d'évaluer la pertinence de la stratégie mise en place.

Mots clés : Composite stratifié, Cryogénie, Endommagement, Observation sous charge, Perméabilité, Modèle multi-échelle

---

Characterisation and modelling of the relation between damage and permeability in a composite laminate under cryogenic condition

Abstract : The design of liner-less cryogenic tanks for the space launchers require to identify accurately the complex and multi-scale behaviour just as the permeability of the composite laminate according to the thermomechanical loading because of the liquid propellant and the pressurisation. The objective of this study is to propose a damage and leak path predictive meso-model according to the loading applied to the structure. The meso-model is build and enhanced from several experimental protocols in order to characterise the composite laminate behaviour. First, this research work aim to develop these ambient protocols towards the low temperatures. Microscopic observations and X-tomography under tensile loading test are used on straight specimen to identify and quantify the transverse cracking process and especially the interaction phenomena between the damaged plies that drive the appearance of the first leak path. In addition, two experimental tests is developed on tubular specimen to measure the permeability of the material and the leak path localisation under uniaxial and biaxial loadings. To complete and confirm the experimental observations, we propose a strategy based on cohesive zone model to represente the discrete damage of the laminate at the mesoscopic scale. Finally, the predictive meso-model based on a change of scale with an energy equivalence to predict the transverse cracking process is extented to the low temperatures. The interaction effects are included with a phenomenological approach in order to predict the rate of leak path. A confrontation between the model and a test on a specimen representative of an industrial application allows evaluating the relevance of strategy.

Keywords : Laminate composite, Cryogenics, Damage, Under-load observation, Permeability, Multi-scale model

---

Institut de Mécanique et d'Ingénierie
Université de Bordeaux, 33000 Bordeaux, France.