



**HAL**  
open science

# Caractérisation et modélisation des réseaux de fissures pour la prédiction de la perméabilité des réservoirs composites stratifiés sans liner

Hortense Laeuffer

► **To cite this version:**

Hortense Laeuffer. Caractérisation et modélisation des réseaux de fissures pour la prédiction de la perméabilité des réservoirs composites stratifiés sans liner. Mécanique des matériaux [physics.class-ph]. Ecole nationale supérieure d'arts et métiers - ENSAM, 2017. Français. NNT : 2017ENAM0044 . tel-01812568

**HAL Id: tel-01812568**

**<https://pastel.hal.science/tel-01812568>**

Submitted on 11 Jun 2018

**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.

École doctorale n° 432 : Science des Métiers de l'ingénieur

## Doctorat ParisTech

# THÈSE

pour obtenir le grade de docteur délivré par

**l'École Nationale Supérieure d'Arts et Métiers**

**Spécialité " Mécanique-Matériaux "**

*présentée et soutenue publiquement par*

**Hortense Laeuffer**

le 8 décembre 2017

## **Caractérisation et modélisation des réseaux de fissures pour la prédiction de la perméabilité des réservoirs composites stratifiés sans liner**

Directeur de thèse : **Nicolas PERRY**

Co-encadrement de la thèse : **Christophe BOIS, Jean-Christophe WAHL**

### **Jury**

**Mme Emmanuelle VIDAL-SALLÉ**, Professeur des universités, LAMCOS, INSA LYON  
**Mme Federica DAGHIA**, Maître de conférences, LMT-Cachan, ENS Paris-Saclay  
**M. Marco GIGLIOTTI**, Professeur des universités, P', Université de Poitiers/ENSMA/ISAE  
**M. Cédric HUCHETTE**, Ingénieur de recherche, ONERA Châtillon  
**M. Laurent ORGÉAS**, Directeur de recherche, 3SR, CNRS  
**M. Nicolas PERRY**, Professeur des universités, I2M, Arts & Metiers ParisTech  
**M. Christophe BOIS**, Maître de conférences, I2M, Université de Bordeaux  
**M. Jean-Christophe WAHL**, Maître de conférences, I2M, Université de Bordeaux  
**M. Florian LAVELLE**, Ingénieur, Direction des Lanceurs, CNES

Président  
Rapporteur  
Rapporteur  
Examineur  
Examineur  
Examineur  
Examineur  
Invité



# Table des matières

<b>Introduction</b>	<b>1</b>
<b>1 État de l'art sur la caractérisation des réseaux de fissures</b>	<b>5</b>
1.1 Mécanismes d'endommagement à l'origine des réseaux de fissures dans les composites stratifiés . . . . .	6
1.1.1 Architecture d'un stratifié . . . . .	6
1.1.2 Mécanismes et scénario d'endommagement . . . . .	7
1.1.3 Objectifs et choix de la description de l'endommagement . . . . .	10
1.2 Méthodes d'observation de l'endommagement et des réseaux de fissures . . . . .	12
1.2.1 Méthodes d'observation des fissures en surface . . . . .	12
1.2.2 Méthodes d'observation des réseaux de fissures à cœur . . . . .	14
1.3 Transport de fluide dans les stratifiés . . . . .	19
1.3.1 Écoulements types dans les milieux poreux . . . . .	19
1.3.2 Notion de perméabilité . . . . .	21
1.3.3 Perméabilité effective et perméabilité apparente . . . . .	23
1.3.4 Ordres de grandeur . . . . .	23
1.3.5 Méthodes de mesure de la perméabilité . . . . .	24
1.3.6 Évaluation de l'effet de l'endommagement sur la perméabilité de matériaux composites . . . . .	25
1.4 Modélisation de l'endommagement, des chemins de fuite et de la perméabilité . . . . .	28
1.4.1 Approches pour la modélisation de l'endommagement . . . . .	28
1.4.2 Modélisation de l'écoulement et de la perméabilité . . . . .	33
1.5 Bilan de l'état de l'art et démarche retenue . . . . .	34
<b>2 Caractérisation de l'endommagement</b>	<b>37</b>
2.1 Matériau et procédé de fabrication . . . . .	37
2.2 Étude des taux d'endommagement en surface . . . . .	41
2.2.1 Description du dispositif de microscopie optique sous charge-ment de traction . . . . .	41
2.2.2 Coupes micrographiques par abrasion : étude des effets de bord . . . . .	42
2.2.3 Évolution du taux de fissuration sur une grande longueur ob-servée . . . . .	47

2.3	Étude de la longueur et de l'agencement des fissures au cœur du matériau . . . . .	51
2.3.1	Méthodes d'observation : coupes micrographiques et microtomographie par rayons X . . . . .	52
2.3.2	Morphologie d'un réseau de fissures . . . . .	56
2.3.3	Évolution d'un réseau de fissures . . . . .	59
2.3.4	Évolution des taux de fissuration et effet des interactions . . . . .	63
2.3.5	Évolution du nombre de croisements de fissures à l'interface de deux couches fissurées . . . . .	68
2.3.6	Morphologie des connexions aux croisements . . . . .	69
2.4	Synthèse des observations . . . . .	70
<b>3</b>	<b>Caractérisation de la perméabilité et du nombre de points de fuite</b>	<b>75</b>
3.1	Objectif, cahier des charges et démarche . . . . .	76
3.1.1	Objectif . . . . .	76
3.1.2	Cahier des charges des dispositifs d'essai . . . . .	78
3.1.3	Démarche générale de conception . . . . .	80
3.2	Description et conception des dispositifs de mise sous charge et de mesure de perméabilité sur tube . . . . .	80
3.2.1	Réalisation des fonctions FP1 et FP2 . . . . .	80
3.2.2	Réalisation des fonctions FP3 et FP4 pour le dispositif sans effet de fond . . . . .	81
3.2.3	Réalisation des fonctions FP3 et FP4 pour le dispositif avec effet de fond et chargement axial . . . . .	86
3.3	Méthode de mesure de la perméabilité, protocole et traitement des mesures . . . . .	91
3.3.1	Méthode de mesure . . . . .	91
3.3.2	Acquisition et traitement des données . . . . .	95
3.3.3	Perméabilité du dispositif lui même et validation de la conception . . . . .	98
3.3.4	Évaluation des incertitudes . . . . .	99
3.4	Utilisation du dispositif sans effet de fond pour deux tubes composites	101
3.4.1	Paramètres expérimentaux . . . . .	101
3.4.2	Résultats et analyse . . . . .	102
3.5	Conclusion sur la caractérisation de la perméabilité et du nombre de points de fuite . . . . .	108
<b>4</b>	<b>Modélisation de la formation des réseaux de fissures pour la prédiction des chemins de fuite</b>	<b>111</b>
4.1	Stratégie de modélisation . . . . .	111
4.2	Modèle d'endommagement basés sur la mécanique de la rupture . . . . .	114
4.2.1	Modélisation des effets de l'endommagement sur la rigidité . . . . .	114
4.2.2	Lois d'évolution de l'endommagement . . . . .	116
4.3	Exemples de la réponse du modèle . . . . .	122
4.4	Prise en compte de l'effet de la variabilité sur les cinétiques d'endommagement . . . . .	124

4.5	Interactions entre plis et agencement des fissures . . . . .	129
4.5.1	Effet des interactions sur les seuils et les cinétiques . . . . .	129
4.5.2	Effet des interactions sur l'agencement des fissures transverses et la formation de chemins de fuite . . . . .	130
4.5.3	Proposition d'un modèle pour prédire les croisements de fis- sures et chemins de fuite potentiels . . . . .	131
4.6	Bilan de la modélisation . . . . .	133
<b>Conclusion</b>		<b>135</b>



# Remerciements

Cette thèse a été préparée au sein de l'Institut de Mécanique et d'Ingénierie de Bordeaux. Je remercie son directeur, Jean-Christophe Batsale, de m'avoir accueillie.

Je remercie la Direction des Lanceurs du Centre National d'Études Spatiales, et en particulier Marie Jacquesson, responsable du service Structures Thermique et Matériaux, ainsi que le Conseil Régional de la Nouvelle Aquitaine d'avoir soutenu ces travaux.

Je remercie mes encadrants, Nicolas Perry, Christophe Bois et Jean-Christophe Wahl, pour leur soutien et leur confiance, et pour la richesse et la qualité des échanges que nous avons eus. Je remercie également Florian Lavelle, ingénieur au Centre National d'Étude Spatiales, pour son apport sur les aspects techniques et industriels.

Je remercie Federica Daghia et Marco Gigliotti d'avoir évalué mon travail en tant que rapporteurs. Je remercie Emmanuelle Vidal-Sallé d'avoir présidé le jury, ainsi que Laurent Orgéas et Cédric Huchette d'y avoir participé. La soutenance de cette thèse a été l'occasion de discussions très stimulantes, j'en remercie tous les membres du jury, ainsi que de l'intérêt que chacun d'entre eux a porté à mes travaux.

Par ailleurs, je tiens à remercier vivement les personnes qui m'ont aidé sur les aspects expérimentaux de ma thèse : Brice Guiot pour sa participation significative et de qualité à la mise au point et à la réalisation des essais d'endommagement durant son stage ; le personnel technique du département Génie Mécanique et Productique et du département Sciences et Génie des Matériaux de l'IUT de Bordeaux, et plus particulièrement Patrice Loeuillet, Michel Primault et Christian Debrie, ainsi que Jean-Marc Tallon et Matthieu Pedros, pour leur aide précieuse dans la préparation des différents essais. Je remercie également Nicolas Lenoir et Jérôme Malvestio pour leurs conseils avisés pour les observations par tomographie.

Je remercie également le personnel administratif, et plus particulièrement Béatrice Desoudin et Catherine Fonfride pour leur disponibilité et leur gentillesse.



## REMERCIEMENTS

---

Je souhaite aussi remercier chaleureusement toutes les personnes qui m'ont aidé dans mon travail, par de la relecture, des conseils en programmation, en anglais, ou que sais-je, ainsi que l'ensemble des collègues du laboratoire pour les moments partagés au cours de ces quatre années.

Enfin, je remercie tous mes proches pour leur amour et leur soutien sans faille.

# Introduction

L'allègement des structures de lanceurs spatiaux est un enjeu crucial pour leur compétitivité future, et entraîne une utilisation croissante des matériaux composites pour les applications spatiales. Les travaux présentés dans ce mémoire s'intéressent aux réservoirs d'ergols liquides cryogéniques (oxygène, hydrogène, méthane) et aux sphères de pressurisation (hélium) nécessaires au bon fonctionnement des lanceurs spatiaux à propulsion liquide ou hybride (solide/liquide). Ces réservoirs peuvent être de dimensions très variées (de diamètre 0.3 m à 6 m), supporter des pressions internes de quelques bars à plus de 100 bars et parfois reprendre les chargements généraux d'un lanceur en plus de la pression interne. Suivant le fluide stocké, les matériaux peuvent subir des chargements thermomécaniques importants, et doivent garantir une compatibilité chimique avec le fluide. Ces exigences multiples font que les alliages légers restent très compétitifs pour ce type de structure.

Le choix d'utiliser un matériau composite est souvent piloté à la fois par ses propriétés spécifiques mais également par son coût de fabrication qui peut être avantageux pour les structures minces que sont les réservoirs. Aujourd'hui, l'utilisation des matériaux composites pour ces réservoirs s'accompagne habituellement de l'utilisation d'un liner dont l'une des fonctions principales est d'assurer l'étanchéité du réservoir. Le composite stratifié est drapé ou bobiné sur le liner comme illustré en Figure 1, et assure la résistance à la pression interne et aux efforts structuraux du lanceur.

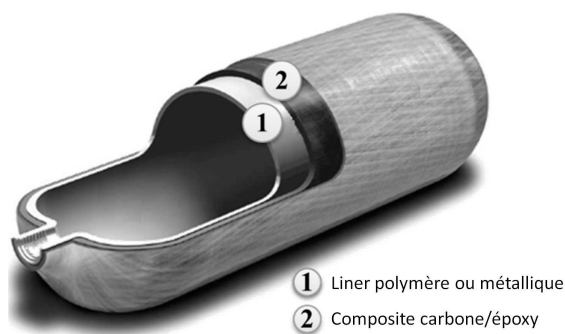


FIGURE 1 – Réservoir avec liner d'étanchéité et renfort en matériau composite stratifié déposé par enroulement filamentaire, d'après [Önder, 2007].

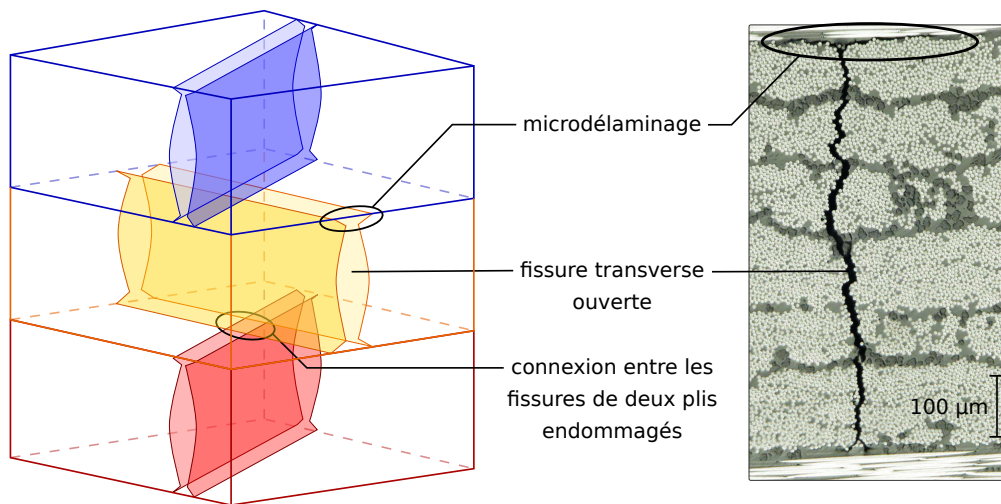


FIGURE 2 – Réseau de fissures dans trois plis endommagés pouvant constituer un chemin de fuite, schéma et micrographie.

Le liner d'étanchéité, en titane ou en polymère, peut pénaliser fortement la masse et le coût de fabrication de la pièce. Le développement de réservoirs composites sans liner est donc un enjeu majeur pour l'amélioration des performances et des coûts des lanceurs spatiaux. Cependant, s'affranchir du liner implique que l'étanchéité du réservoir soit assurée par le composite lui-même, ce qui modifie drastiquement les critères de dimensionnement du composite.

En effet, le fort contraste entre le comportement mécanique de la matrice et celui des fibres, qui sont les constituants du matériau composite, a pour conséquence le développement d'endommagement matriciel pour des chargements thermo-mécaniques faibles. Cet endommagement n'ayant que très peu d'effet sur la rigidité et la résistance, il est toléré dans les réservoirs avec liner. Cet endommagement se traduit par l'apparition de fissures transverses, accompagnées de microdélaminage en pointe de fissure, représentés sur la Figure 2. Les microdélaminages se développent à l'interface entre les plis et favorisent la connexion entre les fissures transverses des différents plis adjacents, comme illustré par le schéma de la Figure 2. Cela conduit à la création de réseaux de fissures qui, s'ils traversent la paroi, constituent autant de chemins de fuite. L'ouverture des fissures, de l'ordre de quelques micromètres, au regard de la taille des molécules des fluides stockés, génère des débits de fuite qui peuvent dépasser les spécifications d'étanchéité du réservoir. Il est donc indispensable de dimensionner les réservoirs sans liner en tenant compte des deux fonctions de la paroi composite : résistance mécanique et étanchéité.

L'objectif des travaux de recherche dans lesquels s'inscrit cette thèse est de dimensionner des réservoirs en matériau composite stratifié sans liner d'étanchéité.

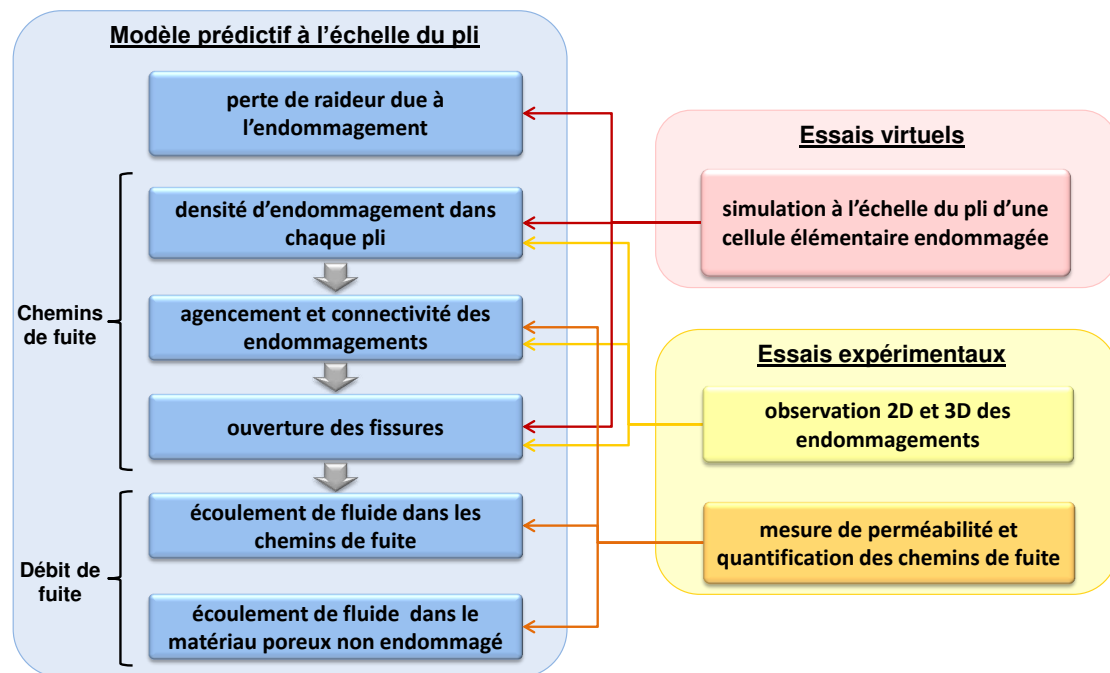


FIGURE 3 – Démarche pour le développement d'un modèle de prédiction de la perméabilité des composites stratifiés.

Le dimensionnement de ce type de réservoir implique d'optimiser les paramètres de conception permettant de limiter la formation des chemins de fuite, parmi lesquels se trouvent le choix du matériau (rigidité des fibres et résistance de la matrice et des interfaces), et celui de la stratification (orientation, nombre et épaisseur des plis). À elles seules, la définition et l'optimisation de ces paramètres peuvent requérir de tester des centaines de configurations différentes. Les travaux présentés dans ce mémoire visent à fournir les outils qui permettent de réaliser une telle optimisation.

La démarche mise en œuvre pour atteindre cet objectif est structurée par trois apports complémentaires présentés en Figure 3. La démarche consiste à développer un modèle à l'échelle du pli prenant en compte tous les éléments nécessaires à la prédiction de la perméabilité des plis d'un stratifié. Chaque élément du modèle doit être alimenté par des essais numériques ou expérimentaux. Les essais expérimentaux visent également à valider un dimensionnement à la fin de la phase de conception.

La plupart des éléments du modèle et leurs essais de caractérisation sont déjà traités dans la littérature. Cependant, la problématique de la perméabilité engendre des besoins atypiques en matière de modélisation et de description de l'endommagement, notamment parce que les premiers endommagements, dont l'apparition est conditionnée par des défauts très localisés, affectent très peu le comportement mé-

canique des stratifiés mais risquent d'avoir un effet significatif sur la perméabilité du stratifié.

Le premier chapitre décrit les phénomènes en jeu, du point de vue de l'endommagement et des réseaux de fissures et du point de vue du transport de fluide. Cette description est accompagnée d'un état de l'art des méthodes de caractérisation puis de modélisation de ces phénomènes. Cet état de l'art permet d'identifier les verrous scientifiques à lever pour traiter notre problématique et d'aboutir à la démarche proposée en fin de Chapitre 1 puis développée dans les trois chapitres suivants.

Le deuxième chapitre est dédié à la caractérisation de l'endommagement et des réseaux de fissures dans des stratifiés de plis unidirectionnels. Des techniques expérimentales pour réaliser ces observations en surface et au cœur du matériau sont présentées, ainsi que les résultats obtenus pour des stratifiés à fibre de carbone et matrice thermodurcissable.

Le troisième chapitre traite de la caractérisation de la perméabilité et des chemins de fuite à travers la conception et la mise en œuvre de dispositifs expérimentaux originaux. Les résultats obtenus sur des tubes composites fabriqués par enroulement filamentaire et placement de fibre sont présentés.

Enfin, le dernier chapitre est consacré à la modélisation de l'endommagement en vue de prédire la formation des fissures transverse et des microdélaminages et leur coalescence en chemins de fuite. Le méso-modèle proposé s'appuie sur une approche multi-échelle basée sur la mécanique de la rupture.

# Chapitre 1

## État de l'art sur la caractérisation et la modélisation de l'endommagement et des chemins de fuite en résultant dans les composites stratifiés

### Sommaire

---

<b>1.1 Mécanismes d'endommagement à l'origine des réseaux de fissures dans les composites stratifiés . . . . .</b>	<b>6</b>
1.1.1 Architecture d'un stratifié . . . . .	6
1.1.2 Mécanismes et scénario d'endommagement . . . . .	7
1.1.3 Objectifs et choix de la description de l'endommagement . . . . .	10
<b>1.2 Méthodes d'observation de l'endommagement et des réseaux de fissures . . . . .</b>	<b>12</b>
1.2.1 Méthodes d'observation des fissures en surface . . . . .	12
1.2.2 Méthodes d'observation des réseaux de fissures à cœur . . . . .	14
<b>1.3 Transport de fluide dans les stratifiés . . . . .</b>	<b>19</b>
1.3.1 Écoulements types dans les milieux poreux . . . . .	19
1.3.2 Notion de perméabilité . . . . .	21
1.3.3 Perméabilité effective et perméabilité apparente . . . . .	23
1.3.4 Ordres de grandeur . . . . .	23
1.3.5 Méthodes de mesure de la perméabilité . . . . .	24
1.3.6 Évaluation de l'effet de l'endommagement sur la perméabilité de matériaux composites . . . . .	25
<b>1.4 Modélisation de l'endommagement, des chemins de fuite et de la perméabilité . . . . .</b>	<b>28</b>
1.4.1 Approches pour la modélisation de l'endommagement . . . . .	28
1.4.2 Modélisation de l'écoulement et de la perméabilité . . . . .	33
<b>1.5 Bilan de l'état de l'art et démarche retenue . . . . .</b>	<b>34</b>

---

## 1.1 Mécanismes d'endommagement à l'origine des réseaux de fissures dans les composites stratifiés

### 1.1.1 Architecture d'un stratifié

Un matériau composite stratifié est obtenu par l'empilement de couches élémentaires, appelées plis. Chaque pli est un assemblage de renfort fibreux dont la cohésion est assurée par une matrice. Le renfort présente en général de bonnes propriétés mécaniques (module et contrainte à la rupture élevés), tandis que la matrice est souvent plus souple et plus déformable que le renfort afin d'assurer le transfert des sollicitations mécaniques au renfort. Dans cette étude on s'intéressera aux stratifiés de plis unidirectionnels à fibre continue, c'est à dire que dans chaque pli, les fibres sont toutes parallèles et définissent l'orientation du pli.

La structure des composites stratifiés est donc fortement hétérogène et multi-échelles. On peut distinguer : l'empilement de plis d'orientations différentes, qui constitue la pièce (échelle macroscopique), les plis (échelle mésoscopique), les constituants élémentaires que sont les fibres et la matrice (échelle microscopique), voire même l'interface entre fibre et matrice où un ensimage peut jouer un rôle essentiel sur la cohésion des fibres et de la matrice à des échelles sub-microniques. Le comportement mécanique et les dégradations du matériau sont liés à cette organisation multi-échelles. En fonction de l'échelle choisie, on pourra donc modéliser le matériau et les dégradations qui s'y produisent plus ou moins finement.

Pour décrire un stratifié composé de plis unidirectionnels, il est nécessaire de connaître la séquence d'empilement, c'est à dire l'ordre et l'orientation de chaque pli. Pour cela, on définit un repère matériau  $(\underline{x}_1, \underline{x}_2, \underline{x}_3)$ , attaché à chaque pli et où 1 désigne la direction des fibres, 2 la direction transverse (dans le plan du pli), et 3 la direction (transverse) hors plan. On définit également un repère structure  $(\underline{x}, \underline{y}, \underline{z})$  où  $\underline{x}$  est l'axe de référence. Dans le cas d'un chargement uniaxial, l'axe de référence correspond à la direction de chargement ; dans le cas d'une structure cylindrique, c'est généralement l'axe de révolution. Les deux repères sont représentés en Figure 1.1. Par ailleurs il est à noter que du point de vue mécanique, plusieurs plis consécutifs de même orientation se comportent comme une couche unique. Un tel groupe de plis sera désigné dans la suite de ce mémoire par le terme «couche».

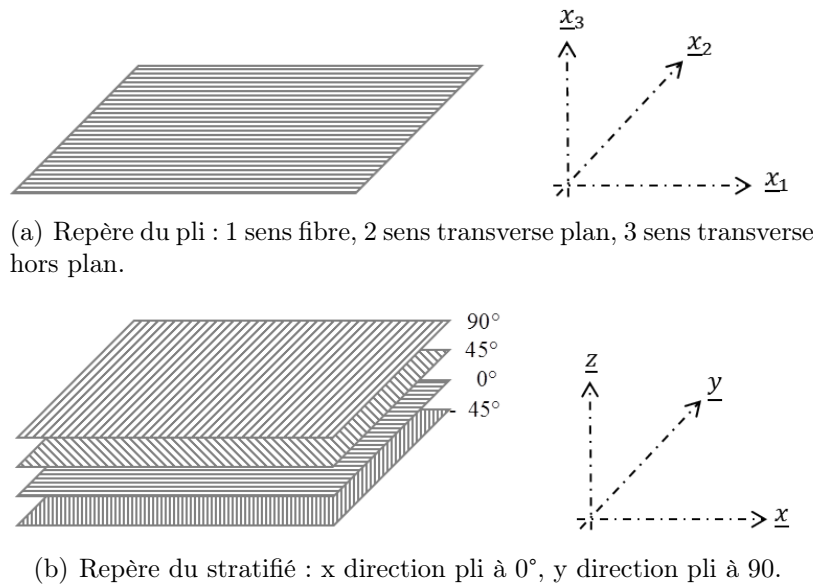


FIGURE 1.1 – Définition des repères «pli» et «stratifié».

### 1.1.2 Mécanismes et scénario d'endommagement

La forte hétérogénéité de la structure des stratifiés, en particulier les différences de propriétés mécaniques i) des constituants à l'échelle microscopique, et ii) des couches de différentes orientations à l'échelle mésoscopique, a pour conséquence une hétérogénéité du champ de contraintes. À cela s'ajoutent les contraintes résiduelles qui apparaissent lorsque l'on s'éloigne de la température à laquelle le stratifié est considéré libre de contraintes (température proche de la température de polymérisation) et qui sont dues aux différences de coefficients de dilatation thermique dans la direction des fibres et dans les directions transverses à l'échelle des plis. L'hétérogénéité des contraintes et des propriétés pilotent les mécanismes de dégradation du matériau aux différentes échelles, qui à leur tour modifient les propriétés physiques et mécaniques de la structure. L'ensemble de ces dégradations est regroupé sous le terme «mécanismes d'endommagement». Ceux-ci sont illustrés en Figure 1.2. L'accumulation des dégradations mène généralement à la perte des fonctions requises par le cahier des charges, voire à la ruine de la structure, d'où la nécessité de les comprendre et de les prendre en compte pour dimensionner une structure.

Les premiers mécanismes d'endommagement apparaissent à l'échelle microscopique avec la décohésion des fibres et de la matrice par rupture de l'interface, accompagnée de microfissuration matricielle. Ces microdommages coalescent jusqu'à former des fissures à l'échelle du pli [Nairn and Hu, 1992]. Ces fissures se propagent parallèlement aux fibres dans l'épaisseur et la longueur des couches sollicitées transversalement. On parle de fissuration transverse ou d'endommagement intra-laminaire.



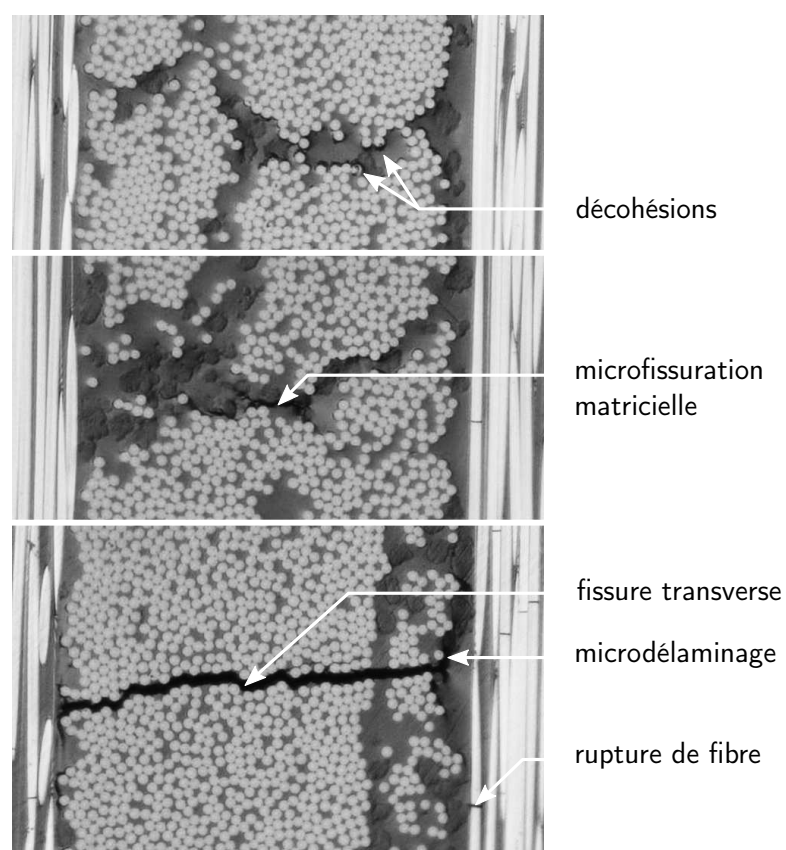


FIGURE 1.2 – Mécanismes d'endommagement à l'échelle de la fibre et à l'échelle du pli.

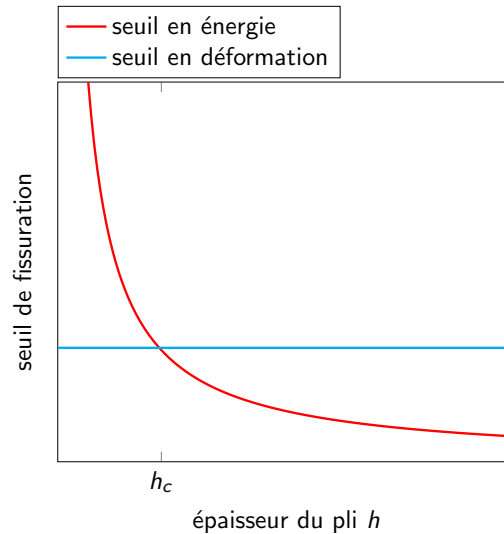


FIGURE 1.3 – Seuil de fissuration en fonction de l'épaisseur de la couche [Leguillon, 2002, Huchette, 2005].

Deux paramètres influent sur la cinétique de ce mécanisme d'endommagement. Le premier est l'épaisseur de la couche : plus une couche est épaisse, plus la quantité d'énergie libérée par la fissuration est importante, donc plus le seuil d'endommagement est faible [Parvizi et al., 1978]. En fait, il a été montré que la fissuration transverse est pilotée par un double critère en énergie et en déformation [Gudmundson and Alpmann, 2000, Leguillon, 2002]. Pour qu'il y ait fissuration, il est nécessaire que les deux critères soient atteints. Le critère en déformation ou en contrainte ne dépend pas de l'épaisseur et vient limiter la valeur minimale du seuil de fissuration pour les couches les plus épaisses, comme représenté Figure 1.3. Il existe une épaisseur de transition entre les deux critères, que l'on peut noter  $h_c$ . Pour les couches d'épaisseur  $h < h_c$ , le critère énergétique, qui définit le seuil d'apparition des fissures, dépend de l'épaisseur de la couche. Il est intéressant de noter que dans ce cas, réduire l'épaisseur de la couche permet de repousser significativement son seuil de fissuration. Cela rend l'utilisation de plis fins (épaisseur  $< 80 \mu\text{m}$ ) très compétitive, malgré son coût élevé, pour des applications où la maîtrise de la fissuration transverse est cruciale. Généralement, lorsque le double critère d'amorçage est atteint, le critère de propagation reste vérifié et la fissure transverse se propage instantanément le long des fibres dans toute l'épaisseur de la couche et sur des distances relativement longues (*i.e.* plusieurs fois l'épaisseur de la couche).

Le second paramètre qui a un effet sur la cinétique de la fissuration transverse est la séquence d'empilement. En effet, les fissures transverses s'arrêtent en atteignant l'interface d'un pli adjacent, mais le comportement du pli adjacent et sa cinétique d'endommagement peuvent être modifiés par la redistribution des contraintes autour

des fissures transverses. Ce point étant jugé peu influent au regard de la complexité de sa prise en compte, il est généralement négligé et est peu abordé dans la littérature.

À l'échelle du pli, un deuxième mécanisme est associé à la fissuration transverse : l'arrêt d'une fissure transverse à l'interface de deux plis génère des concentrations de contraintes qui créent du microdélaminage en pointe de fissure transverse (Figure 1.2). On parle de fissuration inter-laminaire. Le développement du microdélaminage entraîne une saturation de la fissuration matricielle : le microdélaminage empêche le transfert de charge d'un pli à l'autre, ce qui limite la création de fissures transverses dans la zone déchargée.

A l'échelle du stratifié, des délaminages de tailles importantes peuvent résulter de la coalescence des microdélaminages, ou bien de sollicitations hors-plan (introduction d'effort, impact), ou d'un effet de bord libre. Enfin, la rupture des plis orientés dans la direction du chargement est conditionnée par la rupture des fibres et mène généralement à la ruine de la structure. Notons que les endommagements matriciels détaillés précédemment impactent la résistance dans le sens des fibres en modifiant la répartition des charges aux différentes échelles. Cet effet peut être bénéfique lorsque par exemple il réduit une concentration de contraintes générée par un accident géométrique (trou, entaille) [Curtis, 2003] ou néfaste lorsqu'il réduit la capacité de la matrice à répartir les contraintes entre les fibres [Hochard et al., 2014, Caous et al., 2017].

### 1.1.3 Objectifs et choix de la description de l'endommagement

Les différents mécanismes d'endommagement se traduisent, aux échelles macroscopique et mésoscopique, par une modification des propriétés physiques de la structure ou des plis. La fissuration transverse ainsi que les endommagements diffus (décohésion fibre-matrice et microfissuration matricielle) entraînent une perte de rigidité du pli fissuré et, à partir d'un certain niveau, une perte de résistance dans le sens des fibres. La représentation de ces deux effets est généralement suffisante pour dimensionner les structures composites. Cependant, dès que les critères fonctionnels reposent sur des propriétés qui dépendent de la continuité du matériau, et donc de la présence ou non de fissures transverses, il devient nécessaire de décrire l'endommagement autrement que par une perte de raideur. C'est le cas notamment pour les propriétés de transfert de fluide. En effet, si dans un stratifié tous les plis contiennent des fissures transverses, que ces fissures se croisent, et sont connectées grâce au microdélaminage en pointe de fissure transverse, le stratifié est alors tra-

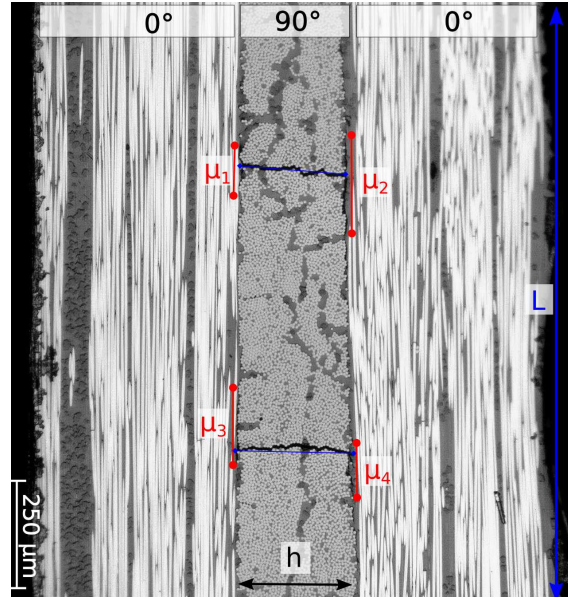


FIGURE 1.4 – Mesure du taux de fissuration  $\rho = N_{fissures}/L$  et du taux de microdélaminage  $\mu$ .

versé par un réseau de fissures intra et inter laminaires qui constituent un chemin privilégié pour l'écoulement d'un fluide à travers l'épaisseur du stratifié (Figure 2).

Il est alors avantageux d'adopter une description physique des endommagements à l'échelle du pli par le biais de variables comme le taux de fissuration transverse  $\rho$  et le taux de microdélaminage  $\mu$ . Comme le montre la Figure 1.4, le taux de fissuration transverse  $\rho$ , ou densité de fissures, est le nombre de fissures transverses divisé par la longueur observée  $L$ , et le taux de microdélaminage  $\mu$  est la moyenne des longueurs de microdélaminage mesurées à chaque pointe de fissure transverse.

Expérimentalement, la distance entre deux fissures et la longueur de microdélaminage sont sujettes à des variations.  $\rho$  et  $\mu$  sont donc usuellement définies comme des variables représentatives d'un motif localement périodique [Ladevèze and Lubineau, 2003]. Afin de simplifier et généraliser l'effet de l'endommagement sur la raideur et les lois d'évolution de l'endommagement, on utilise généralement les variables adimensionnées comme suit :

$$\bar{\rho} = \rho h = \frac{N_{fissures}}{L} h \quad (1.1)$$

$$\bar{\mu} = \mu \rho \quad (1.2)$$

où  $\bar{\rho}$  est le taux de fissuration réduit,  $\bar{\mu}$  le taux de microdélaminage réduit, et  $h$  l'épaisseur de la couche considérée.

Dans le cas de la problématique du transfert de fluide à travers l'épaisseur d'un

stratifié, on s'intéressera en particulier à l'organisation des fissures transverses et microdélaminages en réseaux connectés. C'est pourquoi les sections suivantes sont consacrées aux moyens et résultats d'observation de l'endommagement et des réseaux de fissures dans les stratifiés, puis à l'étude du transport de fluide dans les stratifiés, et enfin à la modélisation des effets de l'endommagement sur les stratifiés en matière de perte de raideur, de création de réseaux de fissures et la modélisation de l'écoulement ou de la perméabilité résultant de l'endommagement.

## 1.2 Méthodes d'observation de l'endommagement et des réseaux de fissures

Comme la perte de raideur d'un pli n'est accessible que sur certaines stratifications, et que la quantité de fissures transverses ainsi que les longueurs de microdélaminage sont des variables plus pertinentes vis à vis de la problématique de la perméabilité, cette partie de l'état de l'art est focalisée sur l'observation des méso-endommagements.

### 1.2.1 Méthodes d'observation des fissures en surface

Il existe de nombreux moyens permettant de suivre l'apparition des fissures dans un composite stratifié. Exploiter les informations disponibles en surface présente l'avantage évident d'être non destructif, et semble intuitivement plus simple à mettre en œuvre en matière de moyens expérimentaux comme de savoir faire. Les observations optiques en surface se prêtent bien à l'observation de la fissuration transverse et du microdélaminage dans la mesure où l'on sait que dans la plupart des cas, dans les plis dont les fibres ne sont pas dans la direction du chargement, les fissures transverses se propagent instantanément le long des fibres.

À l'aide d'un microscope installé horizontalement sur une platine de positionnement adaptée sur une machine de traction, et en polissant au préalable la surface à observer d'une éprouvette de traction, la microscopie optique permet d'effectuer des observations *in situ* sous chargement de traction [Huchette, 2005, Malenfant, 2012, Bois et al., 2014]. Un exemple de ce dispositif expérimental est présenté en Figure 1.5. C'est avec ce type de dispositif que les micrographies des figures précédentes ont été faites. La réalisation des observations sous charge a le double intérêt de ne pas interrompre l'essai et d'ouvrir les fissures, ce qui les rend plus visibles.

Les images sont exploitées pour mesurer le taux de fissuration transverse et le taux de microdélaminage. Les taux de fissuration mesurés sont ensuite combi-

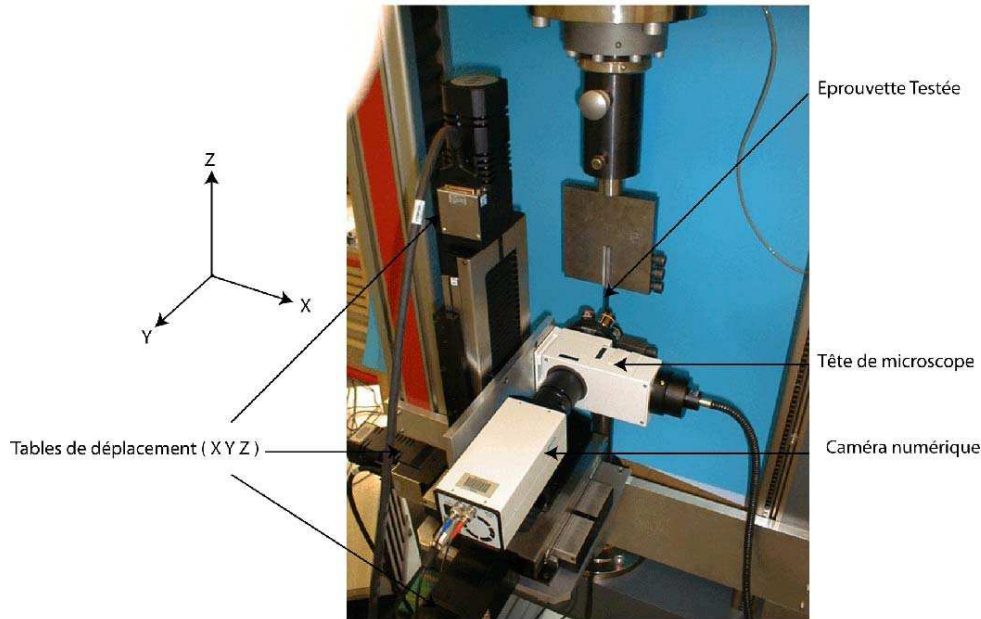


FIGURE 1.5 – Dispositif expérimental pour la réalisation de micrographies sous chargement de traction, d'après [Huchette, 2005].

nés avec un modèle multi-échelles et des essais numériques avec pour finalité de prédire la perte de raideur du pli endommagé (ce point de modélisation est détaillé en Section 1.4). Dans les trois références [Huchette, 2005, Malenfant, 2012, Bois et al., 2014], la zone observée va de 10 à 20 mm de longueur maximum sur l'épaisseur de la pièce, ce qui est trop faible pour représenter la variabilité inhérente au processus de fissuration transverse. Comme on le verra dans le Chapitre 2, cette variabilité impacte essentiellement l'apparition des premières fissures, et n'a donc que peu d'effet sur les propriétés mécaniques du pli.

Pour ce type d'essai sous chargement de traction, il est aussi possible d'utiliser un appareil photo équipé d'un objectif à fort grossissement, et de couvrir la surface à observer d'un mouchetis contrasté fait de fines gouttelettes de peintures noire et blanche. Les images seront alors nécessairement traitées par corrélation d'images numériques afin d'obtenir les champs de déplacements ou de déformations de l'éprouvette, et de remonter, en identifiant les discontinuités dans ces champs, à la localisation des fissures transverses. La Figure 1.6 montre le champ de déformations mesuré à la surface d'un stratifié  $[90/0]_s$ . Les discontinuités du champ de déformations permettent de quantifier la fissuration transverse du pli extérieur [Daghia et al., 2015]. La corrélation d'images numériques est aussi applicable sans mouchetis en s'appuyant sur la microstructure du matériau à condition que celle-ci soit suffisamment contrastée et aléatoire. Pour une revue plus large des techniques de mesure de champs pour la caractérisation des matériaux composites, le lecteur

peut se reporter à [Grédiac, 2004].

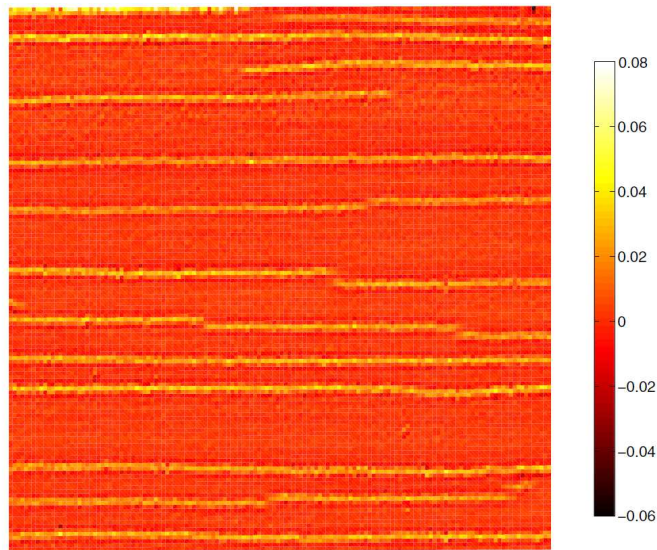


FIGURE 1.6 – Déformation longitudinale à la surface du pli à 90° d'une éprouvette  $[90/0]_s$  soumise à une déformation longitudinale moyenne de 0.4%, d'après [Daghia et al., 2015], surface observée de 20 mm  $\times$  20 mm, résolution 7 $\mu$ m/pixel.

On peut aussi penser à la microscopie par balayage électronique, qui donnera des informations avec des résolutions très fines ( $\leq 0.1 \mu\text{m}$ ) à la surface de l'éprouvette, mais semble difficilement applicable à des observations sous charge en raison du conditionnement sous vide que requiert le balayage électronique.

Ces méthodes ont toutes pour désavantage de donner accès à des informations en surface uniquement. Une conséquence est que la qualité et la validité des mesures effectuées ainsi est très sensible aux effets de bord. Il convient donc de s'assurer que l'état d'endommagement observé en surface diffère peu, ou dans quelles proportions, de l'état d'endommagement au cœur du matériau.

### 1.2.2 Méthodes d'observation des réseaux de fissures au cœur du matériau

L'observation des réseaux de fissures requiert de pouvoir regarder au cœur du matériau. On peut envisager pour cela plusieurs techniques expérimentales. La plus simple, utilisée ponctuellement pour vérifier l'influence des effets de bords lorsque l'endommagement est mesuré en surface, est la réalisation de coupes micrographiques. C'est le cas par exemple dans [Huchette, 2005], où l'auteur observe dans un stratifié  $[0/+45/-45/90]_s$  une légère diminution de l'endommagement en s'éloignant de la surface dans les plis à  $-45^\circ$ . La mise en œuvre de cette technique et ses inconvénients (tels qu'une éventuelle modification de la microstructure lors de la

coupe) sont très peu détaillés dans la littérature. Les inconvénients évidents sont le caractère destructif et discret des observations.

Du côté des techniques non destructives, le suivi des événements acoustiques est largement utilisé pour la détection de fissures in-situ mais pose le problème de la modification des propriétés acoustiques du stratifié avec l'augmentation des taux d'endommagement [Le Gall et al., 2017]. Le positionnement précis des fissures transverses peut alors s'avérer délicat voire impossible. De plus, la signature acoustique de la création d'une fissure transverse dépend de l'épaisseur du pli, ce qui complexifie l'identification des cinétiques d'endommagement par cette technique sur des stratifiés différents notamment si ceux-ci comportent plusieurs couches qui s'endommagent [Huchette, 2005].

Plus adaptée à la localisation des fissures, l'imagerie par ultrason ou par rayons X donne de bons résultats pour l'observation des fissures transverses au cœur des stratifiés. Les deux reposent sur le contraste qui existe entre les propriétés de transmission du stratifié et celles de l'air contenu dans les fissures. L'imagerie par ultrasons est efficace pour détecter la position d'interfaces stratifié-air et a notamment été utilisée par Kumazawa *et al.* dans [Kumazawa et al., 2006b, Kumazawa et al., 2006a] pour évaluer l'état d'endommagement de stratifiés soumis à un chargement mono ou bi-axial puis à des mesures de perméabilité. La résolution des images et l'ouverture des fissures observées ne sont toutefois pas spécifiées et les observations ne semblent pas être réalisées sous charge. Les résultats sont présentés comme satisfaisants comparés aux résultats obtenus par la technique de radiographie X après infiltration d'un agent dense.

L'imagerie par rayons X s'appuie sur le contraste de densité entre les différents constituants, l'absorption des rayons X par un matériau étant liée à sa densité. Une radiographie peut donc se lire comme la projection dans un plan selon une direction donnée de la densité en chaque point du matériau. Il en résulte une superposition des données dans la direction choisie, qui mettra en valeur les contrastes orientés dans cette direction mais masquera les autres. Typiquement, une fissure transverse sera plus facilement visible si elle est observée selon l'une de ses deux directions de propagation. En outre, pour être visible, un élément de microstructure doit être au minimum de l'ordre de la taille du pixel (en pratique, si le contraste de densité est très fort, l'élément sera détecté même s'il est plus petit qu'un pixel, mais si les densités sont proches, au moins un voire plusieurs pixels sont nécessaires car la densité associée à un pixel est une valeur moyenne).

Pour observer des fissures peu ouvertes par rapport à la résolution, il est usuel, afin de les rendre détectables, d'infiltrer dans les fissures un agent révélateur dense



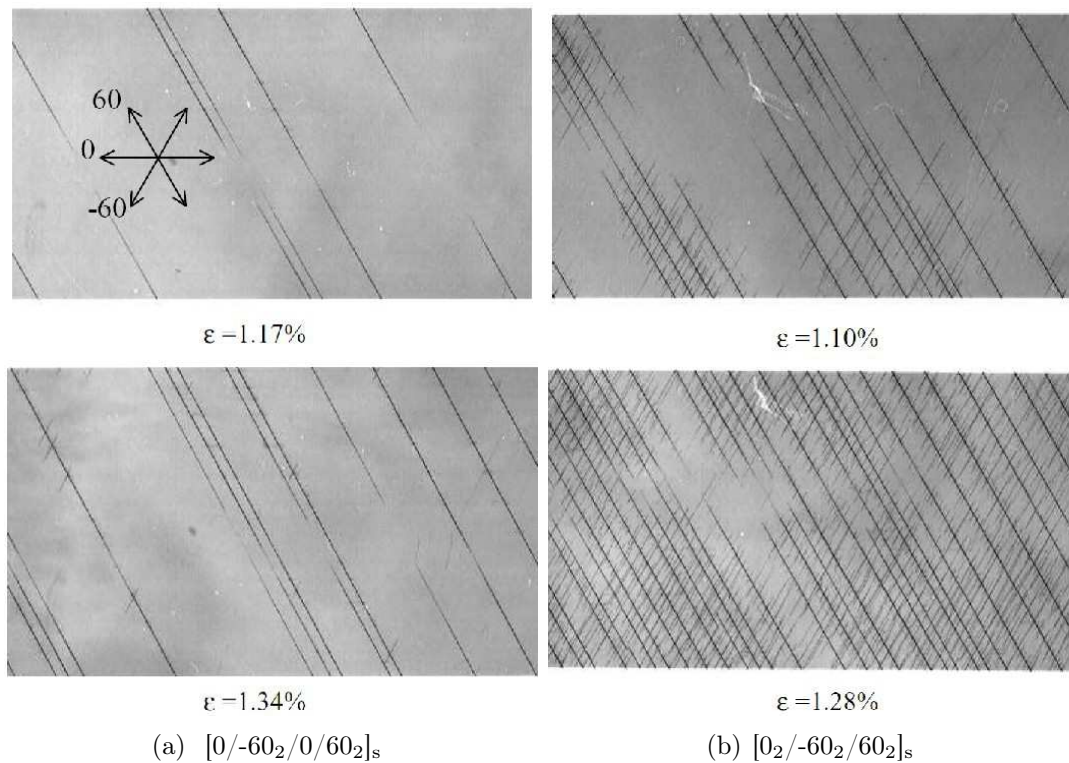


FIGURE 1.7 – Radiographies illustrant l’effet de la séquence d’empilement sur deux stratifiés à fibre de carbone et matrice époxy (M21/T700) [Yokozeki et al., 2002].

tel que de l’iodure de zinc [Elber, 1983] et dont la densité contraste plus avec celle du stratifié que la densité de l’air contenu dans les fissures. Cette manipulation rend l’observation destructive à cause de l’utilisation d’un solvant qui peut avoir un effet néfaste sur les propriétés de la matrice et des interfaces, et à cause du remplissage des fissures par l’agent révélateur. De plus, l’infiltration ne donne accès qu’aux fissures connectées à l’extérieur, et il subsiste toujours l’incertitude de savoir si les fissures sont toutes bien infiltrées ou non.

Malgré ces limites, quelques résultats obtenus par radiographie X avec agent révélateur méritent d’être mentionnés : Yokozeki *et al.* ont mis en évidence l’interaction entre les endommagements de plis adjacents et en particulier le rôle de l’angle relatif et de l’épaisseur des différentes couches dans la formation de fissures transverses courtes au détriment de fissures transverses traversantes [Yokozeki et al., 2005b] : les fissures courtes se forment préférentiellement dans des couches peu épaisses et qui font un angle d’approximativement 30 à 70° avec le chargement, et les radiographies de la Figure 1.7 tirées de [Yokozeki et al., 2002] illustrent l’influence de la séquence d’empilement sur les cinétiques de fissuration des différentes couches.

En particulier, ces images réalisées pour deux empilements dont seul l’ordre des plis varie,  $[0_2/+60_2/-60_2]_s$  et  $[0/+60_2/0/-60_2]_s$ , suggèrent que l’amorçage et la pro-

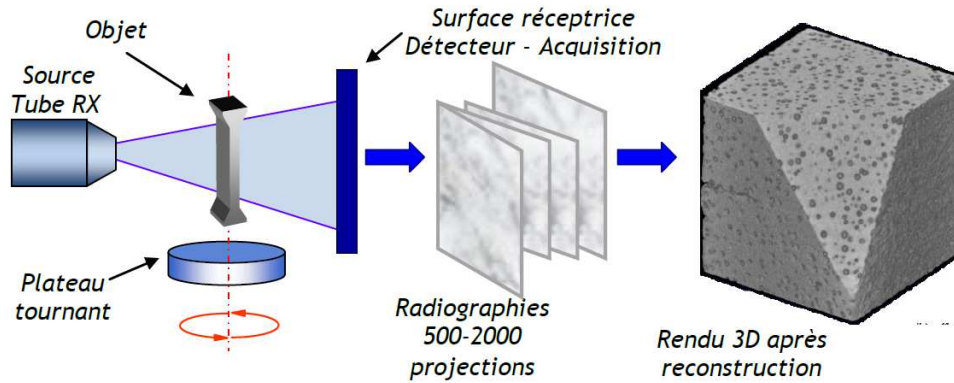


FIGURE 1.8 – Principe de la microtomographie par rayons X, d’après [Horsin Molinaro et al., 2016].

pagation des fissures dans les trois couches à  $\pm 60^\circ$  dépend de si elles sont adjacentes ou séparées par un pli à  $0^\circ$ . L’incertitude du bon fonctionnement de l’infiltration du révélateur reste malheureusement un frein important à l’exploitation de ces résultats.

La microtomographie par rayons X est une déclinaison de l’imagerie par absorption des rayons X qui permet d’obtenir une carte en trois dimensions des densités du matériau. Son principe de fonctionnement est illustré en Figure 1.8. En faisant tourner sur lui même l’échantillon à observer, on réalise un grand nombre de radiographies pour différents angles de rotation. A partir de l’ensemble de ces projections, il est possible de reconstruire numériquement le volume en trois dimensions. Le détail de cette technique est présenté dans les références [Salvo et al., 2010, Horsin Molinaro et al., 2016].

La résolution reste cependant une limite pour l’observation des fissures transverses, et plus généralement celle des mécanismes d’endommagement. En effet, l’image obtenue provenant de la part du faisceau de rayons X non absorbée par le matériau, il est nécessaire que cette part soit suffisante pour révéler un contraste de densité. Par conséquent, deux moyens d’augmenter la résolution sont i) d’augmenter le temps de capture de chaque image, ce qui conduit rapidement à des durées d’acquisition importantes : de une à deux heures pour une résolution de  $5 \mu\text{m}/\text{pixel}$  avec un microtomographe de laboratoire, ou bien ii) d’augmenter l’énergie initiale du faisceau en recourant par exemple à une source synchrotron, le temps d’acquisition pour une résolution de  $5 \mu\text{m}/\text{pixel}$  peut alors descendre en dessous de la seconde<sup>1</sup> [Maire and Withers, 2014].

Les références [Grogan et al., 2014b] et [Foti et al., 2015] présentent des observations par microtomographie de réseaux de fissures dans des stratifiés de plis uni-

1. Les deux durées d’acquisition indiquées correspondent aux performances des deux types de sources de rayons X en 2013.

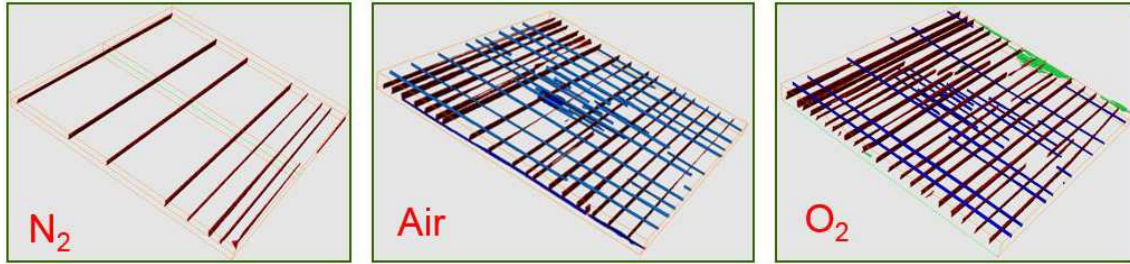


FIGURE 1.9 – Réseaux de fissures dans des stratifiés  $[0_2/90_2]_s$  soumis à des essais de fatigue en environnement oxydant ou non, d'après [Foti et al., 2015]. Volume observé de 20 mm  $\times$  20 mm  $\times$  2mm, résolution  $\approx$  15  $\mu$ m/pixel.

directionnels à fibre de carbone et matrices polymères de séquences d'empilement diverses. Les observations sont réalisées sans révélateur et avec des tomographes de laboratoire. Dans [Grogan et al., 2014b], les stratifiés sont endommagés par fatigue thermo-mécanique cryogénique. Les observations sont réalisées avec des résolutions de 15  $\mu$ m/pixel et 33  $\mu$ m/pixel. Les couches sont épaisses (0.56 mm et 1.12 mm), et les contraintes résiduelles d'origine thermo-mécanique sont importantes car la température de cuisson de ces stratifiés (à matrice thermoplastique) est supérieure à 370°C, ce qui favorise l'ouverture des fissures. Les fissures observées sont toutes traversantes dans l'épaisseur de chaque couche et dans la largeur des échantillons, ce qui est cohérent avec l'épaisseur importante des couches. Dans [Foti et al., 2015], l'endommagement résulte d'une sollicitation en fatigue dans un environnement oxydant (air, oxygène) ou non (azote). Les couches sont également épaisses (0.5 mm pour la couche centrale à 90°), et les fissures sont suffisamment ouvertes pour être visibles avec une résolution de 15  $\mu$ m/pixel. Comme le montre la Figure 1.9, les fissures sont relativement longues mais ne traversent pas tout l'échantillon entier. Il est cependant impossible de déterminer si les fissures s'arrêtent ou si leur ouverture devient insuffisante pour permettre leur détection.

L'ouverture des fissures transverses est donc un paramètre essentiel définissant la résolution nécessaire pour observer des réseaux de fissures par microtomographie. L'ouverture dépend du chargement thermo-mécanique, y compris les contraintes résiduelles, de l'épaisseur de la couche, du taux de fissuration transverse et du taux de microdélaminage. Des modèles multi-échelles, dont le principe est décrit plus loin dans ce chapitre, permettent de calculer l'ouverture des fissures transverses à partir de ces paramètres [Bois et al., 2014].

## 1.3 Transport de fluide dans les stratifiés

### 1.3.1 Écoulements types dans les milieux poreux

On considère qu'à travers la paroi en composite stratifié d'un réservoir, l'écoulement est monophasique et le milieu poreux saturé, ce qui signifie qu'il existe une seule phase fluide. On néglige donc la phase durant laquelle les pores se remplissent du fluide contenu par le réservoir. On s'intéresse uniquement à la perméation, c'est à dire au transport de fluide à travers un milieu sous l'effet d'un gradient de pression. Notons qu'il y a également transport de molécules par diffusion sous l'effet d'un gradient de concentration d'espèces moléculaires différentes. Ce phénomène prend toute son importance par exemple pour le stockage d'hydrogène à long terme en raison de la faible taille des molécules d'hydrogène qui facilite leur diffusion, et des durées de stockage qui sont relativement longues (quelques jours à quelques mois). La diffusion étant un phénomène lent, il est raisonnable de la négliger pour l'application visée, qui est du stockage à court terme (quelques heures à quelques jours).

L'étude se concentre donc sur le transport de fluide par écoulement à travers les pores, ou espaces vides, du matériau. Pour qu'il y ait écoulement, ces pores doivent être interconnectés, c'est à dire qu'ils doivent former une phase continue traversant le milieu poreux [Dullien, 1992]. Les milieux poreux sont par définition hétérogènes, y compris en matière de propriétés de transport des fluides, et il est nécessaire pour les caractériser de travailler sur des échantillons suffisamment grands par rapport aux hétérogénéités, afin que les grandeurs moyennes identifiées soient bien des caractéristiques du matériau à l'échelle macroscopique et non des propriétés locales.

Lorsqu'il existe une phase continue et traversante de pores interconnectés, on distingue plusieurs types d'écoulements en fonction de la taille des pores : le régime visqueux sans glissement aux parois et le régime visqueux avec glissement. En fait, les collisions individuelles des molécules sur les parois des pores ont pour conséquence que la vitesse du gaz aux parois n'est pas nulle, ce qui se traduit par un phénomène de glissement du fluide sur les parois des pores dénommé effet Klinkenberg. D'après la Théorie Cinétique des Gaz de Maxwell, on peut définir le libre parcours moyen des molécules  $\lambda_{lpm}$  qui correspond à la distance moyenne parcourue par une molécule entre deux collisions successives [Cercignani, 1969, Cercignani, 1988] :

$$\lambda_{lpm} = \frac{\mu_{gaz} \sqrt{\pi RT/2M}}{p} \quad (1.3)$$

où :

$\mu_{gaz}$  est la viscosité dynamique du gaz (Pa.s) et dépend de la température ;  
 $R$  est la constante universelle des gaz parfaits ( $R = 8,314 \text{ J.mol}^{-1}.\text{K}^{-1}$ ) ;  
 $T$  est la température (K) ;  
 $M$  est la masse molaire ( $\text{g.mol}^{-1}$ ) ;  
 $p$  est la pression (Pa).

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. Le nombre de Knudsen  $K_n$  définit le rapport entre le libre parcours moyen d'une molécule et la distance  $d$  caractéristique de la taille des pores :

$$K_n = \frac{\lambda_{lpm}}{d} \quad (1.4)$$

Il permet d'estimer la proportion de collisions des particules sur les parois des pores, et renseigne ainsi sur le type d'écoulement :

- si  $K_n \ll 1$ , c'est à dire si  $d \geq 100\lambda_{lpm}$ , 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.

On remarque que le libre parcours moyen augmente avec la viscosité dynamique et la température du gaz, tandis qu'il diminue lorsque la pression du gaz augmente. Ainsi, l'effet de glissement s'atténue lorsque la pression du gaz augmente. Pour le diazote, lorsque la pression est de  $10^5 \text{ Pa}$ , soit la pression atmosphérique, le libre parcours moyen est de  $\lambda_{lmp} = 5.8 \cdot 10^{-8} \text{ m}$ , ce qui signifie que l'effet Klinkenberg est significatif pour des écoulements traversant des pores interconnectés de diamètre allant jusqu'à  $5 \cdot 10^{-6} \text{ m}$  maximum. Cette ouverture correspond à celle d'une fissure transverse peu ouverte. Si la pression est dix fois supérieure, soit  $p = 10^6 \text{ Pa}$ , alors l'ouverture jusqu'à laquelle l'effet Klinkenberg existe est  $0.5 \cdot 10^{-6} \text{ m}$ , ce qui correspond cette fois à une fissure transverse fermée (en fait, avec les contraintes résiduelles, il est très peu probable d'obtenir une ouverture de fissure aussi faible, même à chargement mécanique nul). Les données utilisées pour ces applications numériques sont issues de [AirLiquide, 2017], la température utilisée est  $T = 25^\circ\text{C}$ .

On peut conclure de cette application numérique que l'importance de l'effet Klinkenberg et la nécessité d'en tenir compte doivent être évalués en fonction de la pression en service du réservoir, de la taille caractéristique des pores ou fissures pouvant se former dans le matériau, et des caractéristiques du gaz utilisé.

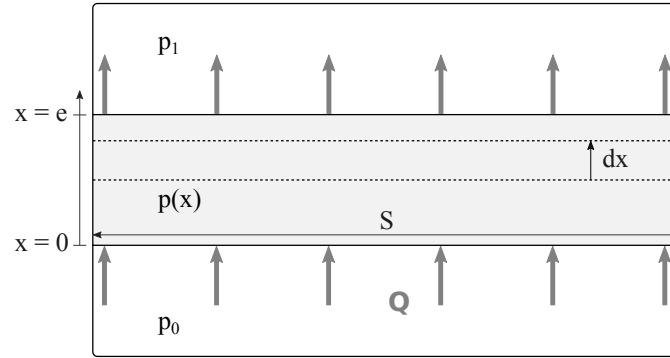


FIGURE 1.10 – Schéma de l'écoulement unidirectionnel considéré pour la mesure de la perméabilité.

### 1.3.2 Notion de perméabilité

La perméabilité d'un matériau poreux est définie comme sa capacité à être traversé par un fluide sous l'effet d'un gradient de pression. Dans le cas d'un écoulement visqueux sans glissement, stationnaire et uni-axial, comme schématisé en Figure 1.10, la loi de Darcy permet, en introduisant la perméabilité  $k$ , de relier proportionnellement le débit de fuite  $Q_v$  à travers la surface  $S$ , la viscosité dynamique  $\mu$  du fluide, et le gradient de pression à travers l'épaisseur d'un échantillon  $dp/dx$ <sup>2</sup> :

$$q_v = \frac{Q_v}{S} = -\frac{k}{\mu} \frac{dp}{dx} \quad (1.5)$$

$$\text{soit } q_v = \frac{k}{\mu} \frac{(p_0 - p_1)}{e} \quad \text{dans le cas unidirectionnel et incompressible.} \quad (1.6)$$

pour un fluide Newtonien et avec :

$q_v$  le flux volumique ( $\text{m} \cdot \text{s}^{-1}$ );

$Q_v$  le débit volumique ( $\text{m}^3 \cdot \text{s}^{-1}$ );

$S$  la surface extérieure traversée par le fluide ( $\text{m}^2$ );

$k$  la perméabilité du matériau ( $\text{m}^2$ );

$\mu$  la viscosité dynamique du fluide ( $\text{Pa} \cdot \text{s}$ );

$\frac{dp}{dx}$  le gradient de pression dans l'épaisseur de l'échantillon ( $\text{Pa} \cdot \text{m}^{-1}$ );

$e$  l'épaisseur de la paroi traversée par le fluide.

Les hypothèses permettant d'arriver à cette relation sont les suivantes : fluide parfait, écoulement uni-axial dans la direction  $\underline{x}$ , écoulement stationnaire et isotherme, effets inertiels négligeables (écoulement suffisamment lent), détente (rôle de la compressibilité) du fluide négligeable à l'échelle de l'éprouvette, et déformations du milieu

2. NB : la publication originale qui introduit la notion de perméabilité concerne l'écoulement dans les fontaines de Dijon [Darcy, 1856], mais on préférera s'appuyer sur une écriture plus récente de la loi de Darcy que l'on retrouve dans les ouvrages de référence tel que [Dullien, 1992].

poreux négligeables.

Cependant, pour un gaz le rôle de la compressibilité n'est pas négligeable et la vitesse d'écoulement varie avec la pression. Cela peut être ajouté dans la loi de Darcy en s'appuyant sur le fait qu'à température constante et en régime stationnaire, le produit de la vitesse du gaz par sa pression est constant dans l'éprouvette. L'Équation 1.5 devient alors dans le cas unidirectionnel et compressible, d'après [Dullien, 1992] :

$$q_v = \frac{Q_v}{S} = -\frac{k}{\mu} \frac{(p_1^2 - p_0^2)}{2p_1 e} \quad (1.7)$$

La perméabilité ainsi définie est une propriété intrinsèque du milieu : elle dépend essentiellement des caractéristiques morphologiques du milieu poreux (tortuosité, connectivité, taille et facteur de forme des pores) et ne dépend pas de la nature du fluide [Dullien, 1992].

D'autres grandeurs sont parfois utilisées dans la littérature et dans l'industrie pour caractériser les fuites à travers un milieu poreux. Les deux plus courantes sont le débit molaire  $Q_m$  et le flux volumique standard  $q_{st}$ . L'intérêt de ces deux grandeurs est de permettre de s'affranchir de l'effet de la compressibilité sur le flux volumique. Le débit molaire (en  $\text{mol}\cdot\text{s}^{-1}$ ) est obtenu en appliquant la loi des gaz parfaits pour calculer la quantité de matière (en mol) contenue dans le volume de fluide aux conditions de pression et de température de l'essai :  $Q_m = Q_v \times p/RT$ . Le flux volumique standard se définit par équivalence à partir du flux volumique expérimental pour des conditions de pression et de température standard. L'unité dans le système international est le  $\text{m}^3\text{normaux}\cdot\text{s}^{-1}\cdot\text{m}^{-2}$ , mais une sous-unité usuelle est le  $\text{cm}^3\text{normaux}\cdot\text{s}^{-1}\cdot\text{m}^{-2}$ , noté aussi  $\text{scc}/\text{s}/\text{cm}^2$ . La pression standard est :  $p_{st} = 1.013 \cdot 10^5 \text{ Pa}$ , et la température standard dépend de la norme choisie :  $T_{st(DIN1343)} = 273.15^\circ\text{K} = 0^\circ\text{C}$  ou  $T_{st(ISO2533)} = 286.15^\circ\text{K} = 15^\circ\text{C}$ . L'équivalence se fait en appliquant la loi des gaz parfaits :  $q_{st} = q_v \times p_{exp}T_{st}/p_{st}T_{exp}$ . La pression expérimentale à utiliser est la pression de sortie pour un flux sortant.

Une grandeur très utilisée dans l'industrie est le produit pression  $\times$  volume par seconde  $q_{pv}$ , d'unité  $\text{Pa}\cdot\text{m}^3\cdot\text{s}^{-1}$ , souvent dénommé *leak rate* ou *throughput* ("débit sortant"), qui dérive du flux molaire. Il se calcule en appliquant de nouveau la loi des gaz parfaits au débit molaire :  $q_m = q_{pv}/RT$ . Ces trois grandeurs dépendent de la nature du gaz (de sa viscosité, notamment), mais aussi du gradient de pression qui génère l'écoulement et détermine l'amplitude du flux. Pour pouvoir comparer des mesures utilisant ces grandeurs, les pressions amont et aval et la viscosité doivent donc soit être connues, soit être identiques.

### 1.3.3 Perméabilité effective et perméabilité apparente

Lorsque le libre parcours moyen des molécules du gaz n'est plus négligeable devant la taille caractéristique des pores, le glissement des molécules sur les parois des pores à l'échelle des porosités, ou effet Klinkenberg, se traduit à l'échelle macroscopique par une augmentation de la perméabilité mesurée en appliquant la loi de Darcy. La perméabilité  $k$  obtenue avec la relation 1.5 n'est alors plus la perméabilité intrinsèque du matériau, mais sa perméabilité apparente, et l'effet Klinkenberg est formalisé par le coefficient de Klinkenberg  $b$ , homogène à une pression, qui confère au matériau une perméabilité apparente  $k$  supérieure à sa perméabilité intrinsèque  $k_{int}$  [Klinkenberg, 1941] :

$$k = k_{int} \left( 1 + \frac{b}{p_m} \right) \quad \text{avec } p_m = \frac{p_0 + p_1}{2} \quad (1.8)$$

Le coefficient  $b$  est une constante associée au couple (gaz,matériau). Quand  $b$  devient très inférieur à  $p$ , la contribution du glissement aux parois devient négligeable, et la perméabilité apparente est alors égale à la perméabilité intrinsèque, comme l'indique également le nombre de Knudsen. L'identification de la perméabilité intrinsèque et du coefficient de Klinkenberg requiert donc plusieurs mesures de la perméabilité apparente à différentes pressions.

### 1.3.4 Ordres de grandeur

Afin d'illustrer le lien entre la perméabilité et l'écoulement qui traverse le milieu poreux, considérons une plaque carrée de côté 1 m et d'épaisseur 1 mm, soumise à une différence de pression constante  $p_0 - p_1 = 10^5$  Pa avec  $p_0 = 2 \cdot 10^5$  Pa, à une température de 25°C. Le gaz perméant est l'azote ( $N_2$ ), à cette température sa viscosité dynamique est  $\mu_{N_2}(298K) = 1.78 \cdot 10^{-5}$  Pa.s. En appliquant l'Équation 1.7, on peut alors calculer le flux d'azote à travers l'épaisseur de la plaque en fonction de la perméabilité de celle-ci. De cette manière, on trouve les valeurs indiquées dans la Table 1.1 ci après. À travers une plaque dont la perméabilité apparente est de  $10^{-15}$  m<sup>2</sup> (N.B. : Les volumes exprimés ici correspondent à des volumes d'azote à pression atmosphérique et à une température de 25°C),  $3 \cdot 10^4$  L soit 30 m<sup>3</sup> d'azote s'écoulent en une heure, tandis qu'à travers une plaque de perméabilité  $10^{-23}$  m<sup>2</sup>, l'écoulement en une heure représente 0.3 mL, soit le volume de 6 gouttes d'eau.



TABLE 1.1 – Débit volumique  $Q_v$  et débit massique  $Q_m$  pour l'azote traversant une plaque de perméabilité apparente  $k_{app}$ .

$k_{app}$ (m <sup>2</sup> )	$Q_v$ (L/h)	$Q_m$ (kg/h)	commentaire
$10^{-15}$	$3 \cdot 10^{-1}$	$3.4 \cdot 10^{-1}$	= 34 m <sup>3</sup> /h ou 34 kg/h
$10^{-20}$	$3 \cdot 10^{-4}$	$3.4 \cdot 10^{-4}$	= 34 cL/h ou 0.34 g/h
$10^{-23}$	$3 \cdot 10^{-7}$	$3.4 \cdot 10^{-7}$	≈ volume de 6 gouttes d'eau/h ou 0.34 mg/h

### 1.3.5 Méthodes de mesure de la perméabilité

Un moyen générique pour déterminer la perméabilité consiste à garder constantes deux des trois grandeurs qui entrent en compte (la pression amont  $p_0$ , la pression aval  $p_1$ , et le débit de fuite  $Q$ ), pendant que l'on mesure les variations de la troisième grandeur. Avec une méthode stationnaire comme l'expérience de Darcy, la grandeur mesurée est le débit volumique  $Q_v$ , et  $k$  est calculé à partir de l'Équation 1.5. Pour les milieux très peu perméables, c'est à dire pour lesquels  $k < 10^{-15}$  m<sup>2</sup>, le débit est extrêmement faible et pratiquement impossible à mesurer. Dans ce cas, la grandeur mesurée est usuellement le gain ou la perte de pression. Ainsi, des méthodes alternatives ont été mises au point pour mesurer la perméabilité de ces matériaux. Les méthodes instationnaires sont basées sur la mesure de l'évolution de la pression après sa modification brusque [Bruce et al., 1953, Yamada and Jones, 1980], et les méthodes quasi-stationnaires exploitent la linéarité de la variation de pression lorsque celle-ci est faible au regard de la différence de pression de part et d'autre de l'échantillon à caractériser [Jannot and Lasseux, 2012]. Les méthodes stationnaires et quasi-stationnaires restent les plus utilisées dans les études sur le lien perméabilité-endommagement car elles sont plus simples à mettre en œuvre donc plus accessibles à des laboratoires non nécessairement spécialistes en mécanique des fluides.

Un autre moyen très utilisé est la détection de fuites d'hélium par spectroscopie de masse (ou "reniflage"). Cela consiste à appliquer une pression d'hélium en amont, et à faire le vide en aval pour recueillir et compter par spectroscopie les molécules d'hélium qui ont traversé l'échantillon. La précision de la mesure dépend alors essentiellement du niveau de vide appliqué et de la qualité de l'étanchéité du système, et peut aller de  $10^{-20}$  à  $10^{-30}$  m<sup>2</sup> en termes de perméabilité. Pour une revue détaillée des méthodes de mesure de la perméabilité et du débit de fuite, le lecteur peut se reporter à [Bergoglio and Mari, 2012].

### 1.3.6 Évaluation de l'effet de l'endommagement sur la perméabilité de matériaux composites

#### Essais existants

Les essais conventionnels pour mesurer la perméabilité d'un composite stratifié consistent à appliquer de part et d'autre d'une plaque du stratifié à caractériser, une chambre d'admission et une chambre de détection [Disdier et al., 1998, Kumazawa et al., 2006b, Kumazawa et al., 2006a, Bechel, 2005, Bechel et al., 2006, Yokozeki et al., 2005a, Yokozeki et al., 2009, Malenfant, 2012, Jannot and Lasseux, 2012]. La création d'endommagement et la mesure de perméabilité sont souvent découplées [Disdier et al., 1998, Kumazawa et al., 2006b, Bechel et al., 2006]. Or, quand l'éprouvette est déchargée, les fissures se referment (au moins partiellement), ce qui modifie la perméabilité effective. Certaines études ont donc cherché à effectuer la mesure de perméabilité sous charge [Yokozeki et al., 2005a, Yokozeki et al., 2006, Yokozeki et al., 2009, Malenfant, 2012, Rastiello et al., 2014]. L'essai sur plaque se révèle rapidement inadapté pour la caractérisation de fuites induites par des fissures transverses. En effet, les fissures se propagent jusqu'au bord de l'éprouvette ou des chambres de détection et d'admission, et génèrent des fuites en dehors de la zone confinée [Bechel, 2005, Kumazawa et al., 2006b, Kumazawa et al., 2006a, Bechel et al., 2006, Yokozeki et al., 2006, Malenfant, 2012]. Une solution proposée pour mesurer la perméabilité sous charge est d'utiliser des éprouvettes tubulaires [Mallick et al., 2005, Yokozeki et al., 2005a, Mertiny and Gold, 2007]. Dans ces trois références, les tubes sont fabriqués par enroulement filamentaire. Dans [Mallick et al., 2005, Yokozeki et al., 2005a], le dispositif proposé est un tube fermé dans une chambre à vide ou une chambre cryogénique, et la mesure de la perméabilité est effectuée par détection au spectromètre de masse. Dans [Yokozeki et al., 2005a] l'éprouvette est soumise à la fois à des conditions cryogéniques (par conduction du froid) et à un chargement de traction. La température de l'éprouvette n'est pas mesurée. Dans [Mallick et al., 2005] le chargement est assuré uniquement par la pression interne. Dans [Mertiny and Gold, 2007], les éprouvettes sont sollicitées en traction, torsion, et pressurisées avec de l'huile. La perméabilité est mesurée par mesure du volume d'huile perdu. Le recours à des éprouvettes tubulaires résout le problème de l'étanchéité aux bords mais l'effet des interactions entre le dispositif et le tube pressurisé, sur l'état d'endommagement notamment, n'est pas abordé dans les travaux utilisant ce type d'éprouvette [Mallick et al., 2005, Yokozeki et al., 2005a, Mertiny and Gold, 2007]. De plus,

dans l'ensemble de ces travaux, la ou les chambres de conditionnement interdisent l'observation des sorties de chemins de fuite : l'imagerie par rayons X ou ultrason permet d'identifier les croisements de fissures, mais pas de vérifier si ces réseaux de fissures constituent effectivement des chemins de fuite.

### Principaux résultats sur les liens entre endommagement et perméabilité

Cette section présente quelques valeurs de perméabilité ainsi que des observations et conclusions obtenues à partir des essais mentionnés ci-dessus.

La perméabilité d'un stratifié à fibre de verre et matrice époxy, non endommagé et de faible porosité, a été évaluée à  $10^{-23}$  m<sup>2</sup> par [Jannot and Lasseux, 2012] par une méthode de décroissance de la pression en écoulement quasi-stationnaire. Les perméabilités mesurées avec de l'huile sur des tube bobinés à fibre de verre et matrice époxy dans [Mertiny and Gold, 2007] sont plus élevées : de  $10^{-18}$  m<sup>2</sup> à  $10^{-16}$  m<sup>2</sup>. Les produits pression×volume par seconde relevés sur des tubes bobinés à fibre de carbone et matrice époxy dans [Yokozeke et al., 2005a] par quantification de l'hélium au spectromètre de masse sont compris entre  $5 \cdot 10^{-6}$  et  $5 \cdot 10^{-4}$  Pa.m<sup>3</sup>.s<sup>-1</sup>, ce qui équivaut, pour une pression aval proche de zéro et un delta de pression de  $10^5$  Pa, à des perméabilités comprises entre  $10^{-23}$  et  $10^{-21}$  m<sup>2</sup>. Dans [Mallick et al., 2005], aucune valeur n'est fournie, mais l'auteur annonçait dans une publication précédente [Mallick et al., 2004] un objectif de  $10^{-4}$  scc/s à 1% de déformation, ce qui équivaudrait, selon les conditions expérimentales, à  $4 \cdot 10^{-19}$  m<sup>2</sup> en appliquant  $10^5$  Pa d'hélium en amont et un vide très poussé en aval (par exemple 1 Pa), et à  $1.2 \cdot 10^{-19}$  m<sup>2</sup> en appliquant  $2 \cdot 10^5$  Pa d'hélium en amont et  $1 \cdot 10^5$  Pa en aval.

Dans l'essai sur tube de [Yokozeke et al., 2005a], les flux pression-volume sont comparés sous chargement mécanique et pour des états d'endommagement identiques, à la fois à température cryogénique (-196°C) et à température ambiante. Le flux mesuré variant peu pour les deux températures, l'auteur en conclut que l'augmentation des contraintes d'origines thermo-mécaniques (qui augmente l'ouverture des fissures à froid) est compensée par une diminution de l'énergie cinétique moléculaire du fluide qui ralentit l'écoulement. Un seul état d'endommagement est étudié pour chaque éprouvette, les fissures transverses sont observées par ultrasons après l'essai mais ne sont pas quantifiées.

Dans [Yokozeke et al., 2006], l'étude porte sur l'effet de l'angle entre plis endommagés sur le débit de fuite, mais l'effet de l'angle sur l'endommagement lui même, ou sur l'ouverture des fissures n'est pas mentionné. Les stratifications étudiées sont  $[0_2/\theta_2]_s$ , avec  $\theta = 45, 60, 75, 90^\circ$ , sous forme de plaques. Une fissure transverse est

créée dans chacune des deux couches à  $0^\circ$  en les mettant successivement en traction par flexion 3 points. Les deux fissures transverses générées ainsi ne doivent pas dépasser quelques centimètres de long pour permettre le confinement de la zone de perméation, laquelle est définie par les chambres utilisées pour la mesure de perméabilité. Puis, les éprouvettes sont soumises à de la traction uni-axiale. La mesure de perméabilité est réalisée par comptage des molécules d'hélium dans la chambre aval sous vide, tandis que la chambre amont est remplie d'hélium maintenu à la pression atmosphérique. Les éventuelles fuites dues aux fissures de la couche centrale qui traversent toute la largeur de l'éprouvette et débouchent hors de la zone confinée sont considérées par les auteurs comme négligeables. En fait, le défaut d'étanchéité a pour effet d'alimenter l'écoulement avec de l'air, il n'y a donc pas de fuite d'hélium vers l'extérieur, mais l'écoulement et la composition du fluide sont modifiés. Dans les stratifiés  $[0_2/\theta_2]_s$  où  $\theta = 45$  et  $60^\circ$ , aucune fuite n'est observée avant rupture sous chargement quasi-statique. Des réseaux de fissures traversants sont finalement obtenus par chargement cyclique. Dans le cas d'un stratifié  $[0_2/45_2]_s$ , des fissures courtes dans la couche à  $45^\circ$  sont générées en même temps que les fissures des plis à  $0^\circ$ . Elles ont pu être observées par radiographie X après infiltration d'iodure de zinc. On remarque que lorsque les fissures des plis à  $0^\circ$  se trouvent être superposées, il y a fuite avant de charger en traction car les fissures courtes de la couche à  $45^\circ$  croisent plus facilement les deux fissures des plis extérieurs. Les chemins de fuite sont dénombrés en s'appuyant sur le nombre d'intersections qui apparaissent sur les radiographies et un débit de fuite par chemin de fuite est calculé. L'effet de l'angle est traité de manière géométrique : plus l'angle est petit et plus la surface connectant deux fissures est petite.

Enfin, Kumazawa *et al.* ont réalisé des essais de traction bi-axiale sur des stratifiés  $[0_2/90_2]_s$  et  $[0/90/0/90]_s$  et a établi en mesurant le flux sortant et la densité de fissures qu'il existe un lien entre taux de fissuration et perméabilité [Kumazawa et al., 2006b] et entre chargement, ouverture des fissures, et perméabilité [Kumazawa et al., 2006a]. Il en conclut que les fissures transverses servent de chemins de fuite et que ces chemins s'ouvrent lorsque les plis sont sollicités transversalement. Il identifie que les couches plus fines sont moins perméables que les couches plus épaisses, ce qu'il met en lien avec des taux de fissuration moindres. Ceci est cohérent avec l'effet connu de l'épaisseur de la couche sur la cinétique de la fissuration transverse. Le plus grand nombre d'interfaces entre couches (l'épaisseur des stratifiés est constante) et donc de goulets d'étranglements entre les fissures des différentes couches participe également à la baisse de la perméabilité. La double caractérisation du taux de fissuration et du flux sortant n'est réalisée que pour peu de

TABLE 1.2 – Valeurs de débit "volume-pressure"  $q_{vp}$  obtenues dans [Kumazawa et al., 2006b] et de perméabilité  $k$  correspondantes (calculées à partir des paramètres expérimentaux), pour deux stratifiés chargés en traction bi-axiale.  $\varepsilon^{max}$  est la déformation maximale appliquée dans les deux directions,  $\bar{\rho}_\theta$  sont les taux de fissuration réduits des couches d'orientation  $\theta$ . Les débits de fuite sont mesurés à chargement nul.

Stratification	$\varepsilon^{max}$ (%)	$\bar{\rho}_{90}$ (-)	$\bar{\rho}_0$ (-)	$q_{vp}$ (Pa.m <sup>3</sup> .s <sup>-1</sup> )	$k$ (m <sup>2</sup> )
[0 <sub>2</sub> /90 <sub>2</sub> ] <sub>s</sub>	0.49	0.1	0.012	2 .10 <sup>-10</sup>	7.5.10 <sup>-23</sup>
	0.50	0.35	0.025	2.7 .10 <sup>-7</sup>	1 .10 <sup>-19</sup>
[0/90/0/90] <sub>s</sub>	0.70	0.56	0.006	1.8 .10 <sup>-9</sup>	6.5 .10 <sup>-22</sup>
	0.75	0.87	0.013	7.9 .10 <sup>-9</sup>	2.8 .10 <sup>-21</sup>

points de mesure (deux par éprouvette) car elle impose de démonter successivement les dispositifs de chaque mesure (chambres de confinement et contreplaque réfléchissante en verre utilisée pour le comptage des fissures). Les valeurs ainsi obtenues sont présentées dans la Table 1.2. La perméabilité la plus faible est mesurée pour un taux de fissuration dans les plis à 0° qui correspond à une fissure observée dans une zone de 20 mm de long. Notons aussi que l'imagerie en deux dimensions ne permet pas de distinguer à quel couche appartiennent les fissures lorsqu'il y a différentes couches d'une même orientation. C'est le cas pour tous les plis à 0°, et pour les trois couches à 90° dans le deuxième stratifié. Les fissures transverses peuvent être aussi bien superposées dans les différentes couches, que ne pas l'être. En revanche, le problème ne se pose pas pour les plis à 90° du premier stratifié qui sont rassemblés en une seule couche. Il est aussi possible que les taux de fissuration des différentes couches d'une même orientation ne soient pas égaux, en particulier si les couches sont d'épaisseurs différentes.

## 1.4 Modélisation de l'endommagement, des chemins de fuite et de la perméabilité

### 1.4.1 Approches pour la modélisation de l'endommagement

Afin de décrire les chemins de fuite dans les stratifiés et prédire leur formation, il est nécessaire de modéliser l'apparition des dégradations telles que la fissuration transverse et le microdélaminage. Deux théories permettent de prévoir les dégradations qui se produisent au sein d'un matériau : la mécanique de la rupture (théorie

de la fissuration) et la mécanique de l'endommagement continu<sup>3</sup>.

Le principe de la mécanique de la rupture est de déterminer si une fissure existante s'accroît d'une longueur infinitésimale en s'appuyant sur le critère de Griffith qui est en fait le bilan des énergies mises en jeu dans ce processus. L'énergie élastique libérée par la structure lors de la propagation de la fissure doit être au moins égale à l'énergie nécessaire à la création de la nouvelle surface fissurée. L'énergie associée à une fissure est proportionnelle à la surface créée et caractérisée par le taux de restitution d'énergie critique qui est une grandeur caractéristique du matériau. La mécanique de la rupture, limitée à la propagation infinitésimale d'une fissure pré-existante, a été étendue à la création instantanée de fissures de longueur finie par Hashin, donnant naissance à la mécanique de la rupture finie sur laquelle on trouvera une revue détaillée dans la référence [Weißgraeber et al., 2016]. Hashin a établi dans [Hashin, 1996] que le taux de restitution d'énergie de fissures de longueur finie (il s'agit en fait de fissures transverses dans un stratifié) peut être utilisé pour appliquer le critère de Griffith. Il montre aussi que la valeur du taux de restitution d'énergie critique est limitée par un critère en résistance. En s'appuyant sur ce cadre, Leguillon propose un double critère en énergie et en résistance qui permet de décrire l'amorçage et la propagation sur une longueur finie d'une fissure [Leguillon, 2002].

Le principe de la mécanique de l'endommagement est de décrire l'évolution des dégradations à l'échelle microscopique en considérant le milieu comme continu à l'échelle mésoscopique (échelle du volume élémentaire représentatif) [Kachanov, 1986, Krajcinovic and Lemaitre, 1987, Lemaitre et al., 2009]. L'état de détérioration de la matière est représenté par une ou plusieurs variables d'endommagement, qui sont généralement basées sur les modifications des propriétés élastiques du matériau. Chaque variable d'endommagement est une variable d'état dont les lois d'évolution dépendent de forces thermodynamiques associées, conformément à la thermodynamique des processus irréversibles.

La mécanique de la rupture repose sur une description géométrique des dégradations qui s'appuie sur une grandeur physique unique pour gérer l'évolution (taux de restitution d'énergie critique). La mise en œuvre numérique de ce type d'approche nécessite une représentation géométrique explicite de la fissure à différents stades de sa propagation et des maillages raffinés, et donc un coût de calcul élevé. En homogénéisant le comportement induit par un grand nombre de dégradations, la mécanique de l'endommagement permet de réduire les temps de calcul. Cependant, cette économie se fait au détriment de la distinction entre les différents types de

---

3. Pour une introduction aux théories de la mécanique de la rupture et de la mécanique de l'endommagement continu, le lecteur peut se reporter à [Lemaitre et al., 2009]

dégradations. Par ailleurs, si les dégradations présentent une taille caractéristique proche de l'échelle de modélisation, se pose le problème de la séparation des échelles qui se traduira notamment par une mauvaise représentation des interactions entre mécanismes d'endommagement.

Ainsi, pour prévoir les dégradations dans le cas particulier des composites stratifiés, plusieurs approches découlant de l'une ou l'autre de ces deux théories ont été proposées. Quelques unes de ces approches sont présentées ci-dessous.

**Approches du type "mésomodèle" d'endommagement** Ce type d'approche est une application de la mécanique de l'endommagement continu aux composites stratifiés. L'endommagement n'est pas représenté explicitement, mais uniquement à travers une dégradation des propriétés élastiques. Le stratifié est représenté par un empilement de couches successives au comportement orthotrope. Pour connaître l'état de contrainte, on applique la théorie des stratifiés, puis dans chaque couche le chargement est analysé et l'évolution des variables d'endommagement est calculée en fonction d'un modèle d'endommagement. Le premier mésomodèle proposé [Ladevèze, 1992] distingue deux types de couches : le pli [Ladeveze and Le Dantec, 1992], et l'interface entre plis [Allix and Ladevèze, 1992]. Les déformations résiduelles liées aux dégradations ou au comportement des constituants peuvent être intégrées à ce type de modèle [Ladeveze and Le Dantec, 1992] en s'appuyant sur la notion de contrainte effective. Cette approche a été également étendue à la prédiction de l'endommagement en fatigue [Payan and Hochard, 2002, Hochard and Thollon, 2010, Caous, 2017], et à l'endommagement par matage [Le Goff et al., 2017]. Dans l'approche de type "mésomodèle" d'endommagement, l'ensemble des mécanismes d'endommagement matriciel : décohésion fibre matrice, microfissuration, fissuration transverse, microdélaminage, est représenté par une seule variable d'endommagement. En réalité l'évolution de chacun de ces mécanismes d'endommagement peut être différente en fonction des directions de sollicitation. Comme mentionné précédemment, ce type d'approche pose le problème de la séparation des échelles puisque, par exemple, les fissures transverses ont la dimension du volume élémentaire représentatif. Ce modèle sera donc représentatif d'un volume de matériau (longueur de pli) suffisamment important pour contenir un grand nombre de fissures transverses et cette approche ne pourra pas représenter correctement l'interaction entre ces fissures transverses et les endommagements adjacents : microdélaminage et fissuration transverse des plis voisins.

**Approches utilisant l'énergie de fissuration** Différentes approches s'appuient sur la mécanique de la rupture et utilisent le taux de restitution d'énergie pour

décrire la formation des fissures. On peut citer par exemple les applications de la mécanique de la rupture finie, avec [Nairn, 2000] où les énergies libérées par la création de fissures transverses et de microdélaminage sont calculées analytiquement. Du côté des méthodes numériques, des techniques ont été développées pour calculer le taux de restitution d'énergie avec des éléments finis classiques, comme la méthode par relâchement successif des nœuds (ou déboutonnage) suivant le chemin pré-supposé de la fissure, qui permet d'obtenir le taux de restitution d'énergie en dérivant le travail élastique, ou encore par perturbation en appliquant un déplacement infinitésimal du nœud situé en pointe de fissure, puis en évaluant la variation d'énergie élastique à partir des matrices de rigidité locale des éléments contenant le nœud perturbé. Il existe aussi deux types d'éléments spécialisés qui permettent de simuler l'apparition et la propagation des fissures. Les éléments finis enrichis, X-FEM pour *Extended Finite Element Method*, permettent d'introduire des discontinuités (coupure de l'élément, pointe de fissure,...) dans les éléments en enrichissant leurs fonctions de forme. Avec cette méthode le trajet de fissuration n'est pas présupposé. Elle est utilisée par exemple par [Grogan et al., 2014a] pour prédire l'apparition et l'ouverture des fissures transverses dans un stratifié en vue d'évaluer sa perméabilité. Une autre méthode consiste à placer des éléments cohésifs endommageables aux endroits susceptibles de fissurer. Pour cette méthode, le taux de restitution d'énergie critique est intégré dans la loi de comportement de l'interface cohésive. Les deux méthodes sont combinées par [Grogan et al., 2015] pour décrire d'une part les fissures transverses sans pré-supposer leur position, ce à quoi les éléments X-FEM se prêtent bien, et d'autre part les microdélaminages qui se développent nécessairement à l'interface entre plis d'orientations différentes et qui sont donc prévus en insérant des éléments cohésifs aux interfaces. L'inconvénient, déjà mentionné, de ce type de méthode est le temps de calcul important lié à la finesse de maillage nécessaire pour décrire les dégradations.

**Approches multi-échelles** Le principe des approches multi-échelles est de modéliser explicitement l'endommagement en s'appuyant sur les mécanismes à l'œuvre aux échelles micro et/ou méso, et de travailler ensuite avec des grandeurs moyennes aux échelles supérieures, plus appropriées au calcul de structure, pour décrire le comportement homogénéisé du matériau.

Les approches multi-échelles pour les composites stratifiés permettent de décrire séparément les dégradations microscopiques (décohésions, microfissures de la matrice) et les dégradations mésoscopiques (fissures transverses, microdélaminage). Les endommagements microscopiques sont prédits par la mécanique de l'endomma-



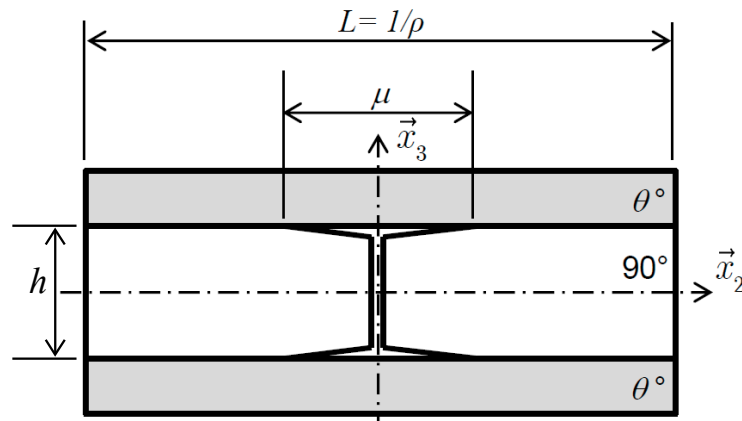


FIGURE 1.11 – Cellule élémentaire pour l’identification des effets de l’endommagement [Bois et al., 2014, Huchette, 2005].

gement [Ladeveze and Lubineau, 2002, Lubineau, 2010, Laurin et al., 2013], tandis que les endommagements mésoscopiques sont représentés explicitement sur une cellule élémentaire (Figure 1.11). La simulation de cette cellule élémentaire pour un ensemble de configurations d’endommagement préétablies permet de quantifier l’effet des endommagements sur la rigidité mésoscopique homogénéisée [Huchette, 2005] et éventuellement de définir des lois d’évolution basées sur la mécanique de la rupture [Nairn, 2000].

**Effet des interactions** Lorsque la géométrie des fissures est représentée explicitement, la mécanique de la rupture permet de prendre en compte les interactions entre celles-ci. En pratique, cela requiert d’avoir envisagé l’ensemble des trajets de fissuration possibles lors de l’évaluation de l’énergie restituée par la structure. Concernant la mécanique de l’endommagement, comme évoqué précédemment, les endommagements étant représentés par une perte de raideur moyenne, 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 est prise en compte. Les approches multi-échelles vont permettre de prendre en compte les interactions entre mécanismes à l’intérieur de la cellule élémentaire, mais uniquement dans la ou les configurations sélectionnées pour la cellule élémentaire. Des interactions peuvent être ajoutées de manière phénoménologique en ajoutant un caractère non local aux lois d’évolution [Charrier et al., 2011].

### 1.4.2 Modélisation de l'écoulement et de la perméabilité

La prédiction de la perméabilité nécessite de disposer au moins des informations suivantes :

- le nombre de fissures transverses ou le taux de fissuration transverse dans chacun des plis, fixé au départ dans la plupart des simulations d'écoulement trouvées dans la littérature ;
- le nombre de croisements de fissures transverses aux interfaces inter-pli, en général déduit du taux de fissuration transverse en s'appuyant sur l'hypothèse de périodicité du volume élémentaire contenant une fissure transverse ;
- la section de connexion entre fissures transverses de plis adjacents, déduite de l'ouverture des fissures transverses et de la longueur de microdélaminage en pointe de fissure transverse.

Une solution simple consiste à s'appuyer sur une vision géométrique 2D de chaque croisement de fissures : la surface d'intersection des fissures de deux plis adjacents est considérée comme la section d'un canal droit traversant le stratifié, et est donc calculée à partir de l'ouverture de fissure en tenant compte du microdélaminage, et de l'angle entre les orientations des deux plis. La perméabilité par chemin de fuite est calculée géométriquement à partir de la section de ce canal. Un coefficient appelé conductance hydraulique doit ensuite être identifié expérimentalement à partir de mesures de la perméabilité et du décompte des croisements de fissures pour relier la section de connexion à la perméabilité ou au débit de fuite. Ce type de modèle a été proposé initialement pour des stratifiés croisés par Kumazawa *et al.* [Kumazawa *et al.*, 2003] puis par Roy *et al.* qui ajoutent l'effet du microdélaminage [Roy and Benjamin, 2004]. Ces modèles sont ensuite étendus pour d'autres orientations en ajoutant l'effet de l'angle sur la taille de la connexion [Yokozeki *et al.*, 2006, Nair and Roy, 2007] puis appliqués en affinant la modélisation des réseaux de fissures [Xu *et al.*, 2008, Xu and Sankar, 2008, Grogan *et al.*, 2014a, Grogan *et al.*, 2015]. Pour compléter ces modèles et alléger le besoin en valeurs expérimentales, il a aussi été proposé de modéliser explicitement en trois dimensions un réseau de fissures et le flux de gaz dans ce réseau pour identifier numériquement le coefficient de conductance. Cette approche a l'inconvénient d'être très lourde car la géométrie d'un réseau même simple devient rapidement complexe (en raison du microdélaminage en pointe de fissure transverse dont la forme est très aigüe, et du fait que les croisements de fissures aux différentes interfaces ne sont pas nécessairement superposés), et la simulation de l'écoulement nécessite un maillage très fin. Les simulations ont donc d'abord été réalisées en considérant le fluide incompressible [Peddiraju *et al.*, 2007], puis étendues au cas compressible [Kumazawa and Whitcomb, 2008]. Par ailleurs,

ces modèles négligent la perméabilité initiale du stratifié vierge d'endommagement, qui est certes très faible pour les composites à hautes performances utilisés pour les applications spatiales, mais pas nécessairement négligeable pour autant. Malenfant propose de prendre en compte d'une part la perméabilité des fissures, et d'autre part la perméabilité du matériau sain, afin d'offrir une prédiction du débit de fuite avant l'apparition du premier chemin de fuite [Malenfant, 2012]. Le principal verrou relevé dans la littérature reste cependant le manque de données expérimentales combinant à la fois mesure de la perméabilité et observation des réseaux de fissures pour différentes configurations de stratification, de chargement, de niveau d'endommagement et d'ouverture des fissures pour valider les modèles.

## 1.5 Bilan de l'état de l'art et démarche retenue

Le travail présenté ici a pour objectif de permettre le dimensionnement de réservoirs en matériau composite sans liner d'étanchéité. La problématique de cette application des matériaux stratifiés est l'endommagement de ce type de matériau, et notamment le développement de fissures transverses et de microdélaminage qui peuvent former des réseaux traversant la paroi stratifiée du réservoir. Le développement d'endommagement, et *a fortiori* la percolation des fissures affectent significativement la perméabilité et donc la fonctionnalité du réservoir. Ainsi, le dimensionnement des réservoirs sans liner repose sur un critère de résistance et de perméabilité. Les paramètres à définir lors du dimensionnement sont la référence du matériau et la stratification (nombre et épaisseurs des couches, orientations). Précisons que le procédé de mise en œuvre et les défauts associés conditionnent également le comportement mécanique. On a vu précédemment que l'épaisseur des couches avait une influence importante sur le processus de fissuration [Parvizi et al., 1978, Gudmundson and Alpman, 2000, Leguillon, 2002]. Ainsi, la conception d'un réservoir sans liner consiste à optimiser vis-à-vis de la masse et du coût un empilement constitué de plis de différentes épaisseurs et orientations. Vu le nombre quasi-infini de combinaisons, le choix ne peut reposer sur une approche exclusivement expérimentale. Pour réaliser cette optimisation, le concepteur doit donc disposer d'un modèle de prédiction fiable à l'échelle du pli. Le développement de cet outil est l'objectif de ces travaux de recherche.

Les variables d'endommagement usuelles décrivent l'effet de ces mécanismes sur les propriétés élastiques plutôt que les mécanismes eux-mêmes, et si des grandeurs physiques explicites comme la densité de fissure ou la longueur de microdélaminage sont parfois utilisées, la vocation des modèles d'endommagement reste le dimen-

sionnement en raideur et en résistance de structures. Or il est établi que ces deux critères sont peu impactés par l'apparition des toutes premières fissures. De plus, les interactions entre plis, bien que largement observées, sont le plus souvent négligées car le bénéfice de leur modélisation est jugé peu important au regard du coût de celle-ci. L'agencement des fissures, qui joue un rôle clef dans la percolation, n'est pas modélisé, et peu caractérisé même dans les travaux sur le lien entre endommagement et perméabilité. Il en résulte que les modèles d'endommagement disponibles, ainsi que les méthodes de caractérisation associées, manquent de précision pour prédire l'apparition des premiers chemins de fuite. Le Chapitre 2 est donc consacré à la caractérisation de l'endommagement et se focalise sur la formation des premières fissures et l'agencement des fissures en réseaux.

Par ailleurs, il est nécessaire de faire la distinction entre les fissures connectées ensemble qui participent aux fuites et les autres fissures. Pour prédire un débit de fuite avec un modèle d'écoulement en s'appuyant sur la description d'un réseau de fissures, il faut également caractériser finement les zones de connexion entre fissures transverses, et notamment le microdélaminage qui peut parfois se traduire par des déformations localisées très importantes sans création de fissure et donc de connectivité entre fissures transverses. La caractérisation du nombre de croisements comme celle des zones de connexion potentielles est délicate et sujette à beaucoup de variabilité. Le Chapitre 3 vise à pallier ces difficultés en proposant des moyens d'essai pour mesurer le nombre de sorties de chemins de fuite, ou «points de fuite», et recalibrer les modèles de prédiction en mesurant la perméabilité associée à ces points de fuite.

Enfin, à partir des résultats expérimentaux des Chapitres 2 et 3, des briques de modélisation de l'endommagement et des réseaux de fissures sont proposées au Chapitre 4. Un modèle d'endommagement à l'échelle du pli, basé sur des variables et des lois physiques, est développé pour prédire l'évolution des endommagements en s'attachant à décrire tout le processus de fissuration, y compris les faibles taux de fissuration qui ont peu d'effet sur les propriétés élastiques. Les taux d'endommagement sont ensuite exploités par l'intermédiaire de lois phénoménologiques pour prédire le nombre de croisements de fissures aux interfaces entre plis.



# Chapitre 2

## Caractérisation de l'endommagement

### Sommaire

---

<b>2.1</b>	<b>Matériau et procédé de fabrication</b>	<b>37</b>
<b>2.2</b>	<b>Étude des taux d'endommagement en surface</b>	<b>41</b>
2.2.1	Description du dispositif de microscopie optique sous chargement de traction	41
2.2.2	Coupes micrographiques par abrasion : étude des effets de bord	42
2.2.3	Évolution du taux de fissuration sur une grande longueur observée	47
<b>2.3</b>	<b>Étude de la longueur et de l'agencement des fissures au cœur du matériau</b>	<b>51</b>
2.3.1	Méthodes d'observation : coupes micrographiques et microtomographie par rayons X	52
2.3.2	Morphologie d'un réseau de fissures	56
2.3.3	Évolution d'un réseau de fissures	59
2.3.4	Évolution des taux de fissuration et effet des interactions	63
2.3.5	Évolution du nombre de croisements de fissures à l'interface de deux couches fissurées	68
2.3.6	Morphologie des connexions aux croisements	69
<b>2.4</b>	<b>Synthèse des observations</b>	<b>70</b>

---

### 2.1 Matériau et procédé de fabrication

Les structures étudiées expérimentalement (plaques et tubes) ont été fabriquées par placement de fibre automatisé (AFP pour *Automated Fiber Placement*). Ce procédé est de plus en plus utilisé, en particulier dans l'aéronautique où il est apprécié pour la précision du placement et de l'orientation des fibres, et pour la liberté qu'il donne sur ces deux points. Il permet ainsi de réaliser des formes plus variées

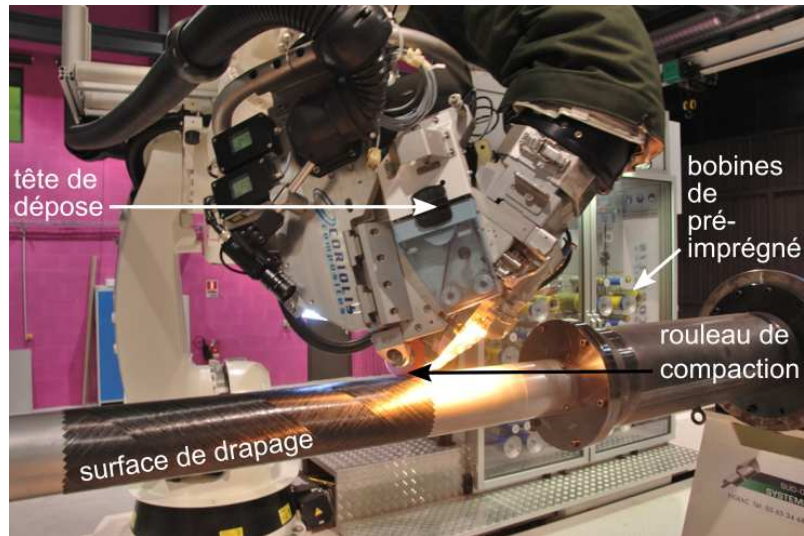


FIGURE 2.1 – Drapage d'un tube  $[+45/-45/+45/-45]$  par placement de fibre automatisé.

que l'enroulement filamentaire utilisé habituellement pour les réservoirs, et d'intégrer des fonctionnalités par des ajouts ponctuels de matière, de déposer des fibres sur des surfaces à forte courbure, ou encore de concevoir des structures à rigidité variable en déposant les fibres selon un chemin curviligne optimisé (on parle de *fiber-steering* ou *tow-steering*) [Gürdal and Olmedo, 1993, Alhajahmad et al., 2008]. Les autres points forts de ce procédé sont la possibilité de réaliser de grandes pièces (fuselage d'avion, pale d'éolienne...) et la bonne reproductibilité des pièces. Pour une revue détaillée de ce procédé et de ses enjeux techniques, on peut se reporter à [Lukaszewicz et al., 2012].

Une machine de fabrication par placement de fibres automatisé est constituée d'un bras robotisé, équipé d'une tête de placement qui dépose les fibres sur un support de drapage pour construire les plis successifs. Les fibres sont conditionnées en mèches de pré-imprégné de largeur usuelle allant du pouce au quart de pouce (1/4" équivaut à 6.35 mm). Plusieurs mèches ou rubans peuvent être déposés simultanément, formant une seule bande. Les mèches sont chauffées avant la dépose afin de rendre la résine collante, puis compactées par la tête robotisée pour les faire adhérer au support ou aux plis déjà drapés (voir Figure 2.1). Le compactage permet aussi d'évacuer l'essentiel des bulles d'air emprisonnées sous la bande [Shirinzadeh et al., 2004]. Ainsi, contrairement au cas de l'enroulement filamentaire, dans lequel les fibres sont piégées dans une position dépendante de la tension de la mèche et de l'état de surface de la couche précédente, la position et l'orientation des mèches sont contrôlées avec précision par la tête de placement. Lorsque tous les plis ont été déposés, l'ensemble moule et stratifié est couvert d'une bâche à vide et cuit

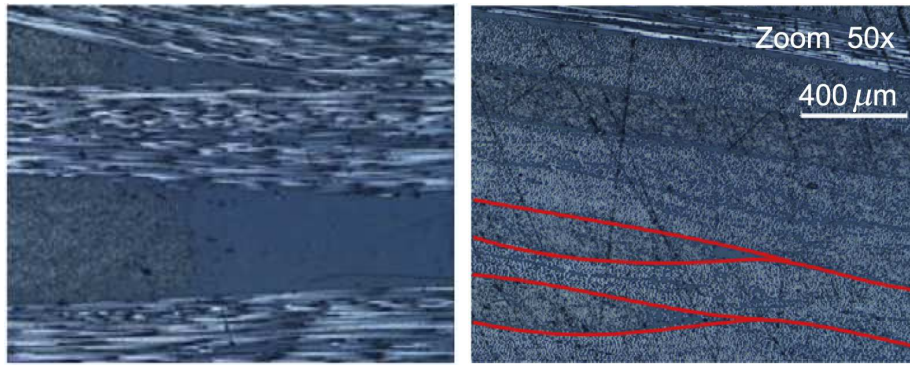


FIGURE 2.2 – Micrographies (a) d'un *gap* comblé de résine et (b) d'un lâcher de pli entraînant un *overlap*, d'après [Falcó et al., 2014].

en autoclave pour polymériser la résine dans le cas d'une résine thermodurcissable, ou consolider la structure dans le cas d'une résine thermoplastique. Le chauffage de la bande lors de la dépose peut permettre la cuisson *in situ* de la résine, quel que soit le type de résine. Cela dispense d'une cuisson en autoclave (une consolidation à chaud et sous vide restant toutefois nécessaire), mais se fait au détriment de la vitesse de production et des propriétés mécaniques [Lukaszewicz et al., 2012].

La structure obtenue est assimilable à un stratifié de plis unidirectionnels. Les mécanismes d'endommagement, et par conséquent la plupart des modèles d'endommagement développés pour les composites stratifiés ainsi que les méthodes de caractérisation sont donc adaptés pour décrire les structures fabriquées par placement de fibre.

L'influence des défauts liés à la fabrication par placement de fibre sur les propriétés mécaniques des structures a été étudiée essentiellement dans le cadre de la production de panneaux à rigidité variable. Cette utilisation non conventionnelle met à profit la possibilité de déposer les mèches selon des trajectoires curvilignes d'une part, et d'autre part, celle de couper et reprendre la dépose des mèches (on parle de *tow-drop*, lâcher de mèche). Elle a cependant pour inconvénient de multiplier la quantité de défauts, en particulier les *gaps* et les *overlaps*, illustrés en Figure 2.2 par des micrographies issues de [Falcó et al., 2014].

Un *gap* est un interstice entre deux mèches, que l'on suppose comblé par la résine. C'est donc une zone pauvre en fibre et riche en résine, dont le renforcement est plus faible. Un *overlap* est un chevauchement de mèches qui forme une sur-épaisseur de fibres et entraîne une perte de planéité de la couche déposée, qui impacte aussi les couches suivantes ; ce défaut est en général proscrit dans les structures aéronautiques. Des ruptures ou torsions de mèche peuvent également apparaître.

Dans le cas des éprouvettes fabriquées pour cette étude, la dépose est linéaire



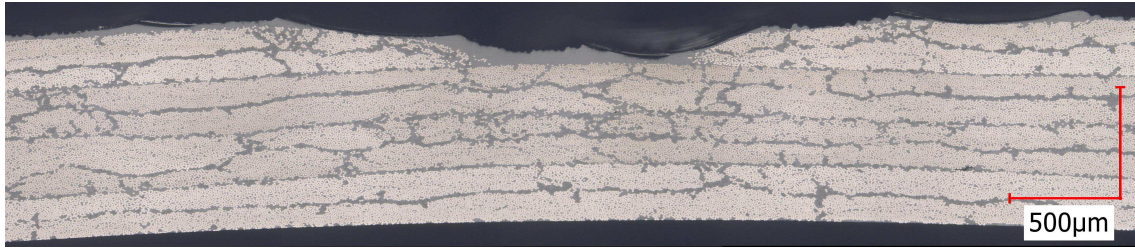


FIGURE 2.3 – *Gap* dans le pli extérieur d'un tube  $[+45/-45/+45-/45]$  fabriqué par AFP.

uniquement, que ce soit sur plaque ou sur cylindre, et les mèches déposées simultanément sont considérées comme parfaitement jointives. Ce n'est pas le cas pour les bandes qui sont, elles, déposées successivement : l'intervalle entre bandes est un paramètre de fabrication. Pour les tubes, du fait de la géométrie de révolution, il est nécessaire de trouver un compromis permettant de draper le tube avec un nombre entier de mèches tout en maîtrisant l'espace entre la première et la dernière bande. En pratique, ce réglage nécessite une bonne connaissance des dimensions réelles du support de drapage (dont le diamètre augmente avec chaque pli ajouté), et les tubes obtenus peuvent présenter des *gaps* non négligeables entre les bandes, comme illustré en Figure 2.3. L'impact de ces lignes de défauts dans les éprouvettes cylindriques sur les performances en termes de perméabilité sera discuté au Chapitre 3. Cependant, ce défaut présent dans tous les plis lors de la fabrication des éprouvettes tubulaires de notre étude ne subsiste, après l'étape de cuisson en autoclave, que dans le pli extérieur, et dans l'avant dernier pli si le *gap* lors de la dépose était important ( $> 1$  mm de large). Dans la structure finale, aucun *gap* n'est observé dans les deux premiers plis déposés. Cela s'explique par le réarrangement des fibres lors de la cuisson autoclave, aidé par la compression exercée par les plis extérieurs sur les autres plis. Cet effet de cicatrisation aidée par une compression de l'empilement lors de la cuisson a été observé dans [Lan, 2016], aussi bien en terme de microstructure que de propriétés mécaniques. A partir de *gaps* introduits volontairement, l'étude montre que la compression par une contreplaque permet de résorber les *gaps* allant jusqu'à une demi-largeur de mèche (3.35 mm) dans les cas les plus défavorables au réarrangement des fibres (stratification  $[90/0/90/0/90]$  avec des plis d'environ 0.18 mm d'épaisseur). Une autre conséquence de la fabrication par placement de fibre appliquée à des tubes est l'impossibilité de draper des plis à  $90^\circ$ . Le meilleur compromis consiste à draper le tube entier avec une seule bande, en s'éloignant légèrement de l'angle de  $90^\circ$ . Pour les tubes de diamètre de 100 mm utilisés ici, les contraintes de fabrication ont permis de draper des plis à  $88^\circ$ .

Le matériau utilisé dans notre étude de l'endommagement est un pré-imprégné

M21/T700 conditionné en bandes de 6.35 mm de large pour le placement de fibres. L'épaisseur d'un pli élémentaire après polymérisation est de 0.26 mm. Plusieurs plis d'une même orientation peuvent être superposés pour obtenir une couche plus épaisse. Sur la micrographie de la Figure 2.3, chaque pli est constitué de deux couches élémentaires, dont les interfaces sont soulignées par des amas de matrice et de nodules thermoplastiques : on distingue sept interfaces pour seulement quatre plis déposés. Le pré-imprégné utilisé est en effet fabriqué par superposition de deux couches élémentaires de faible grammage ( $134 \text{ g.m}^{-2}$  de fibre) pour obtenir un pli de grammage égal à  $268 \text{ g.m}^{-2}$  de fibre.

## 2.2 Étude des taux d'endommagement en surface

### 2.2.1 Description du dispositif de microscopie optique sous chargement de traction

Comme on l'a vu au Chapitre 1, l'évolution de l'endommagement peut être mesurée au microscope optique sur des éprouvettes de traction dont la tranche a été préalablement polie [Huchette, 2005, Bois et al., 2014]. Les observations micrographiques se font dans le plan  $xz$  de l'éprouvette comme représenté sur le schéma de l'éprouvette en Figure 2.4(a). Le dispositif présenté en Figure 2.4(b) permet de déplacer le microscope afin d'observer toute la surface de la tranche pendant que l'éprouvette est sous charge dans la machine de traction. Ainsi, pour plusieurs niveaux de chargement, les fissures transverses et le microdélaminage en pointe de fissure sont évalués *in situ*. La particularité des essais réalisés ici est que l'observation est possible sur toute la longueur utile de l'éprouvette (jusqu'à 150 mm), l'intérêt d'observer une telle longueur étant d'évaluer les effets statistiques.

Les fissures transverses sont générées par des contraintes transverses (mode I) et de cisaillement (mode II). Pour caractériser l'évolution de l'endommagement d'un pli ou d'une couche de plis dans ces deux cas ou en mode mixte, il est indispensable de travailler sur différentes stratifications : les stratifications généralement utilisées pour ce type d'essai sont  $[0_2/90_n/0_2]$ ,  $[+45/-45]_{2s}$ , en ajoutant éventuellement  $[0/+67.5/-67.5]_s$ . L'effet de l'épaisseur de la couche est étudié en faisant varier le nombre  $n$  de plis dans la couche.

Pour chacun des stratifiés étudiés, les éprouvettes sont polies sur la tranche et équipées d'une jauge de déformation dans le sens longitudinal. Sauf indication contraire, on désignera par  $\varepsilon$  la déformation longitudinale  $\varepsilon_{xx}$ . Chaque éprouvette est sollicitée en traction à une vitesse de déplacement de la traverse de 0.1 mm/min,

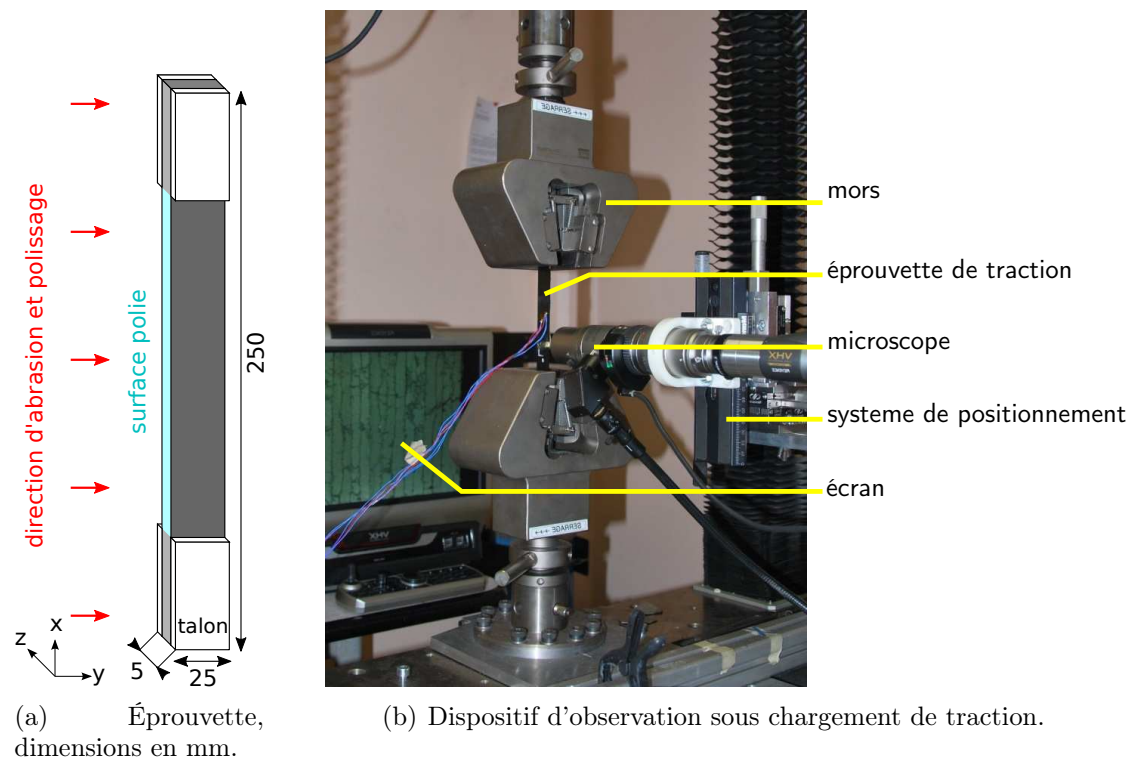


FIGURE 2.4 – Dispositif d'observation de l'endommagement sur la tranche polie d'une éprouvette.

jusqu'à atteindre une déformation maximale  $\varepsilon_{max}$ , pour générer l'apparition ou la propagation des endommagements. La déformation est alors réduite puis maintenue à 80% de sa valeur maximale, afin de limiter les effets liés aux phénomènes visqueux<sup>1</sup> pendant l'observation. L'éprouvette est alors inspectée sur toute sa longueur utile. Les images permettent de mesurer le nombre, la position et la longueur des fissures transverses et du microdélaminage en pointe de fissure. À la fin de l'inspection, le niveau de chargement est augmenté jusqu'à une nouvelle déformation maximale afin de caractériser la cinétique d'endommagement.

## 2.2.2 Coupes micrographiques par abrasion : étude des effets de bord

Afin d'évaluer l'influence des effets de bord, l'observation de la surface de l'éprouvette sous charge est combinée à des coupes micrographiques : après chargement, la tranche de l'éprouvette est soumise à un cycle d'abrasion puis polissage afin d'enlever

1. Les phénomènes visqueux peuvent générer de l'endommagement par relaxation ou par fluage. Pour éviter que l'endommagement n'évolue au cours d'un palier d'observation, une autre solution consisterait à maîtriser ces phénomènes visqueux en attendant la stabilisation de la déformation, ce qui augmenterait considérablement la durée de l'essai.

une couche en surface selon la direction indiquée en Figure 2.4(a). Dans les résultats présentés, l'épaisseur  $y$  abrasée varie de 15  $\mu\text{m}$  à 2 mm,  $y = 0 \mu\text{m}$  correspondant à la surface initiale. Après abrasion, un polissage de finition permet d'observer à nouveau la microstructure. L'éprouvette est alors remplacée dans la machine de traction et chargée à un niveau inférieur à la déformation maximale pour ouvrir les fissures et les rendre plus visibles tout en évitant de propager les endommagements. Les observations réalisées permettent de vérifier que l'étape d'abrasion ne génère pas de nouvelle fissure : l'état d'endommagement à cœur peut ainsi être valablement observé grâce à ce processus.

Pour chaque stratification et chargement, en abrasant suffisamment de matière, on obtient de la sorte un état d'endommagement représentatif du cœur du matériau, indépendant des effets de bords. Cette démarche répétée pour des déformations maximales croissantes permet d'établir les lois d'évolution des endommagements au sein du stratifié. De plus, au delà de l'affranchissement des effets de bords, la mise en œuvre de coupes micrographiques fines sera aussi un moyen d'étudier l'agencement des fissures en trois dimensions, comme on le verra dans la Section 2.3.

Ainsi, des coupes micrographiques ont été réalisées sur des éprouvettes de stratifications  $[0_2/90_n/0_2]$  puis  $[+45/-45]_{2s}$ , la zone observée étant d'environ 50 mm de long. La Figure 2.5 représente une fissure transverse et le microdélaminage en pointe de fissure, d'abord à la surface initiale de l'éprouvette, puis après avoir enlevé 15  $\mu\text{m}$  d'épaisseur. À 15  $\mu\text{m}$  de la surface initiale, il ne subsiste aucun microdélaminage visible. La Figure 2.6(a) montre l'évolution du taux de microdélaminage en fonction de la profondeur de coupe pour les trois épaisseurs  $h$  de la couche à  $90^\circ$  testées. Quelle que soit l'épaisseur de la couche transverse, la longueur de microdélaminage tend rapidement vers 0. Par ailleurs, les coupes micrographiques ont été poursuivies afin de vérifier si les fissures transverses sont présentes loin du bord. Le taux de fissuration en fonction de la profondeur de la coupe est représenté en Figure 2.6(b). Les fissures transverses sont continues pour les couches transverses double et triple, tandis que pour les couches constituées d'un seul pli le nombre de fissures transverses diminue de 5 à 15% entre la surface initiale et l'intérieur du stratifié (Figure 2.7). Cet écart est du même ordre de grandeur que la dispersion obtenue sur les différentes éprouvettes testées pour cette stratification.

Le stratifié  $[+45/-45]_{2s}$  a été sollicité en traction à des déformations en cisaillement allant jusqu'à  $\varepsilon_{12} = 4.5\%$ . Pour la déformation la plus élevée, la surface de l'éprouvette libre d'effort a été observée avant d'effectuer des coupes. La Figure 2.8(a) montre une micrographie représentative de la surface initiale. Un seuillage a été appliqué aux niveaux de gris correspondants aux fissures ouvertes. On

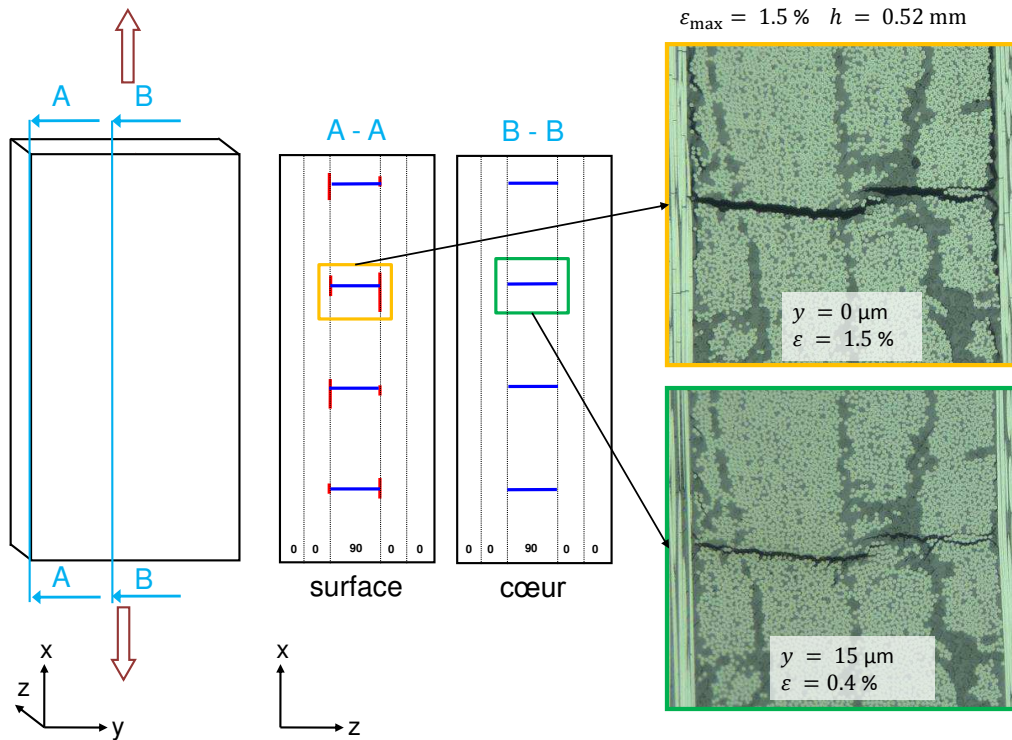


FIGURE 2.5 – Observations en surface et à cœur : schéma des sections observées et micrographies à la surface initiale ( $y = 0\ \mu\text{m}$ ) et après abrasion de 15 microns ( $y = 15\ \mu\text{m}$ ), stratification :  $[0_2/90_2/0_2]$ .

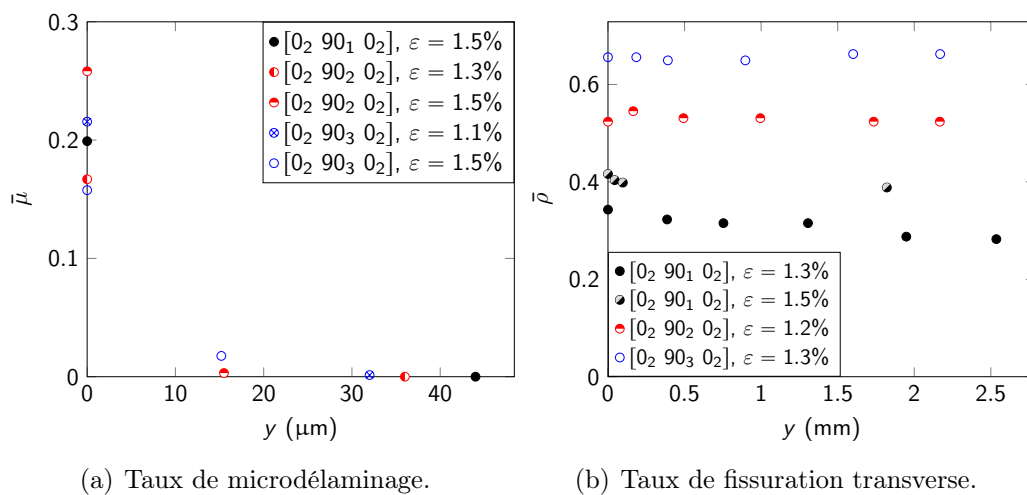


FIGURE 2.6 – Taux d'endommagement en fonction de la distance  $y$  de la coupe par rapport à la surface initiale, stratifications :  $[0_2/90_n/0_2]$  avec  $n = 1, 2, 3$ .

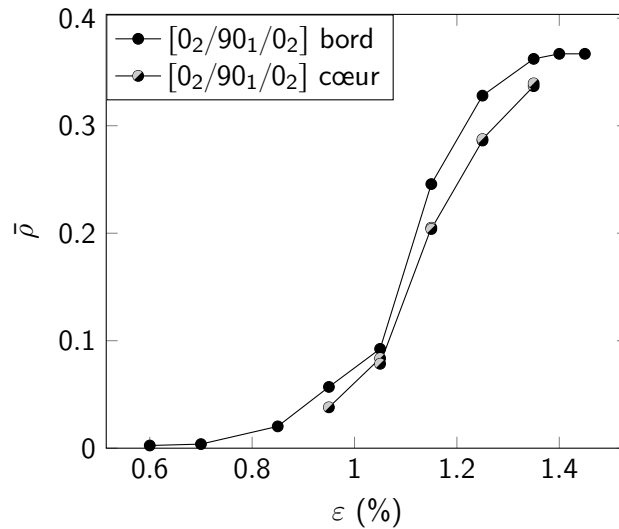
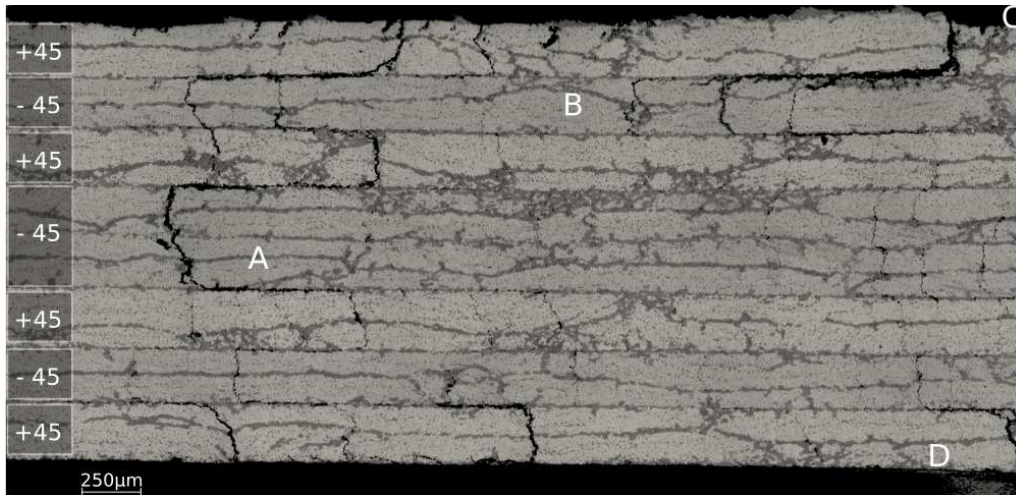


FIGURE 2.7 – Taux de fissuration  $\bar{\rho}$  en fonction de la déformation à la surface et à cœur.

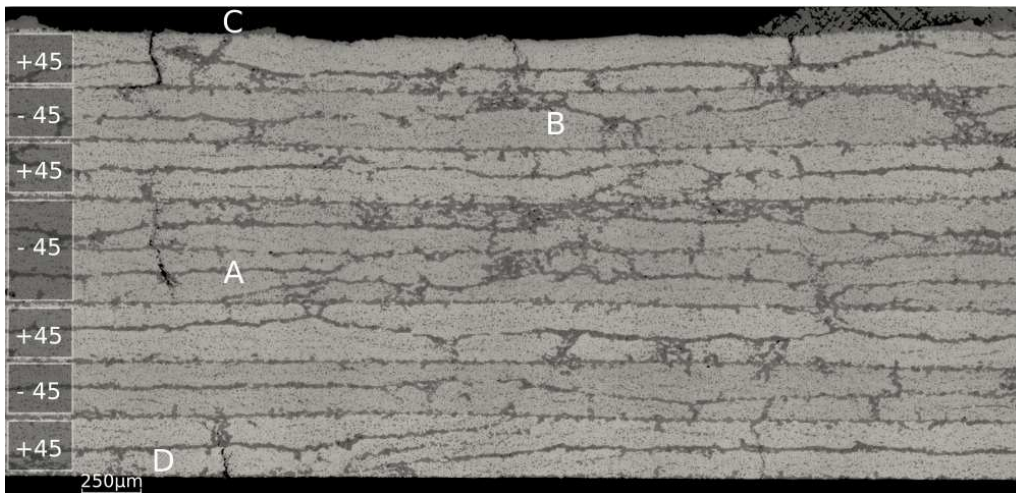
remarque des fissures transverses bien ouvertes reliées par des délaminages importants. On distingue aussi des fissures fermées, qui ne sont pas mises en valeur par le seuillage car leur ouverture est proche ou inférieure à la taille du pixel ( $0.7 \mu\text{m}$  avec le grossissement utilisé). La Figure 2.8(b) présente la même éprouvette après une abrasion d'une épaisseur selon  $y$  de 1.6 mm. La zone correspondant à la micrographie précédente est retrouvée à l'aide des motifs que décrivent les amas de matrice et de nodules thermoplastiques, dont certains changent suffisamment lentement dans la profondeur pour être reconnaissables après avoir enlevé jusqu'à 2 mm.

Les repères utilisés ici sont matérialisés par les lettres ABCD sur les deux micrographies. A et B sont situés sur des plis à  $-45^\circ$  et ont été choisis comme repères fixes. La fissure proche de A est encore présente à  $y = 1.6$  mm mais ressemble plus à des porosités qu'à une fissure, et est en fait en train de disparaître, ce qui sera confirmé par la coupe suivante non présentée ici. Les repères C et D appartiennent à des plis à  $+45^\circ$  et se décalent quand  $y$  augmente puisque l'on se repère par rapport aux torons des plis à  $-45^\circ$ . C et D sont proches de deux fissures situées dans les plis extérieurs et que l'on retrouve sur les deux images. Ces tendances sont vérifiées pour l'ensemble de l'éprouvette : à  $y = 1.6$  mm seules quelques fissures transverses persistent dans le pli central (d'épaisseur double) et dans les plis extérieurs (dont l'épaisseur est considérée comme doublée par l'effet de bord libre). Les seuils de fissuration de ces plis sont *a priori* plus faibles et leur fissures s'ouvrent plus. Plus profondément, à 5 mm de la surface initiale, il ne reste plus aucune fissure.

Afin d'exclure l'éventualité où les fissures seraient trop fermées pour être observables, l'éprouvette est observée sous charge après la dernière coupe micrographique,



(a)  $y = 0$  mm.



(b)  $y = 1.60$  mm.

FIGURE 2.8 – Coupes micrographiques d'un stratifié  $[+45/-45]_{2s}$  libre d'effort après sollicitation à une déformation en cisaillement maximale de  $\varepsilon_{12} = 4.5\%$ ; le même seuillage a été appliqué aux fissures des deux images.

en prenant garde de ne pas recréer d'endommagement dû aux effets de bord. Ce point est particulièrement délicat en raison de la forte sensibilité de la stratification  $[+45/-45]_{2s}$  aux effets de bord : un chargement inférieur au chargement maximal imposé à l'éprouvette ne devrait pas générer de nouvel endommagement, cependant ce n'est pas le cas au bord, en particulier après abrasion puisque dans ce cas le matériau en surface n'a pas encore été soumis aux effets de bord et peut donc s'endommager. À titre d'illustration, une série de plusieurs coupes micrographiques a été effectuée sur une éprouvette soumise au préalable à une déformation de  $\varepsilon_{12} = 4\%$ . Les observations ont été réalisées cette fois en chargeant l'éprouvette à  $\varepsilon_{12} = 3\%$  entre chaque coupe micrographique, soit environ 1% de déformation élastique en raison des déformations résiduelles. Les épaisseurs  $y$  de matière enlevées sont de  $\{0, 1.35, 1.95, 4.6, 5.55\}$  mm par rapport à la surface initiale. Les observations ont montré que dans ce cas, les endommagements intra-laminaires sont certes moins nombreux et moins ouverts à cœur qu'à la surface initiale, mais qu'ils ne disparaissent pas et semblent être propagés par chaque mise sous charge effectuée pour réaliser l'observation. Il est donc nécessaire d'appliquer seulement un chargement très modéré pour contrôler la présence de fissures non ouvertes, par exemple un cinquième de la contrainte de cisaillement maximale.

Finalement, ces résultats montrent qu'un chargement en cisaillement ne génère ni fissure transverse ni microdélaminage en dehors des zones soumises aux effets de bord. Ce phénomène, ainsi que l'absence de microdélaminage en pointe de fissure dans le cas des stratifications  $[0_2/90_n/0_2]$ , peuvent être liés à l'utilisation d'une matrice renforcée (M21) de nodules thermo-plastiques. Pour un autre matériau, *i.e.* avec une matrice plus fragile, les méso-endommagements diminueraient en s'éloignant des bords, mais persisteraient probablement en profondeur. Bien qu'aucun endommagement ne soit observable par microscopie optique à l'échelle des plis, la stratification  $[+45/-45]_{2s}$  subit des déformations irréversibles et une perte de raideur dus à de l'endommagement diffus à l'échelle microscopique. Quoiqu'il en soit, si le cisaillement seul ne génère pas de fissure transverse dans ce matériau, il n'est pas exclu qu'il participe à la fissuration transverse lorsqu'il est associé à un chargement de traction dans la direction transverse.

### 2.2.3 Évolution du taux de fissuration sur une grande longueur observée

L'évolution du taux de fissuration est observée selon le protocole défini en Section 2.2.1 pour les stratifiés  $[0_2/90_n/0_2]$  avec  $n = 1, 3$ . Le microdélaminage à la surface de ces éprouvettes n'existe que sur le bord, il n'est donc pas mesuré.



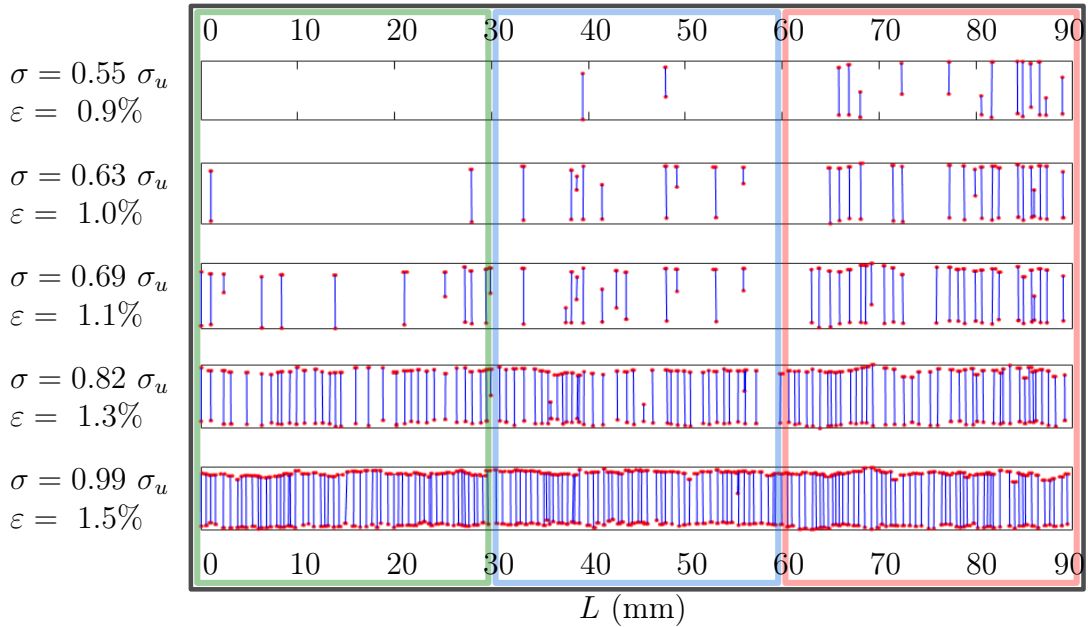


FIGURE 2.9 – Position des fissures transverses observées sur le bord d'un stratifié  $[0_2/90_1/0_2]$  pour cinq niveaux de chargement, la valeur de la contrainte  $\sigma$  est exprimée en pourcentage de la contrainte à rupture  $\sigma_u$ .

La Figure 2.9 montre la position des fissures transverses sur le bord d'une éprouvette  $[0_2/90_1/0_2]$  pour plusieurs niveaux de chargement. On observe une dispersion de la distance moyenne entre deux fissures adjacentes. Il en résulte que le taux de fissuration dépendra de la taille et de la position de la zone d'observation. On remarque aussi que certaines fissures ne traversent pas toute l'épaisseur de la couche et s'arrêtent au milieu de celle-ci, c'est à dire à l'interface entre les deux couches élémentaires qui constituent le pli, comme expliqué à la fin de la Section 2.1). Ce phénomène d'arrêt des fissures est présent de manière significative (au moins 10% des fissures sont non traversantes), uniquement pour la stratification  $[0_2/90_1/0_2]$ , et s'estompe à partir de 70% de la contrainte à rupture  $\sigma_u$ . Dans la stratification  $[0_2/90_3/0_2]$  où la couche centrale à  $90^\circ$  est plus épaisse, la proportion de fissures non traversantes est négligeable (de l'ordre de 3% du nombre total de fissures). L'origine de ce phénomène peut se trouver dans la prédominance du critère énergétique, présenté en Section 1.1.2 de l'état de l'art, pour le pli à  $90^\circ$  de la stratification  $[0_2/90_1/0_2]$ . Le double critère, vérifié à l'initiation de la fissure, ne le serait plus lorsque la fissure atteint l'interface au milieu du pli. On peut proposer plusieurs hypothèses qui participent à la création de ces fissures non traversantes :

- la création de la fissure décharge localement le pli et le critère énergétique n'est plus atteint ;
- la fissure s'initie sur une zone plus faible du matériau (présence de défauts), à

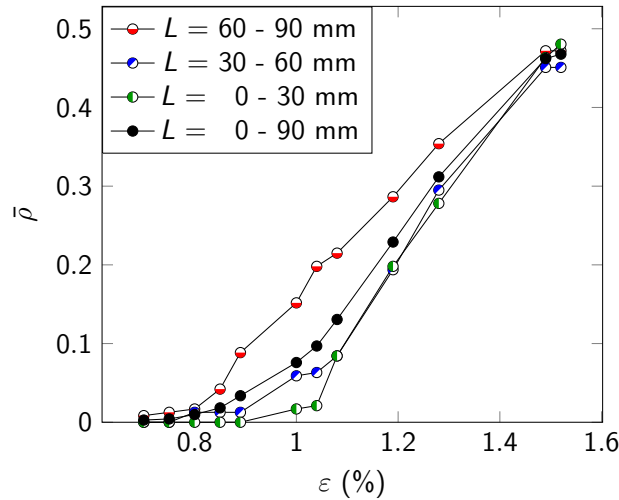


FIGURE 2.10 – Évolution du taux de fissuration réduit  $\bar{\rho}$  sur le bord d'un stratifié  $[0_2/90_1/0_2]$  sur la longueur totale observée de 90 mm et sur trois zones de 30 mm.

- un endroit où les deux seuils de fissuration sont inférieurs aux seuils nominaux ;
- l'un des seuils d'endommagement est localement plus élevé au point d'arrêt de la fissure (l'interface renforcée par les nodules thermoplastiques entre les couches élémentaires contribue à l'arrêt de la fissure).

Pour prendre en compte ces fissures, chaque fissure comptabilisée est pondérée par sa longueur, *i.e.* on compte 1 pour une fissure traversant l'épaisseur de la couche à  $90^\circ$ , et  $1/2$  pour une fissure ne traversant que la moitié de l'épaisseur.

Le taux de fissuration réduit  $\bar{\rho}$  correspondant à chaque chargement est tracé en Figure 2.10 pour les 90 mm observés ainsi que pour chacun des tiers de la longueur observée considérés séparément, comme indiqué par l'échelle de longueur et par les cadres colorés de la Figure 2.9. Ces deux figures mettent en évidence l'intérêt d'observer une surface suffisamment grande, et donc représentative. En fonction de la zone d'observation, le seuil d'initiation ainsi que la cinétique de la fissuration transverse peuvent fortement varier pour les taux de fissuration faibles. La courbe obtenue pour toute la longueur de l'éprouvette montre l'existence d'une première phase où le taux de fissuration augmente lentement. Si la longueur d'observation est inférieure, l'échantillonnage moins large ne permet pas de bien capter cette phase. Ce démarrage lent de l'endommagement est vraisemblablement dû à la présence de défauts qui pilotent l'apparition des premières fissures. L'effet de ces défauts sur la création des fissures s'atténue quand le taux de fissuration devient élevé : la répartition des fissures dans l'éprouvette devient de plus en plus homogène, et il n'y a plus de différence majeure entre les trois tiers de l'éprouvette.

L'évolution des taux de fissuration en fonction de la déformation pour les deux

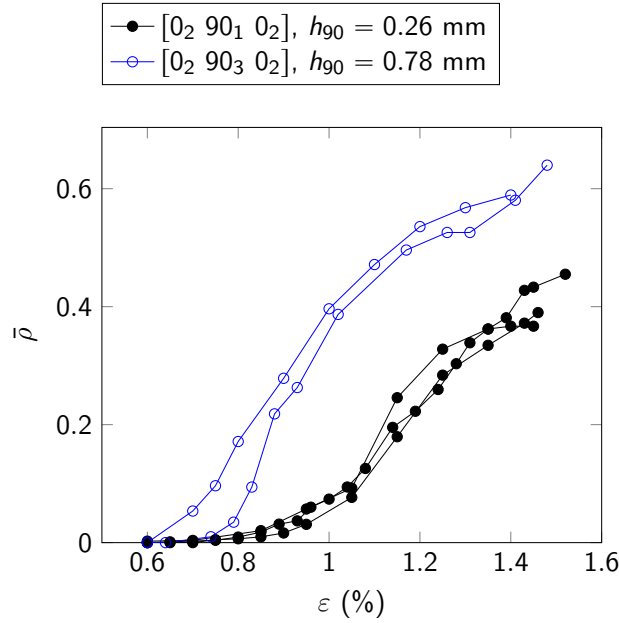


FIGURE 2.11 – Évolution du taux de fissuration transverse pour deux épaisseurs de la couche à  $90^\circ$ .

épaisseurs de couches sont tracées en Figure 2.11. Pour chacune des éprouvettes testées (trois pour  $h_{90} = 0.26$  mm et deux pour  $h_{90} = 0.78$  mm), la phase préliminaire du scénario d'endommagement, avec une évolution lente des taux de fissuration réduits, est bien visible, de même qu'une seconde phase durant laquelle la fissuration s'accélère. Vers la fin des essais, la fissuration ralentit de nouveau lors d'une troisième phase qui correspond à la saturation de l'endommagement. On remarque aussi que le seuil d'endommagement augmente lorsque l'épaisseur de la couche transverse diminue, ce qui est cohérent avec le double critère d'initiation des fissures présenté au Chapitre 1 [Parvizi et al., 1978, Gudmundson and Alpman, 2000, Leguillon, 2002], la quantité d'énergie libérée lors de la création d'une fissure étant plus petite pour une couche plus fine.

Le démarrage lent au début du processus de fissuration est peu étudié dans la littérature en raison du faible effet des premières fissures sur les propriétés mécaniques des structures, mais on comprend aisément que la prise en compte de cette phase dans la modélisation est fondamentale pour prédire l'apparition de fuites dans un réservoir composite sans liner.

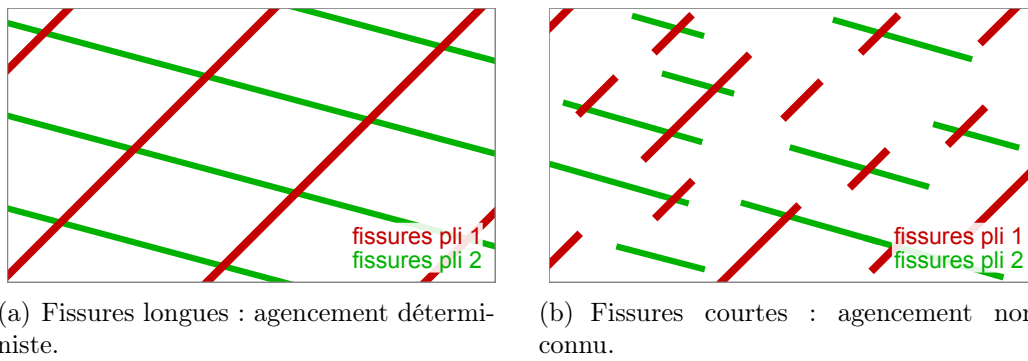


FIGURE 2.12 – Schémas de réseaux de fissures dans deux plis adjacents : deux configurations pour le même taux de fissuration (*i.e.* la même longueur fissurée cumulée) respectivement dans chacun des deux plis.

## 2.3 Étude de la longueur et de l'agencement des fissures au cœur du matériau

Comme introduit dans la Section 1.2.2 de l'état de l'art, l'observation des réseaux de fissures au cœur du matériau pose problème, notamment à cause de la faible ouverture des fissures dans une structure libre d'effort. Les informations disponibles dans la littérature sur les réseaux de fissures concernent des cas favorables dans lesquels les fissures sont très ouvertes (en général grâce au choix d'épaisseurs de couche très importantes). De plus, aucun moyen de validation des observations à cœur n'est proposé. La prédiction du débit de fuite ou de la perméabilité repose donc dans les études présentées en Section 1.3.6 sur un réseau de fissures idéalisé et périodique dont le motif est défini expérimentalement par un taux de fissuration, ou densité de fissures, mesuré en surface [Nair and Roy, 2007, Kumazawa and Whitcomb, 2008].

Pour décrire le niveau de fuite d'une structure en s'appuyant sur une description du réseau de fissures, les éléments nécessaires concernent deux points :

- le nombre de chemins de fuite reliant l'intérieur et l'extérieur ;
- l'ouverture et la connectivité de ces chemins de fuite.

Le premier point se rapporte à la percolation des réseaux de fissure. Il pose la question de la connexion entre les fissures des différents plis, et donc de l'agencement des fissures au sein du réseau. Si les fissures sont longues par rapport à l'épaisseur de la couche, on peut considérer le réseau comme périodique, à condition d'observer une zone suffisamment grande, et l'agencement des fissures est alors déterministe comme représenté en Figure 2.12(a) : les taux de fissuration de chaque pli décrivent l'espacement entre les croisements de fissures. Le nombre de croisements est alors calculable à partir des taux de fissuration. Cependant, si les fissures sont courtes,

c'est à dire d'une longueur de l'ordre de l'épaisseur de la couche, les taux de fissuration ne sont plus des indicateurs suffisants, et l'agencement des fissures doit être identifié expérimentalement (Figure 2.12(b)). De plus, l'effet d'une interaction entre les endommagements des différents plis peut être déterminant dans la création de réseaux connectés.

Le second point ne sera traité que dans le cas où le cahier des charges tolère la percolation. Il concerne le débit généré par les chemins de fuite, et donc l'ouverture de ces chemins de fuite. Dans ce cas, l'ouverture des chemins de fuite dépend fortement de l'ouverture des fissures, mais aussi de la morphologie des connexions entre les fissures de deux plis adjacents, et en particulier du microdélaminage à l'interface. Pour répondre à ces questions, il est nécessaire de pouvoir observer l'endommagement au cœur du matériau.

### **2.3.1 Méthodes d'observation : coupes micrographiques et microtomographie par rayons X**

La structure interne d'un matériau, y compris les éventuels réseaux de fissures s'y trouvant, peut être observée soit de manière destructive en effectuant des coupes micrographiques, soit par des techniques non destructives telles que la microtomographie par rayons X.

#### **Caractérisation du réseau de fissures par coupes micrographiques**

Les coupes sont réalisées par abrasion comme présenté pour l'étude des effets de bord en Section 2.2.2. La quantité de matière enlevée est maîtrisée grâce au choix des papiers abrasifs adéquats et en adaptant le temps d'abrasion. Par exemple, avec nos moyens techniques, le polissage de finition (solution diamantée de granulométrie 6 et 3  $\mu\text{m}$ ) enlève une épaisseur de 10 à 20  $\mu\text{m}$  en 100 secondes. La largeur d'éprouvette restante est mesurée au micromètre. En répétant les observations pour plusieurs profondeurs rapprochées, et en utilisant un repère sur la tranche de l'éprouvette ainsi que les motifs des zones riches en matrice et en nodules thermoplastiques, on peut positionner les images des différentes coupes les unes par rapport aux autres et accéder ainsi à une description discrète mais en trois dimensions du réseau. Cependant, de nombreuses itérations sont nécessaires pour décrire le réseau précisément, et l'exécution du protocole ainsi que l'exploitation des résultats sont chronophages et fastidieuses. De plus, en raison du caractère destructif de cette méthode, celle-ci ne permet pas d'étudier l'évolution d'un même réseau de fissures pour différents niveaux de chargement. Elle constitue néanmoins un outil de contrôle précis et fiable

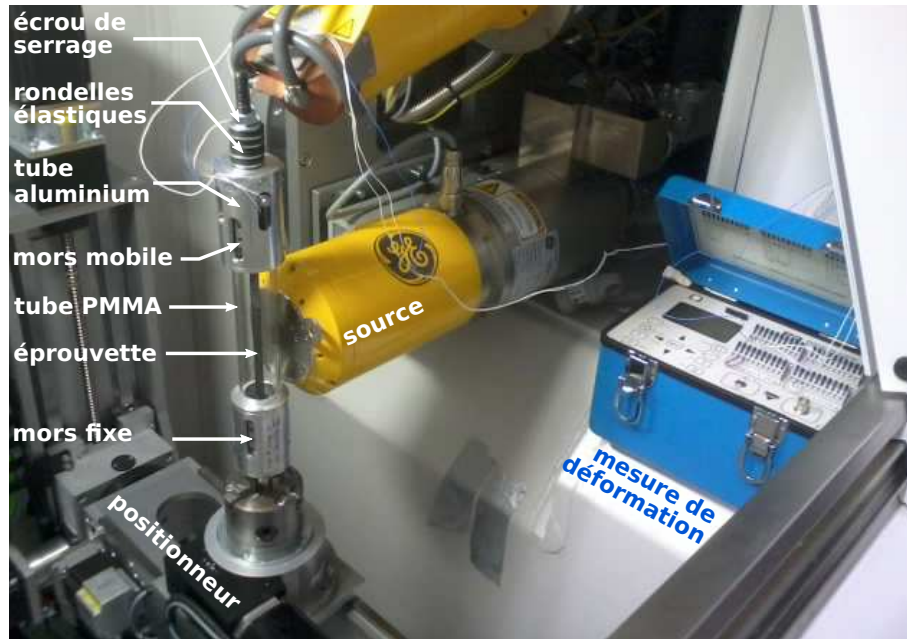


FIGURE 2.13 – Dispositif d’observation sous charge installé dans le tomographe.

qui permet de valider les observations réalisées par rayons X, mais aussi d’obtenir certaines informations très fines difficilement accessibles par rayons X avec un tomographe de laboratoire.

### Caractérisation non destructive par microtomographie aux rayons X

La microtomographie par rayons X permet d’accéder de manière non destructive à la structure interne du matériau. Elle s’applique particulièrement à la détection de fissures en raison de la différence de densité entre le matériau et l’air contenu dans les fissures. Sa mise en œuvre n’est cependant pas triviale : les fissures sont peu visibles lorsqu’elles sont fermées, et augmenter la résolution des images implique de diminuer la taille de la zone observée. Dans le cas d’une couche constituée d’un seul pli, qui est le cas le plus défavorable de ce point de vue, les fissures sont ouvertes de 0.1 à 2  $\mu\text{m}$  dans une éprouvette libre d’effort, et de 2 à 10  $\mu\text{m}$  lorsque l’éprouvette est soumise à une déformation de 0.75%. Or, pour conserver une zone observée de taille raisonnable vis à vis du réseau de fissures, par exemple 10 mm de côté, et au vu de la résolution du détecteur utilisé, la taille du voxel ne peut pas être inférieure à 6.6  $\mu\text{m}$ .

Afin de maintenir les fissures suffisamment ouvertes pendant l’observation, un dispositif de traction intégrable au microtomographe *Phoenix V/TOME/SX, GE*, a été mis au point. Ce dispositif présenté en Figure 2.13 est constitué de deux mors placés dans des tubes en aluminium. Le mors du haut est mobile verticalement, sa

position dans le tube est pilotée par l'écrou de serrage, tandis que le mors du bas est fixe verticalement mais libre en rotation. L'éprouvette est positionnée entre les deux bases en aluminium, à l'intérieur d'un tube en PMMA, transparent aux rayons X. Le déplacement du mors mobile vers le haut engendre un effort de traction dans l'éprouvette et un effort de compression dans le tube en PMMA. La progressivité du chargement est assurée par une série de rondelles élastiques. Pour ne pas engendrer de torsion dans l'éprouvette, l'écrou est serré en ne tenant le montage que par sa partie haute, les pièces du bas étant libres de tourner. L'éprouvette est équipée d'une jauge, et un boîtier autonome permet de mesurer la déformation tout au long de la mise en traction ainsi que pendant l'observation.

Le dispositif permet de réaliser des observations sous charge avec une taille de voxel descendant jusqu'à  $5\ \mu\text{m}$  et en appliquant jusqu'à  $12\ \text{kN}$  à une éprouvette de longueur comprise entre  $200$  et  $250\ \text{mm}$  et de largeur maximale  $25\ \text{mm}$ . Pour les stratifications étudiées (qui contiennent  $4$  plis à  $0^\circ$ ) et en gardant des largeurs d'éprouvette supérieures à  $10\ \text{mm}$ , la déformation maximale qui peut être appliquée est de  $0.9\%$  environ. La création des fissures et leur observation par microtomographie doivent par conséquent être découplées. Le protocole appliqué est donc le suivant :

1. polissage de la tranche de l'éprouvette ;
2. chargement sur machine de traction conventionnelle jusqu'à la déformation maximale visée  $\varepsilon_i$  ;
3. observation au microscope de toute la hauteur de l'éprouvette à une déformation inférieure à  $\varepsilon_i$  ;
4. recensement et repérage des fissures observables par tomographie ;
5. mise en place de l'éprouvette dans la machine de traction intégrable au microtomographe ;
6. chargement et stabilisation de la déformation ;
7. observation par microtomographie du réseau de fissures correspondant à la déformation maximale  $\varepsilon_i$  ;
8. démontage et retour à l'étape 2 pour le chargement  $i + 1$ .

Les mouvements dus à la relaxation du dispositif, en particulier du tube en PMMA et de l'éprouvette durant la mesure nuisent à la qualité de la reconstruction du volume observé. Le montage est considéré comme stabilisé lorsque le mouvement du milieu de l'éprouvette par rapport au bas de l'éprouvette pendant une durée équivalente à celle du scan (environ  $1\text{h}30$  pour une résolution de  $5\ \mu\text{m}/\text{pixel}$ ) devient inférieur à la taille du pixel. Le temps de stabilisation de la déformation pour

un effort de 12 kN est d'environ 24 heures. La mesure de déformation est poursuivie pendant l'observation pour vérifier que les déplacements restent négligeables et mesurer les éventuelles anomalies.

Ces deux méthodes de caractérisation ont été appliquées à des éprouvettes de stratification  $[0/+67.5/-67.5]_s$ , dans laquelle des fissures transverses peuvent se développer dans trois couches adjacentes. L'intérêt de cette stratification est que le seuil d'endommagement des couches à  $+67.5^\circ$  est différent de celui de la couche à  $-67.5^\circ$  qui est d'épaisseur double. Cette dernière devrait donc s'endommager avant les deux autres. Les résultats obtenus sont présentés dans les sous-sections [2.3.2](#) à [2.3.6](#) suivantes.

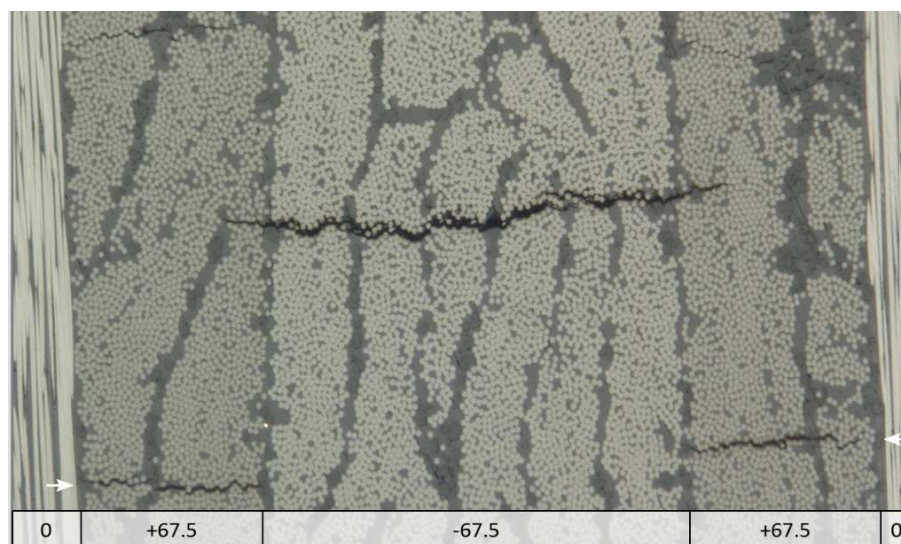


### 2.3.2 Morphologie d'un réseau de fissures

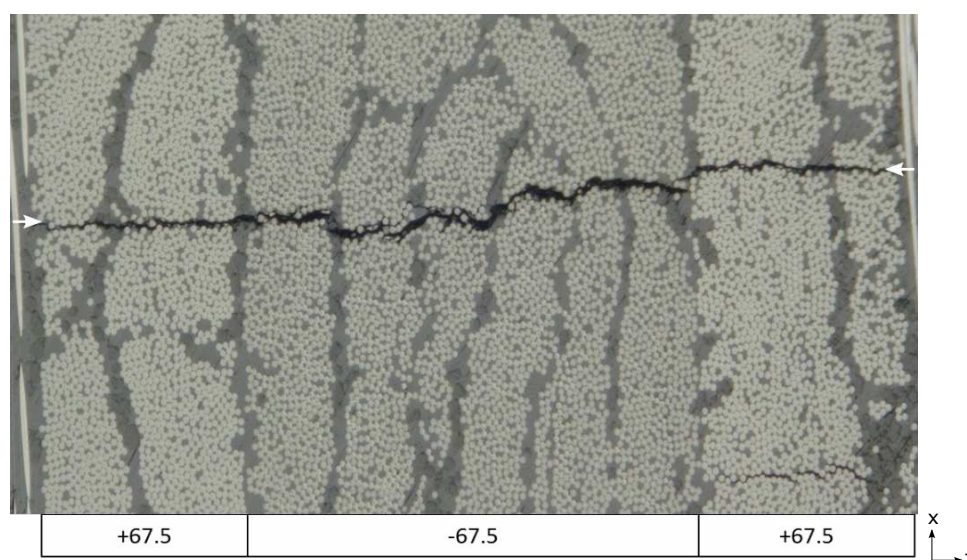
Les micrographies réalisées sur les bords lors de la création des fissures montrent que les fissures transverses apparaissent simultanément dans les trois couches. En surface ou à cœur (sur les coupes micrographiques), on observe qu'à chaque fissure dans la couche double  $-67.5_2$  correspondent une ou plusieurs fissures dans chacune des couches simples (voir Figure 2.14), ces dernières pouvant être alignées ou décalées. La couche centrale étant d'épaisseur double, son seuil de fissuration dans une configuration isolée est inférieur à celui des couches simples. L'apparition simultanée et groupée des fissures dans des couches d'épaisseurs différentes signifie que la position et le seuil d'apparition des fissures dans les couches simples sont modifiés et pilotés par l'apparition de fissures dans la couche double adjacente. Il y a donc une interaction entre la cinétique d'endommagement d'une couche et l'état d'endommagement des plis adjacents. On observe également, comme illustré dans la Figure 2.14(a), que par endroits certaines fissures de la couche double se propagent sur une courte distance dans les plis voisins, sans forcément les traverser. Dans ce type de cas, on observe dans les couches simples adjacentes une ou deux autres fissures, à une courte distance de la première, qui déchargent la zone et empêchent la propagation à travers toute l'épaisseur de la couche. Toutefois, dans la majorité des cas, les fissures traversent toute l'épaisseur d'une couche.

Chacune des fissures des couches simples est centrée sur une fissure de la couche double : on voit d'abord son extrémité apparaître (indiquée par la flèche blanche en Figure 2.14(a)), puis elle croise la fissure de la couche double. Sur la micrographie les fissures donnent alors l'impression d'être alignées (Figure 2.14(b)). Puis, en continuant les coupes micrographiques les fissures des couches simples se ferment de plus en plus et disparaissent complètement en s'éloignant de la fissure de la couche double. Ce motif se répète à de nombreuses reprises sur toute la longueur des fissures des couches doubles. Il est donc vraisemblable que les fissures des couches simples s'amorcent sur les fissures des couches doubles. L'éprouvette observée par coupe a été soumise à une déformation maximale modérée :  $\varepsilon_{max} = 1.1\%$ , la morphologie du réseau est donc susceptible d'évoluer pour des déformations plus élevées.

Les reconstructions en trois dimensions de réseaux de fissures obtenues par microtomographie, dont un exemple est présenté en Figure 2.15, montrent que les fissures de la couche centrale double traversent toute l'éprouvette, tandis que dans les couches simples à  $+67.5^\circ$ , les fissures sont courtes, c'est à dire d'une longueur dans la direction des fibres de l'ordre de l'épaisseur de la couche, et sont toutes connectées aux fissures de la couche centrale. La présence dans les couches simples de nombreuses fissures courtes intersectant les fissures de la couche plus épaisse est



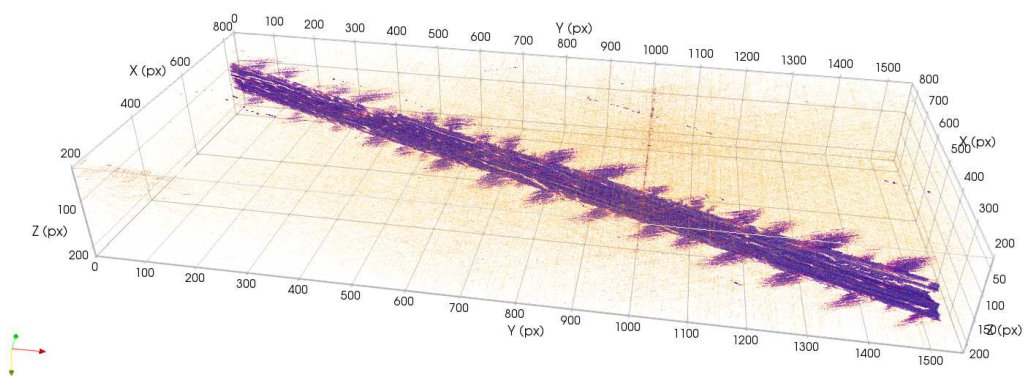
(a) Profondeur  $y = y_0 > 0 \mu\text{m}$  (référence différente de la surface initiale).



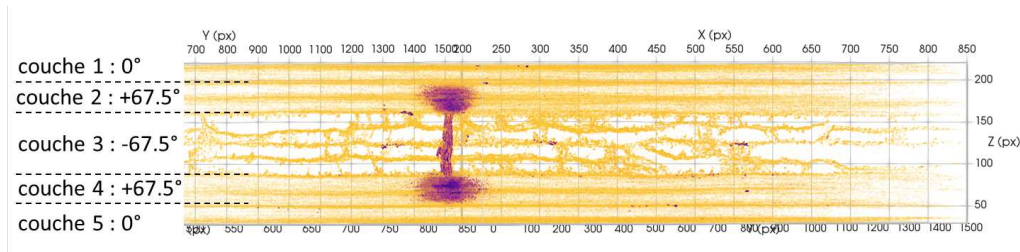
(b) Profondeur  $y = y_0 + 308\mu\text{m}$ .

FIGURE 2.14 – Coupes micrographiques de la même zone pour deux profondeurs différentes de la tranche d'un stratifié  $[0/+67.5/-67.5]_s$  soumis à une déformation maximale de  $\varepsilon_{max} = 1.1\%$  et une déformation courante de  $\varepsilon_{obs} = 0.37\%$ .

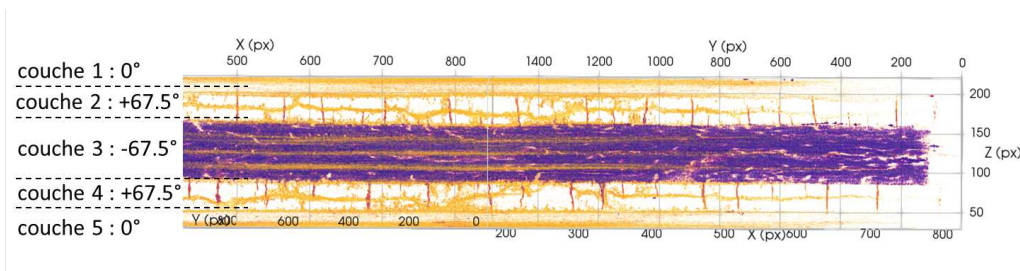
confirmée par les coupes micrographiques. Les Figures 2.15(b) et 2.15(c) sont des vues du réseau de fissures dans la direction longitudinale de chacun des plis contenant des fissures. Le long des fibres de chaque pli, on retrouve les motifs que font la matrice et les nodules thermoplastiques autour des torons, qui ont été observés précédemment sur les micrographies. On remarque également des porosités le long des fibres (petits amas sombres de même densité que les fissures). Comme le montre la Figure 2.15(b), les fissures des deux couches simples ne sont pas nécessairement alignées, et ainsi le nombre de fissures dans ces deux couches peut différer.



(a) Vue en perspective.



(b) Vue dans la direction des fibres de la couche double à  $-67.5^\circ$ .



(c) Vue dans la direction des fibres des couches simples à  $+67.5^\circ$ .

FIGURE 2.15 – Reconstruction 3D d'un réseau de fissures dans un stratifié  $[0/+67.5/-67.5]_s$  soumis à une déformation maximale de  $\varepsilon_{max} = 1.06\%$  et une déformation lors de l'observation de  $\varepsilon_{obs} = 0.62\%$ .

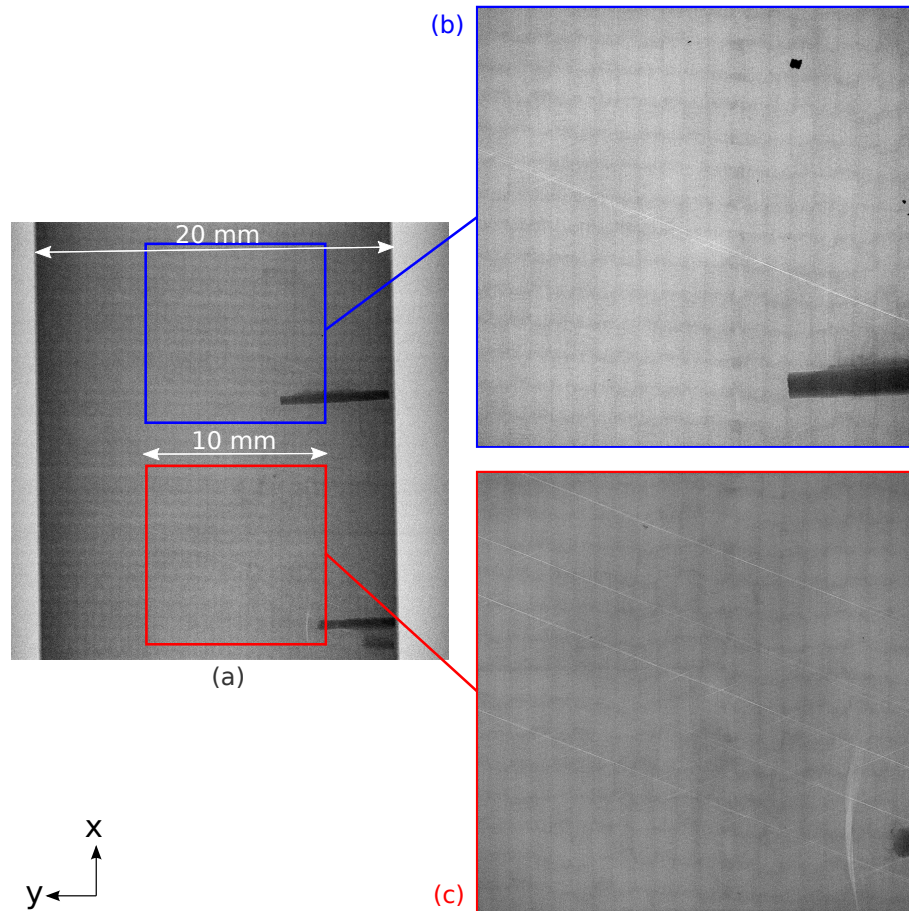


FIGURE 2.16 – Radiographies à travers le plat d’une éprouvette de stratification  $[0/+67.5/-67.5]_s$ ,  $\varepsilon_{max} = 1.12\%$ ,  $\varepsilon_{obs} = 0.73\%$ ; les fissures visibles sur le bord sont repérées par des mines de crayon.

### 2.3.3 Évolution d’un réseau de fissures

Pour caractériser l’évolution d’un réseau de fissures en fonction du niveau de chargement, les mêmes zones d’une éprouvette sont observées pour plusieurs niveaux de chargement entre lesquels l’éprouvette est placée dans le dispositif d’observation microtomographique sous charge. Ceci implique de pouvoir retrouver la zone observée à l’aide de points de repères qui peuvent être des traces de colle, des mines de crayon collées, ou même une jauge de déformation (la qualité de l’image sera moindre à cause de la forte absorption des rayons X par les éléments métalliques de la jauge, mais l’observation reste possible). En Figure 2.16 sont présentées trois radiographies à travers le plat de l’éprouvette (plan  $xy$  conformément au repère défini en Figure 2.4(a)). Cette vue permet de voir la superposition de tous les plis de l’éprouvette et des fissures qu’ils contiennent, elle est donc la plus appropriée pour caractériser des taux de croisement. On remarque également les mines de crayons collées au niveau des fissures préalablement repérées au microscope sur la tranche. La

radiographie (a) est à une résolution plus grossière ( $12 \mu\text{m}/\text{pixel}$ ) et permet d'avoir une vue d'ensemble. Les radiographies (b) et (c) correspondent à la première image des deux scans de microtomographie qui ont été effectués pour ce chargement. Avec une résolution de  $5 \mu\text{m}/\text{pixel}$ , ces deux radiographies donnent déjà un bon aperçu des fissures présentes dans l'éprouvette.

Pendant la série d'essais, la zone (c) a donc été scannée plusieurs fois en augmentant la déformation maximale appliquée  $\varepsilon_{max}$  afin de propager le réseau de fissures entre chaque observation. Les réseaux obtenus pour quatre chargements sont représentés en Figure 2.17. À partir des volumes reconstruits, on peut de nouveau observer l'éprouvette dans le plan  $xy$  (images de droite dans la Figure 2.17) pour compter les croisements, en bénéficiant de la plus grande richesse des images volumiques par rapport aux radiographies, ainsi que de la possibilité de séparer les différentes interfaces entre les couches. Quelques croisements reconnaissables d'un chargement à l'autre sont indiqués sur les images par des lettres et servent de points de repère.

La morphologie des réseaux est conforme à celle décrite en Section 2.3.2 : des fissures apparaissent dans la couche centrale à  $-67.5^\circ$ , accompagnées de fissures dans les couches simples à  $-67.5^\circ$ . Pour le premier chargement, les fissures des couches simples sont d'une longueur de l'ordre de quelques épaisseurs de la couche, mais dès le deuxième chargement on remarque que plusieurs de ces fissures se propagent bien au delà (par exemple autour de C-E, et de D). Cependant, pour le deuxième chargement, les extrémités des deux nouvelles fissures dans la couche double (passant par D et E), présentent peu de croisements avec des fissures courtes. Ces dernières ne se développent qu'au chargement suivant,  $\varepsilon_{max} = 1.12\%$ , peut être en raison de la proximité de la fissure A-B dans la couche double.

La Figure 2.17(f) correspond au même chargement que la radiographie (c) de la Figure 2.16 et permet de mettre en évidence la longueur voire la continuité des fissures dans les couches simples à  $+67.5^\circ$ , qui n'était pas visible sur la radiographie.

La propagation des fissures le long des lignes de défauts (amas de matrice, porosités) favorise l'alignement puis la coalescence des fissures dans les couches simples. Ces dernières peuvent ainsi croiser plusieurs fissures de la couche centrale à  $-67.5^\circ$ . Notons également que le contraste de densité entre ces fissures et la matrice du composite est plus faible que pour les autres fissures : leur ouverture est à la limite de la visibilité pour cette résolution et donc probablement inférieure à  $5 \mu\text{m}$  (la taille d'un pixel). On remarque que pour le dernier chargement (Figures 2.17(g) et 2.17(h)), les fissures sont moins ouvertes : par exemple, la continuité de la fissure entre C et E n'est plus aussi évidente que pour les chargements 2 et 3. La défor-

2.3. ÉTUDE DE LA LONGUEUR ET DE L'AGENCEMENT DES FISSURES AU CŒUR DU MATÉRIAU

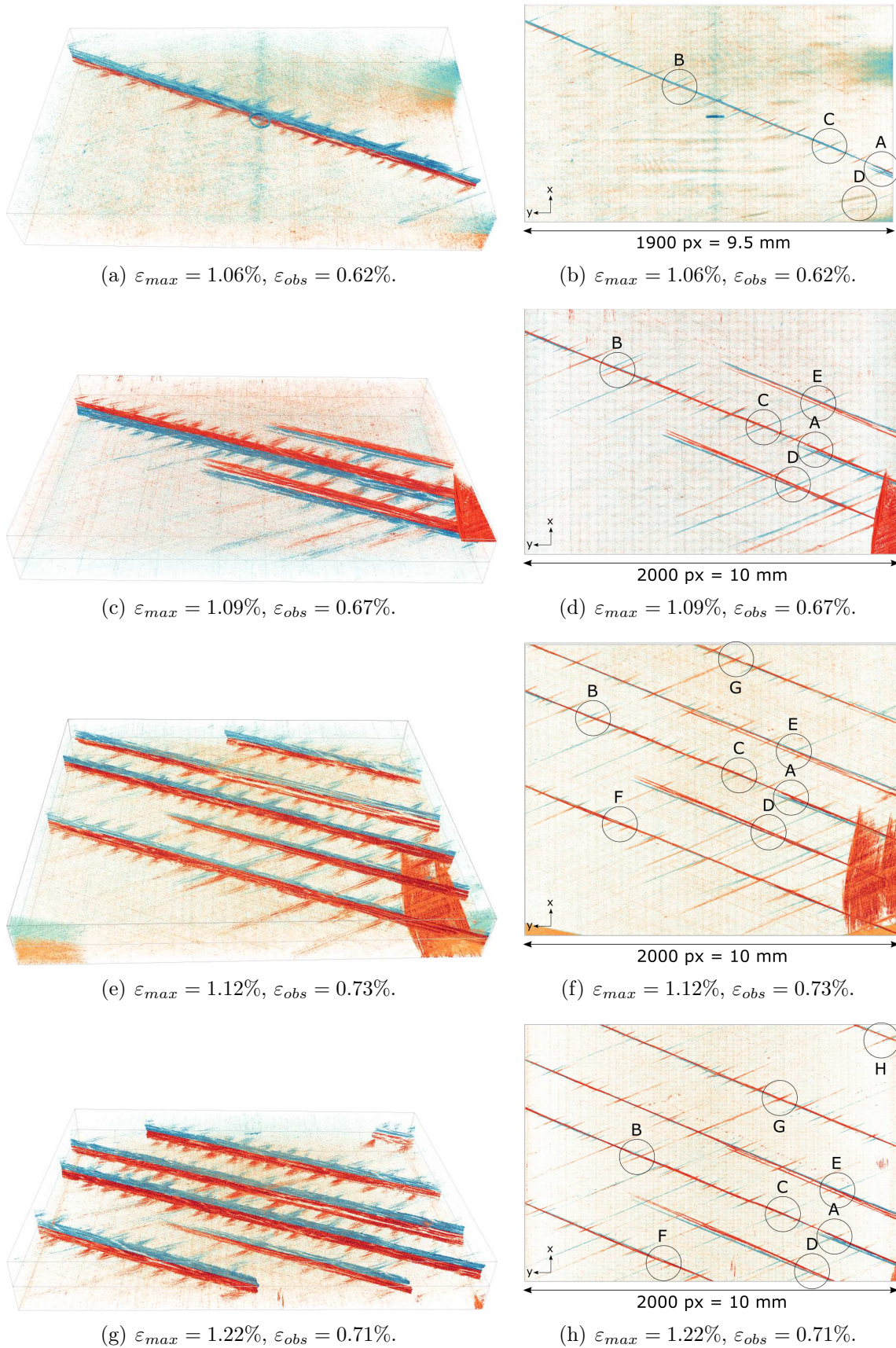


FIGURE 2.17 – Réseaux de fissures dans un stratifié  $[0/+67.5/-67.5_2/+67.5/0]$  pour quatre déformations maximales, deux couleurs sont attribuées aux fissures pour différencier les deux interfaces  $[+67.5/-67.5]$  : la moitié  $[0/+67.5/-67.5]$  est en bleu et contient l'interface entre les couches 2 et 3, et la moitié  $[-67.5/+67.5/0]$ , est en orange et contient l'interface entre les couches 3 et 4.

mation imposée pour l'observation est pourtant plus élevée que celle du deuxième chargement ( $\varepsilon_{obs} = 0.71\%$  contre  $\varepsilon_{obs} = 0.67\%$ ). Cela peut s'expliquer par l'augmentation du taux de fissuration qui a pour effet de réduire leur ouverture pour un même niveau de déformation [Bois et al., 2014]. Entre le troisième et le quatrième chargement, une seule nouvelle fissure apparaît dans la zone observée (repère H), mais dans l'éprouvette entière le taux de fissuration réduit a doublé.

Il est important de bien garder en mémoire que les observations réalisées par tomographie sont locales. En effet, en limitant les observations à une zone de 10 mm de côté, il est impossible de capter les effets de la variabilité mis en évidence par la Figure 2.9 représentant la position des fissures sur 90 mm d'une éprouvette. Il reste donc indispensable de comptabiliser les espaces sans fissure. Cette opération peut être réalisée par mesure au microscope des taux de fissuration en surface, dans la mesure où l'on s'assure que ces taux de fissurations en surface sont représentatifs des taux de fissuration à cœur. C'est le cas pour la couche centrale de l'éprouvette  $[0/+67.5/-67.5]_s$  dans laquelle les fissures observées à cœur débouchent à la surface. Les arrêts de fissures dans la couche centrale tels qu'observés en Figure 2.17 sont marginaux et peuvent être vérifiés par observation des deux faces de l'éprouvette.

Enfin, il convient de signaler quelques anomalies présentes dans les images de la Figure 2.17. Pour le premier chargement, on remarque un anneau au centre de l'image, dû à une tache sur le capteur présente sur toutes les projections et restituée sous forme d'un anneau par la reconstruction de l'image en 3D à partir des projections. Les coins plus foncés présents sur les images des chargements 1 et 3 sont également des artefacts typiques de la tomographie et sont dûs aux bord du faisceau conique de rayons X. La première image est plus bruitée que les suivantes et présente des lignes horizontales et une tache sombre sur le côté droit qui ne se retrouvent pas sur les images des chargements suivants. La jauge de déformation utilisée pour l'essai était initialement située dans la zone observée, elle a donc été enlevée pour les observations suivantes et remplacée par une autre hors du champ d'observation. Les images révèlent que des fibres du pli extérieur à  $0^\circ$  ont été délaminiées par le retrait de la jauge, générant le délaminage présent sur les images 2.17(c) à 2.17(f) entre la couche 4 à  $+67.5^\circ$  et le pli à  $0^\circ$  (dans la moitié du stratifié représentée en orange). Ce délaminage n'est pas visible sur les images du quatrième chargement car la zone observée est légèrement décalée par rapport aux chargements précédents. Le retrait de la jauge n'a pas eu d'incidence sur le taux de fissuration en surface : les trois fissures observées à cœur dans la couche double à  $-67.5^\circ$  après le deuxième chargement étaient déjà présentes en surface au bord de l'éprouvette avant d'enlever la jauge.

### 2.3.4 Évolution des taux de fissuration et effet des interactions

Afin de quantifier le nombre de croisements de fissures aux interfaces, le stratifié [0/+67.5/-67.5<sub>2</sub>/+67.5/0] est séparé en deux moitiés selon son plan de symétrie : d'une part la moitié [0/+67.5/-67.5], représentée en bleu dans la Figure 2.17, et qui contient l'interface entre la couche 2 à +67.5° et la couche 3 à -67.5° (selon la numérotation définie en Figure 2.15), et d'autre part la moitié [-67.5/+67.5/0], représentée en orange, et qui contient l'interface entre la couche 3 à -67.5° et la couche 4 à +67.5°. Les interfaces 0°/+67.5° ne sont pas traitées séparément car les plis à 0° ne présentent pas de fissure transverse. Cette séparation aboutit à la Figure 2.18 qui présente les vues dans le plan  $xy$  des fissures contenues dans les deux moitiés du stratifié. Ces vues permettent de mesurer la longueur des fissures (dont l'ouverture est supérieure au seuil de visibilité), mais aussi, comme on le verra ensuite, de compter toutes les intersections de fissures pour obtenir le taux de croisements de chaque interface.

À partir de la longueur cumulée des fissures mesurée pour chaque couche et de la surface de la zone observée, on calcule le taux de fissuration  $\rho$  et le taux de fissuration réduit  $\bar{\rho}$  à l'aide des expressions suivantes<sup>2</sup> :

$$\rho = \frac{\text{longueur fissurée}}{\text{surface observée}} \quad (2.1)$$

$$\bar{\rho} = \rho h \quad (2.2)$$

---

2. *N.B.* : pour des fissures longues, ces expressions sont équivalentes à l'Équation 1.1 définie dans la Section 1.1.3 de l'état de l'art.



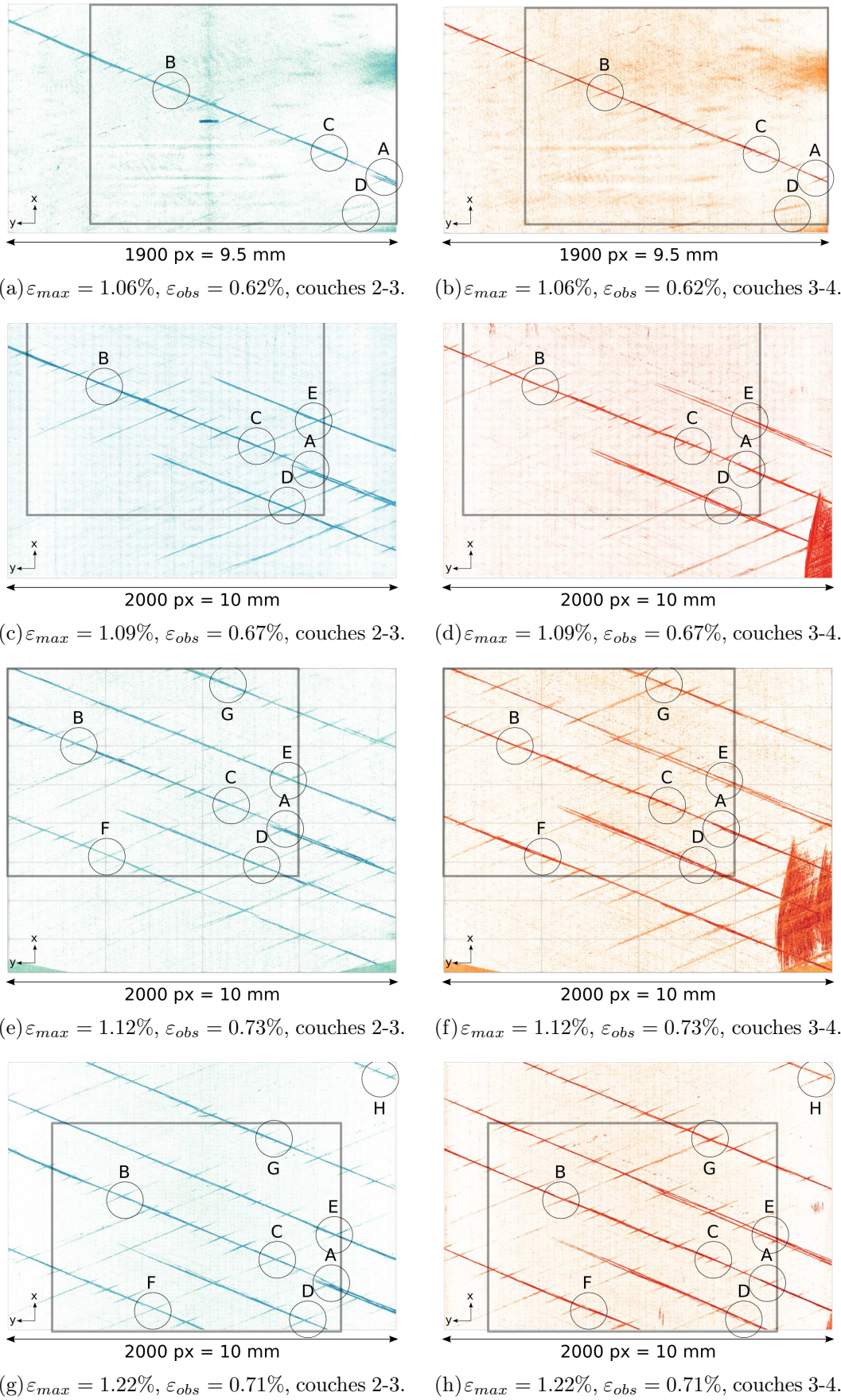


FIGURE 2.18 – Vues dans le plan  $xy$  du réseau de fissures pour chaque moitié du stratifié  $[0/+67.5/-67.5_2/+67.5/0]$ , code couleur par partie d'empilement identique à celui de la Figure 2.17. Le rectangle correspond à la zone commune à toutes les observations.

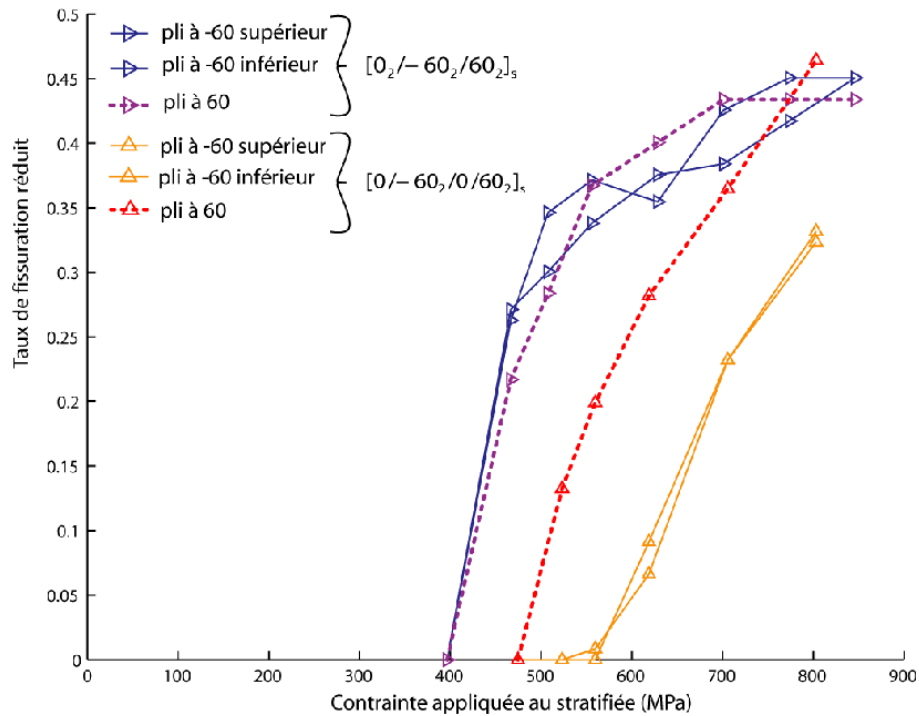


FIGURE 2.19 – Effet des interactions sur les cinétiques de fissuration transverse des couches à  $\pm 60^\circ$  de deux stratifiés  $[0_2/-60_2/+60_4/-60_2/0_2]$  et  $[0/-60_2/0/+60_4/0/-60_2/0]$ , d'après [Huchette, 2005].

Pour quantifier l'effet des interactions, Huchette [Huchette, 2005] a réalisé des observations par microscopie sur la tranche sur deux stratifications du même matériau (T700/M21),  $[0_2/-60_2/+60_2]_s$  et  $[0/-60_2/0/+60_2]_s$ , permettant d'isoler ou non les couches à  $\pm 60^\circ$ . Les résultats obtenus sont présentés sur la Figure 2.19 et montrent un effet d'interaction important. Le rôle éventuel des effets de bord sur ces résultats ne doit cependant pas être oublié.

Dans les travaux présentés ici, nous n'avons pas pu tester deux stratifications permettant d'isoler ou non les couches fissurées, mais les résultats apportent tout de même quelques enseignements. La Figure 2.20 représente l'évolution du taux de fissuration dans chacune des couches à  $\pm 67.5^\circ$  (simple et double) de l'éprouvette  $[0/+67.5/-67.5]_s$  en fonction de la déformation longitudinale. En raison du nombre de niveaux de chargement faible (4) et de la taille relativement petite de la zone observée, ces résultats sont à exploiter avec prudence. Les deux couches simples voient des évolutions similaires tandis que la couche double a un taux de fissuration légèrement plus élevé. Même si le fait que les fissures apparaissent en même temps dans les couches simples et la couche double dénote un effet d'interaction, cette interaction n'est pas évidente en termes de cinétique de fissuration.

Pour essayer de mettre en évidence l'effet des interactions, considérons d'abord

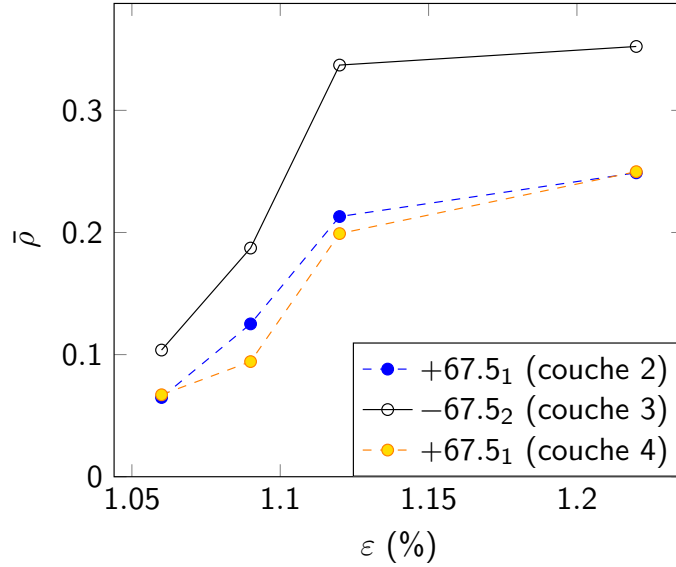
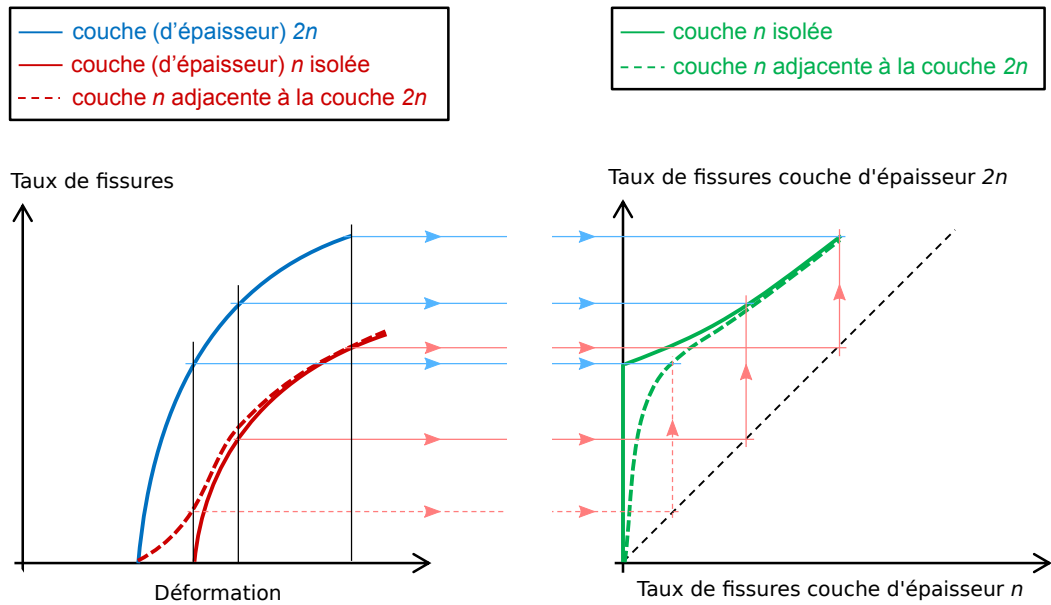


FIGURE 2.20 – Taux de fissuration dans les trois couches à  $\pm 67.5^\circ$  de l'éprouvette  $[0/+67.5/-67.5_2/+67.5/0]$  en fonction de la déformation longitudinale.

un cas théorique sans variabilité matériau, dans lequel deux couches d'orientation  $\pm\theta$  sont constituées l'une de  $n$  plis, et l'autre de  $2n$  plis. Lorsque ces couches sont séparées, elles n'interagissent pas. Les seuils de fissuration des deux couches sont bien distincts en raison de la différence d'épaisseur des couches, et les taux de fissuration augmentent rapidement dès le démarrage de la fissuration, comme représenté par les traits pleins dans la Figure 2.21(a). Si les deux couches sont adjacentes, elles interagissent, ce qui modifie le seuil d'initiation de la fissuration de la couche d'épaisseur  $n$ . Le démarrage de la fissuration se fait alors de façon concomitante dans les deux couches. Cependant, nos observations indiquent que les fissures de la couche de  $n$  plis sont courtes (Figure 2.15), ce qui doit se traduire par des taux de fissuration plus faibles que ceux de la couches de  $2n$  plis. Lorsque les couches interagissent on s'attend donc à obtenir, pour le taux de fissuration de la couche de  $n$  plis, l'allure tracée en pointillé dans la Figure 2.21(a).

En traçant le taux de fissuration de la couche de  $2n$  plis, en fonction de celui de la couche de  $n$  plis, deux à deux pour des déformations longitudinales identiques, on aboutit à la Figure 2.21(b). L'intérêt de cette figure est de pouvoir comparer les résultats obtenus pour différentes orientations à partir de différentes stratifications.

Revenons maintenant aux résultats expérimentaux. Avec la même logique que pour la Figure 2.21(b), la Figure 2.22 présente l'évolution des taux de fissuration de couches de  $2n$  plis à  $90^\circ$  en fonction des taux de fissuration de couches plus fines de  $n$  plis à  $90^\circ$ , en combinant les résultats obtenus sur des stratifiés  $[0_2/90_n/0_2]$  et  $[0_2/90_{2n}/0_2]$  à déformation longitudinale identique. Les taux de fissuration de



(a) Évolution des taux de fissuration en fonction de la déformation. (b) Évolution comparée des taux de fissuration.

FIGURE 2.21 – Allure de l'évolution des taux de fissuration dans un stratifié où deux couches se fissurent de manière isolée ou non.

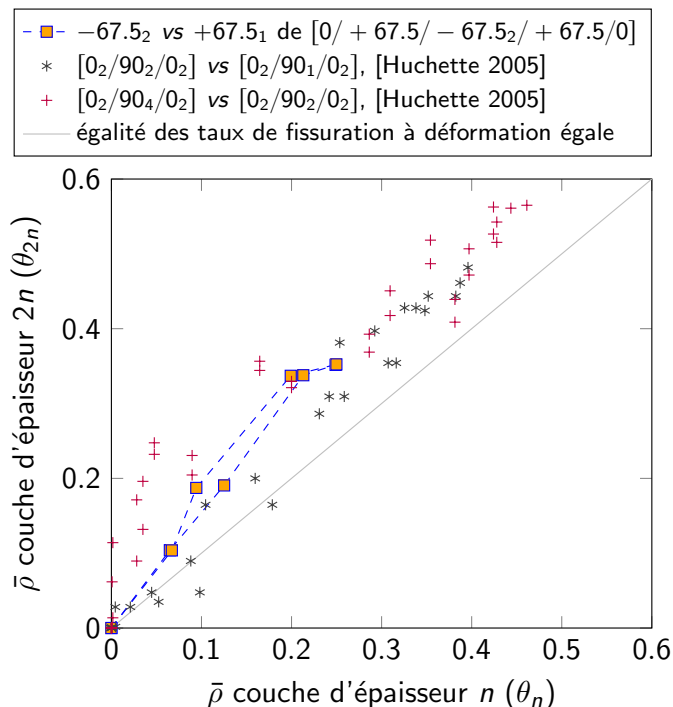


FIGURE 2.22 – Comparaison des taux de fissuration  $\bar{\rho}(\theta_n)$  et  $\bar{\rho}(\theta_{2n})$  à déformations identiques dans des couches simples ( $n$  plis) et doubles ( $2n$  plis) d'orientation  $\theta$ , pour des stratifiés  $[0_2/90_n/0_2]$  et  $[0_2/90_{2n}/0_2]$ , et  $[0/+67.5_n/67.5_{2n}/67.5_n/0]$ .

la couche  $-67.5_2$  et des couches  $+67.5$  de l'éprouvette  $[0/+67.5/-67.5]_s$  obtenus par tomographie sont également tracés (carrés bleus et orange). À déformation égale, le taux de fissuration est plus élevé pour une couche épaisse. Cet effet d'épaisseur explique que les points se positionnent au-dessus de la droite  $y = x$ . Toutefois, pour  $n = 1$ , l'effet d'épaisseur est à peine visible, alors qu'il l'est clairement pour  $n = 2$ . Cette observation explique certainement pourquoi l'interaction très marquée visible sur la stratification  $[0_2/-60_2/+60_2]_s$  de la Figure 2.19 est plus difficilement observable sur la stratification  $[0/+67.5/-67.5]_s$ .

### 2.3.5 Évolution du nombre de croisements de fissures à l'interface de deux couches fissurées

À partir de la Figure 2.18, il est également possible de compter les croisements de fissures à chaque interface. En rapportant le nombre de croisements à la surface observée  $S$ , on obtient l'expression du taux de croisement  $\chi$  entre les fissures des couches  $i$  et  $i + 1$  :

$$\chi_{i,i+1} = \frac{n_{\text{croisements}}}{S} \quad (2.3)$$

Comme expliqué au début de la Section 2.3, dans le cas d'un réseau constitué de fissures longues dans deux couches adjacentes, l'agencement des fissures correspond à celui de la Figure 2.12, reproduit en Figure 2.23. Le nombre de croisements est alors déterministe et dépend uniquement des taux de fissuration des deux couches et de l'angle entre les couches. Dans ce cas, ces grandeurs permettent de définir la surface  $S_{\text{motif}}$  représentée par le losange jaune en Figure 2.23. La surface  $S_{\text{motif}}$  contient un croisement de fissures. On a alors :

$$\chi_{i,i+1}^{\text{fissures longues}} = \frac{1}{S_{\text{motif}}} = \rho_i \rho_{i+1} \sin(|\theta_{i+1} - \theta_i|) \quad (2.4)$$

En présence de fissures courtes, l'agencement des fissures peut donner un nombre de croisements inférieur (agencement favorable) ou supérieur (agencement défavorable) par rapport à l'agencement des fissures longues pour des taux de fissuration identiques. Pour adimensionner le taux de croisement  $\chi$ , l'agencement des fissures longues de la Figure 2.23 constitue une bonne référence. On définit le taux de croisement réduit  $\bar{\chi}$  tel que  $\bar{\chi} \rightarrow 1$  lorsque les fissures sont longues :

$$\bar{\chi}_{i,i+1} = \chi_{i,i+1} S_{\text{motif}} = \frac{n_{\text{croisements}} S_{\text{motif}}}{S} \quad (2.5)$$

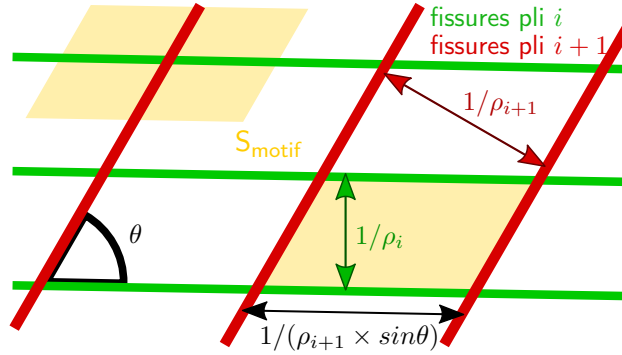


FIGURE 2.23 – Agencement de fissures idéal : fissures longues et traversantes dans deux couches, la surface élémentaire  $S_{motif}$  contient un croisement de fissures.

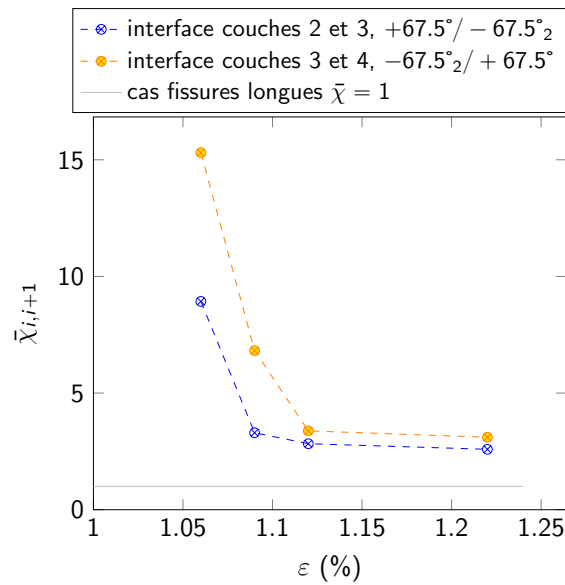


FIGURE 2.24 – Taux de croisement réduit  $\bar{\chi}$  en fonction de la déformation longitudinale  $\varepsilon_{xx}$ .

En calculant le taux de croisement réduit pour les deux interfaces de l'éprouvette  $[0/+67.5/-67.5]_s$  contenant des croisements, on obtient des valeurs supérieures à 1 et qui diminuent lorsque la déformation augmente (voir Figure 2.24). Ce résultat est cohérent avec les observations précédentes : certaines fissures sont courtes et agencées d'une manière qui favorise les croisements de fissures, et cet effet diminue lorsque la déformation, et donc les taux de fissuration augmentent.

### 2.3.6 Morphologie des connexions aux croisements

Les coupes micrographiques très resserrées confirment les observations par microtomographie, mais elles permettent aussi d'observer précisément la morphologie des connexions aux croisements de fissures. Notamment, elles révèlent que du mi-

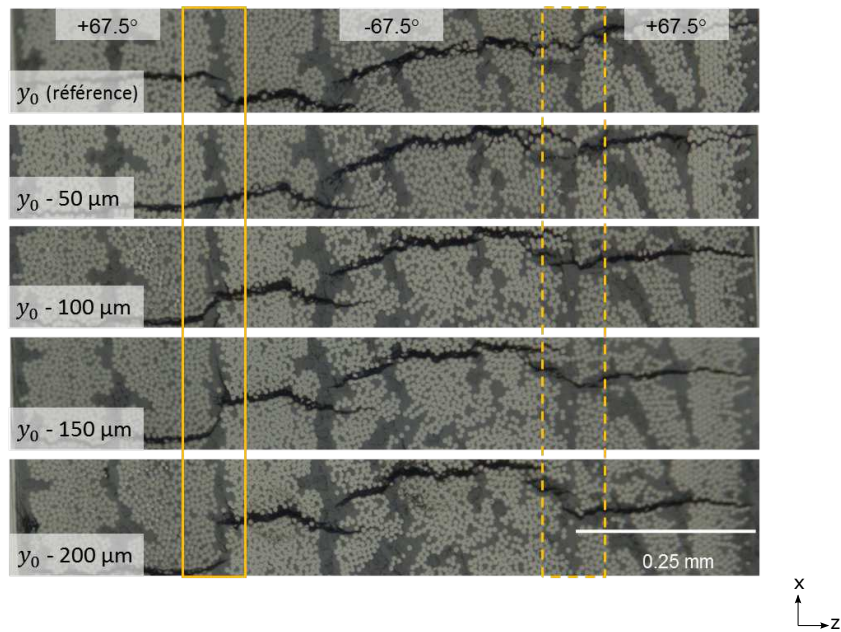


FIGURE 2.25 – Croisement de fissures dans les trois couches centrales d'un stratifié  $[0/+67.5/-67.5]_s$  pour différentes profondeurs  $y$  par rapport à  $y_0$ , les deux interfaces sont encadrées.

crodelaminage en pointe de fissure se développe aux croisements, sur des longueurs allant jusqu'à  $100 \mu\text{m}$ , agrandissant la taille des connexions entre les fissures. Un exemple est donné en Figure 2.25 sur l'interface de gauche entourée en trait plein. Toutefois, la morphologie des connexions peut être plus complexe et constituée de fissures courtes plus ou moins inclinées et dont la connexion n'est pas facile à établir comme on le voit sur l'interface de droite entourée en trait pointillé.

## 2.4 Synthèse des observations

Les résultats expérimentaux présentés dans ce chapitre ont été obtenus grâce à la combinaison de trois techniques expérimentales : observation micrographiques *in situ*, coupes micrographiques par abrasion, et observation microtomographique sous charge. La combinaison de ces techniques donne accès à des informations riches sur l'endommagement à l'échelle des plis et sur les réseaux de fissures.

D'une part, il faut noter plusieurs points concernant l'endommagement de la couche en configuration isolée, c'est à dire lorsque les couches adjacentes à la couche considérée ne s'endommagent pas. Ainsi, dans le matériau étudié, le M21/T700, il n'a pas été constaté de microdelaminage en pointe de fissure transverse, excepté aux bords libres et aux croisements entre les fissures de deux couches adjacentes. Les observations montrent également le développement d'endommagement exclusi-

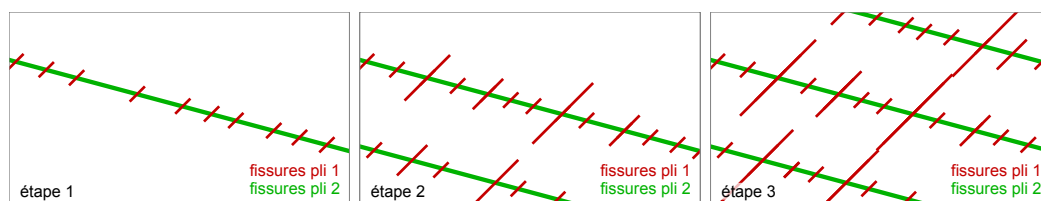


FIGURE 2.26 – Proposition de scénario d'endommagement.

vement diffus en cisaillement, accompagné de non linéarités. L'absence de fissuration transverse en cisaillement n'exclut cependant pas la participation du cisaillement à la fissuration transverse dans le cas d'un chargement en mode mixte. Par ailleurs, l'observation de la fissuration transverse sur une grande longueur met en évidence l'effet de la variabilité du matériau sur le taux de fissuration, en particulier pour le démarrage de la fissuration transverse.

D'autre part, de nombreux éléments sont apportés sur la création de réseaux de fissures dans un stratifié dont plusieurs couches adjacentes peuvent fissurer. Le scénario d'endommagement observé est schématisé en Figure 2.26. Le pli 2, plus épais et dont le seuil de fissuration en configuration isolée est plus faible que celui du pli 1, fissure. Simultanément, des fissures apparaissent dans le pli 1 adjacente plus fin, qui n'a pas encore atteint son seuil de fissuration en configuration isolée. Ces fissures courtes s'amorcent au niveau de celles du pli 2. Cette interaction a pour conséquence la création de fissures regroupées, ce qui augmente le nombre de croisements possibles pour un taux de fissuration donné, ainsi que la modification des cinétiques d'endommagement des plis qui sont adjacents à un pli endommagé. Pour traiter la problématique des fuites à travers un stratifié, il est donc impératif de prendre en compte les interactions entre les endommagements des plis adjacents, interactions qui, comme indiqué au Chapitre 1, sont le plus souvent négligées dans les modèles d'endommagement.

Dans la suite du scénario d'endommagement observé, les fissures se développent dans le pli 2 selon le même schéma, pendant que certaines fissures du pli 1 se propagent en s'allongeant de plus en plus. Ce scénario est établi sur une seule stratification mais vient confirmer les observations tirées de la littérature sur des stratifications contenant des séquences du type  $[90/+45/-45]$  ou  $[+60/-60]$  [Huchette, 2005, Kumazawa et al., 2006b, Yokozeki et al., 2005a]. Toutefois, si les images de ces références sont similaires à celles des réseaux observés dans l'étude présente, l'effet des interactions entre plis sur l'agencement des fissures n'était pas clairement établi, et l'incertitude liée à l'infiltration des fissures par un composant dense utilisé pour les rendre visibles ne permettait pas de conclure sur leur longueur,



ni sur l'absence de fissures non connectées ou de réseaux non traversants.

En plus de ces informations qualitatives, la microtomographie sous charge a également permis de déterminer localement les taux de fissuration transverse pour des cas où les fissures ne sont pas longues et traversantes. Le taux de croisement réduit par interface, caractéristique de l'agencement des fissures, a aussi été mesuré. Soulignons également la complémentarité des techniques expérimentales mises en œuvre, avec par exemple la micrographie *in situ* qui complète avantageusement la microtomographie sous charge en matière de taille de zone observée ; et les coupes micrographiques qui permettent de valider les observations par microtomographie et notamment de confirmer que les fissures sont courtes et non pas d'une ouverture inférieure à la résolution du microtomographe. Les coupes micrographiques montrent aussi que croisement de fissures ne signifie pas connexion de fissures, et que le nombre de points de fuite peut vraisemblablement être inférieur au nombre de croisements de fissures. Ainsi, le protocole proposé répond à la problématique et à un manque de l'état de l'art, mais il reste fastidieux et limitant pour parvenir à un nombre important de résultats quantitatifs.

Des essais complémentaires sont requis pour caractériser de manière quantitative l'ensemble de ces points. En particulier, il est nécessaire d'étudier la participation du cisaillement à la fissuration transverse avec une stratification telle que  $[0/+67.5/0/-67.5]_s$  permettant de combiner traction transverse et cisaillement tout en évitant les interactions entre les couches à  $\pm 67.5$  degrés. Cette stratification permettrait également de quantifier les effets de l'interaction des plis par comparaison avec  $[0_2/+67.5/-67.5]_s$ . Il faut aussi approfondir l'étude des interactions et de la création de réseaux de fissures en s'intéressant aux interactions entre couches ayant des seuils de fissuration identiques, comme dans  $[0/+67.5/-67.5/0]_s$ , et aux chaînes d'interactions qui peuvent être déclenchées dans des couches ne fissurant pas en configuration isolée par la présence d'une couche fissurée, en proposant par exemple une stratification  $[0/+45/-45/+45/-45/90]_s$ . Étant donnée la lourdeur des techniques expérimentales et le grand nombre d'essais à réaliser pour quantifier les réseaux de fissures ainsi que les interactions qui pilotent leur formation, il faut envisager de compléter l'évaluation de l'effet des interactions par une série d'essais numériques utilisant des modèles de fissuration discrets tels que [Grogan et al., 2014a].

Enfin, ces données expérimentales ouvrent la voie pour modéliser et prédire la création et l'évolution des réseaux de fissures dans les stratifiés. Ainsi, le modèle devra prendre en compte la variabilité du matériau et l'effet de celle-ci sur les cinétiques d'endommagement. L'interaction entre l'endommagement des plis et les cinétiques d'endommagement de leurs voisins doit être traitée, et peut l'être d'une part en uti-

lisant la relation entre les taux de fissuration de deux couches adjacentes, et d'autre part en décrivant l'agencement préférentiel des fissures par une loi d'évolution du taux de croisement des fissures. Ces trois points feront l'objet du Chapitre 4.

Finalement, pour être complet et réaliste, le modèle de prédiction des chemins de fuite devra tenir compte de la variabilité de la connectivité des fissures au niveau des croisements. Il pourra pour cela être recalé en s'appuyant sur des essais de perméabilité dont la conception et la mise en œuvre font l'objet du Chapitre 3 ci-après.



# Chapitre 3

## Caractérisation de la perméabilité et du nombre de points de fuite

### Sommaire

---

<b>3.1</b>	<b>Objectif, cahier des charges et démarche</b>	<b>76</b>
3.1.1	Objectif	76
3.1.2	Cahier des charges des dispositifs d'essai	78
3.1.3	Démarche générale de conception	80
<b>3.2</b>	<b>Description et conception des dispositifs de mise sous charge et de mesure de perméabilité sur tube</b>	<b>80</b>
3.2.1	Réalisation des fonctions FP1 et FP2	80
3.2.2	Réalisation des fonctions FP3 et FP4 pour le dispositif sans effet de fond	81
3.2.3	Réalisation des fonctions FP3 et FP4 pour le dispositif avec effet de fond et chargement axial	86
<b>3.3</b>	<b>Méthode de mesure de la perméabilité, protocole et traitement des mesures</b>	<b>91</b>
3.3.1	Méthode de mesure	91
3.3.2	Acquisition et traitement des données	95
3.3.3	Perméabilité du dispositif lui même et validation de la conception	98
3.3.4	Évaluation des incertitudes	99
<b>3.4</b>	<b>Utilisation du dispositif sans effet de fond pour deux tubes composites</b>	<b>101</b>
3.4.1	Paramètres expérimentaux	101
3.4.2	Résultats et analyse	102
<b>3.5</b>	<b>Conclusion sur la caractérisation de la perméabilité et du nombre de points de fuite</b>	<b>108</b>

---

## 3.1 Objectif, cahier des charges et démarche

### 3.1.1 Objectif

Le Chapitre 2 a permis d'établir qu'en raison de la complexité des connexions entre fissures transverses de différents plis, la description des réseaux de fissures par des densités d'endommagement ne pouvait suffire à identifier un modèle d'écoulement capable de prédire la perméabilité. De plus, le modèle de prévision des densités de croisements, de la percolation, ou les modèles d'écoulement nécessitent une validation expérimentale sur des échantillons et des chargements représentatifs de la complexité présente dans les structures industrielles. On cherche notamment à caractériser les liens entre le chargement, le nombre de chemins de fuite et la perméabilité que ceux-ci génèrent. Afin d'évaluer les fuites induites par l'endommagement (création de fissures formant des chemins de fuite) et le chargement (ouverture des fissures) en contournant les difficultés exposées en Section 1.3.6, on propose de concevoir des dispositifs expérimentaux qui permettent simultanément de charger mécaniquement des éprouvettes tubulaires, de mesurer leur perméabilité, et d'observer les points de fuite (sorties des chemins de fuite).

Pour mesurer la perméabilité, il est nécessaire de soumettre le tube à un gradient de pression. La pression pourra être mise à profit pour servir de chargement mécanique. On s'intéresse à trois cas<sup>1</sup> de chargement dans un tube sous pression, selon que les fonds du réservoir sont solidaires ou non avec celui-ci, et dans le cas de fonds solidaires, selon que les fonds sont ou non sollicités en traction en plus de la pression interne. Ces trois cas de chargement sont représentés en Figure 3.1 et détaillés ci-dessous. Dans un tube de faible épaisseur  $e$  devant son rayon  $R$ , ce qui sera toujours le cas pour les réservoirs de lanceurs, et sans effet de fond, la pression  $p$  génère un état de contrainte homogénéisé mono-axial tel que :

$$\sigma_{\theta\theta} = \frac{pR}{e} \quad (3.1)$$

où  $\sigma_{\theta\theta}$  représente les contraintes circonférentielles. Avec effet de fond, l'état de contrainte est bi-axial proportionnel avec un rapport entre les contraintes circonférentielles  $\sigma_{\theta\theta}$  et les contraintes axiales  $\sigma_{xx}$  tel que :

$$\frac{\sigma_{\theta\theta}}{\sigma_{xx}} = 2 \quad (3.2)$$

Si, en plus de la pression interne avec effet de fond, on ajoute un effort axial  $F$ , on

---

1. Le chargement en torsion, bien que non traité ici, est également envisageable en recourant à une machine de traction-torsion-pression comme dans [Mertiny and Gold, 2007].

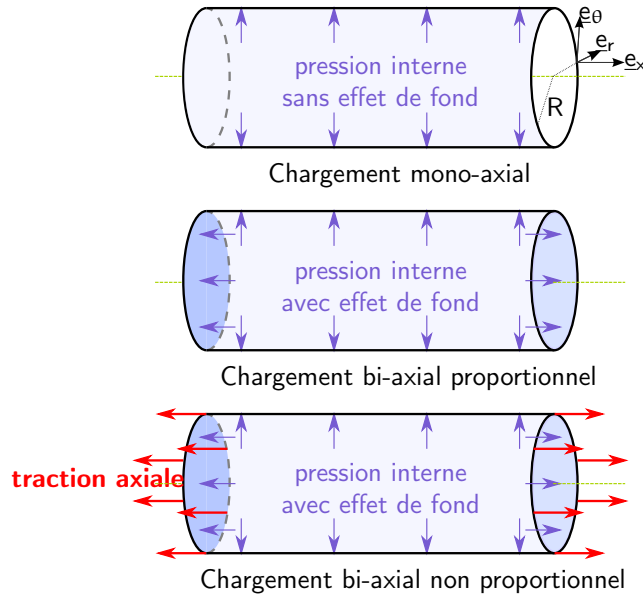


FIGURE 3.1 – Trois cas de chargement possibles dans un tube sous pression.

obtient des cas de chargements bi-axiaux et non proportionnels avec :

$$\sigma_{\theta\theta} = \frac{pR}{e} \text{ et } \sigma_{xx} = \frac{pR}{2e} + \frac{F}{2\pi eR} \quad (3.3)$$

Pour tous les cas de chargements, mono-axiaux ou bi-axiaux, mettre le tube sous pression implique de fermer le tube de manière étanche. Cela peut-être réalisé avec des bouchons qui viennent s’insérer à l’intérieur ou autour des deux extrémités du tube, en prévoyant un moyen pour les maintenir en place lors de la pressurisation. En revanche, le chargement avec ou sans effet de fond pose la question de la transmission ou non des actions axiales entre le tube et le système de fermeture. La solution retenue pour le dispositif de mesure devra donc être différente en fonction des besoins de multi-axialité. Le chargement mono-axial est le plus simple à mettre en œuvre puisqu’il minimise les interactions entre le tube et le montage. Cela permet de maximiser la longueur de la zone utile (non perturbée par le dispositif) du tube éprouvette par rapport à sa longueur totale. Cette solution est bien adaptée pour identifier des modèles de création de chemins de fuite ou de prédiction de la perméabilité. Les chargements bi-axiaux sont quant à eux plus complexes à générer en respectant le cahier des charges : les fonds et la traction axiale vont engendrer une zone de perturbation plus grande dans le tube. Malgré leur complexité, les chargements bi-axiaux sont intéressants car ils sont plus proches des efforts auxquels est soumis un réservoir de lanceur (*i.e.* pression interne et efforts structuraux). Ils peuvent donc être utiles pour valider les modèles identifiés, ou encore pour qualifier une stratification.

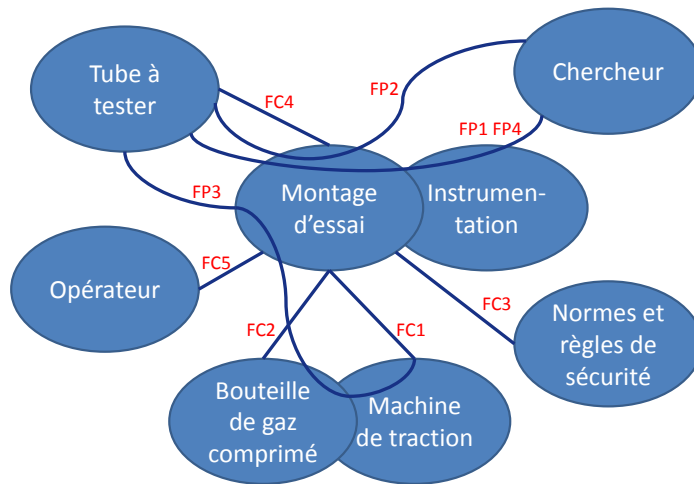


FIGURE 3.2 – Graphe des interacteurs d’un dispositif de mesure de perméabilité in-situ.

### 3.1.2 Cahier des charges des dispositifs d’essai

Les fonctions que doivent remplir les dispositifs expérimentaux peuvent être déduites du graphe des interacteurs présenté Figure 3.2. Ces fonctions sont listées dans la Table 3.1. La fonction principale FP1 consiste à mesurer la perméabilité, la déformation et la température au cours du temps. La fonction principale FP2 est de permettre au chercheur d’observer les points de fuites. Les deux autres fonctions principales garantissent la validité des mesures : le dispositif doit générer un état de contrainte uniforme dans le tube (FP3), et le dispositif doit être étanche (FP4). Il faut s’assurer que la zone d’influence dans laquelle le système d’étanchéité affecte les champs de contraintes ou de déformations reste d’une longueur petite comparée à la longueur du tube, et que la sollicitation maximale est située dans la zone utile pour éviter de générer de l’endommagement et des fuites en dehors de celle-ci, en particulier dans la partie du tube en contact avec le système d’étanchéité.

Le dispositif doit être conçu de manière à être raccordé à une bouteille de gaz comprimé pour régler la pression interne, puis fermé (fonction contrainte FC1) de manière étanche pour effectuer la mesure de perméabilité via la mesure de l’évolution de la pression en fonction du temps. La mesure de la température est utile en raison de son influence directe sur la pression interne (loi des gaz parfaits). La mesure de la déformation permet de contrôler l’homogénéité du chargement dans le tube, et de corrélérer les mesures sur tube aux observations d’endommagement effectuées sur les éprouvettes planes. Le dispositif doit aussi être adaptable à une machine

TABLE 3.1 – Cahier des charges fonctionnel d'un dispositif de mesure de perméabilité sur tube.

Fonctions	Critères	Valeur
FP1 Mesurer la perméabilité, la déformation et la température en fonction du temps	Précision de la mesure de pression $\delta/p_0$	$2 \cdot 10^{-2}$ MPa
	Durée de la mesure	À définir en fonction de la perméabilité
	Sollicitation homogène dans la zone utile	
FP2 Permettre au chercheur d'observer les points de fuite	Accessibilité de la surface extérieure du tube	
FP3 Générer un état de contrainte uniforme, bi-axial ou non dans le tube	Longueur d'influence du dispositif de fermeture du tube par rapport à la longueur totale du tube	10 %
FP4 Assurer l'étanchéité	Perméabilité du montage	Inférieure à la perméabilité à mesurer
	Sollicitation maximale localisée dans la zone utile (pas de concentration de contrainte induite par le montage)	
FC1 Pouvoir être alimenté par une bouteille de gaz comprimé puis fermé	Raccord rapide 1/4"	
FC2 S'adapter à la machine de traction	Effort maximal	100 kN
	Longueur maximale	600 mm
	Diamètre maximal des mandrins pour l'insertion dans les mors	16 mm
FC3 Respecter les normes et règles de sécurité	Énergie maximale stockée dans le gaz comprimé	$5 \cdot 10^6$ Pa/L
FC4 S'adapter aux dimensions et raideurs des tubes	Diamètre intérieur	100 mm
	Épaisseur Stratifications	0.8 à 2 mm [+45/-45] <sub>2</sub> et [90/-45/+45/90]
FC5 Être manipulable et ergonomique pour l'opérateur	Masse maximale du dispositif	10 kg



de traction (FC2) pour pouvoir appliquer au tube un effort axial et ainsi générer un chargement bi-axial non proportionnel. La fonction contrainte FC3 consiste à limiter l'énergie stockée dans le gaz comprimé pour respecter la norme de sécurité NF2 E29 761, ce qui revient à ne pas dépasser l'énergie maximale  $E_{max} = p \times V = 50 \text{ bar.L}$ ,  $V$  étant le volume de gaz. Respecter cette norme évite d'avoir à confiner l'éprouvette pendant l'essai. Enfin, quand un tube est soumis à une pression interne, les déformations radiales entraînent une augmentation significative du diamètre du tube, qui dépendra de la raideur de celui-ci. Afin de pouvoir étudier différentes stratifications, le dispositif doit fonctionner pour une gamme suffisamment large de raideurs et d'épaisseurs de tubes. Les solutions seront donc évaluées pour deux tubes composites, l'un de stratification  $[+45/-45]_2$  souple radialement (déplacement radial de 0.2 mm/MPa), et un tube de stratification  $[90/-45/+45/90]$ , plus rigide (déplacement radial de 0.047 mm/MPa).

### 3.1.3 Démarche générale de conception

Les exigences FP3 et FP4 peuvent sembler contradictoires dans la mesure où FP3 conduit à réduire les interactions entre le tube et le dispositif, tandis que FP4 nécessite de maintenir en contact le tube et le système d'étanchéité du dispositif. Une solution consiste à ajuster la raideur du système d'étanchéité afin de trouver le meilleur compromis pour les deux spécifications. Pour ce faire, les paramètres de dimensionnement sont le matériau, en particulier son module, et la géométrie du système d'étanchéité (épaisseurs, élancements, ajout de gorges). Les solutions sont évaluées en les modélisant par la méthode des éléments finis, et le compromis est recherché en réalisant une étude paramétrique. Dans la suite de ce chapitre sont présentés les deux dispositifs, l'un sans effet de fond, l'autre avec, conçus pour répondre à ces exigences.

## 3.2 Description et conception des dispositifs de mise sous charge et de mesure de perméabilité sur tube

### 3.2.1 Réalisation des fonctions FP1 et FP2

Les composants du système de fermeture du tube sont équipés l'un d'une arrivée de gaz et l'autre d'un capteur de pression. Le tube peut être pressurisé et la perte de pression mesurée au cours du temps, à partir de laquelle on pourra calculer la

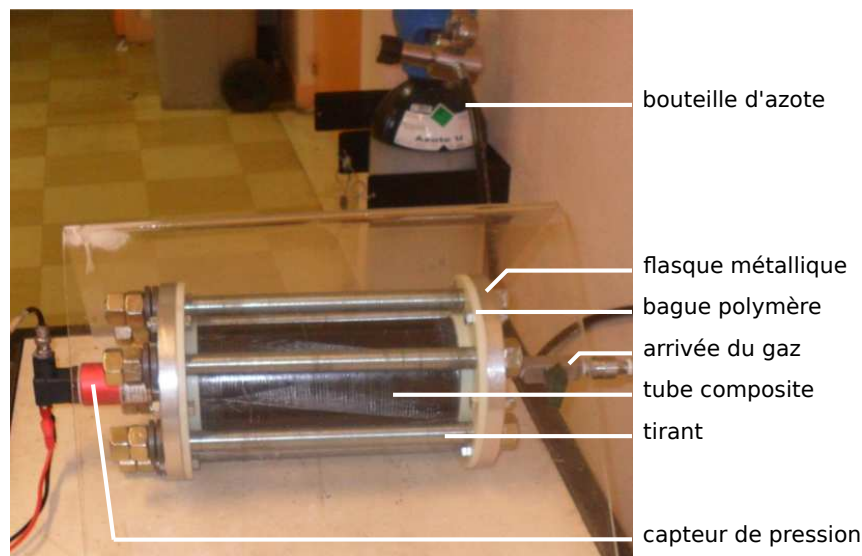


FIGURE 3.3 – Dispositif de mesure de la perméabilité sous chargement de pression sans effet de fond.

perméabilité. Avec les dispositifs proposés, les éprouvettes sont à l'air libre, ce qui permet de quantifier et localiser les points de fuite. Un cylindre plein en PVC est placé à l'intérieur du tube pour réduire le volume comprimé, ce qui permet à la fois de limiter l'énergie stockée dans le gaz comprimé et d'augmenter la perte de pression pour un débit de fuite donné.

La pression interne est réglée à l'aide d'une bouteille de gaz sous pression. Le gaz utilisé ici est l'azote mais peut être remplacé par l'hélium. Comme introduit dans l'état de l'art à la Section 1.3.2, la pression amont, qui est ici la pression interne, est désignée par  $p_0$ , et la pression aval, ici la pression atmosphérique, par  $p_1$ . Le capteur de pression est relatif et donne directement la différence de pression  $p_0 - p_1$ . En plus du capteur de pression, le tube peut être instrumenté avec des jauges de déformation et un capteur de température.

### 3.2.2 Réalisation des fonctions FP3 et FP4 pour le dispositif sans effet de fond

#### Description du dispositif

Le dispositif sans effet de fond, présenté en Figure 3.3, est constitué d'un tube fermé avec deux flasques. Les flasques sont équipés l'un du capteur de pression, et l'autre d'un raccord et d'une vanne pour l'arrivée du gaz. Entre le tube et les flasques, des bagues en polymère équipées de joints toriques assurent l'étanchéité du système.

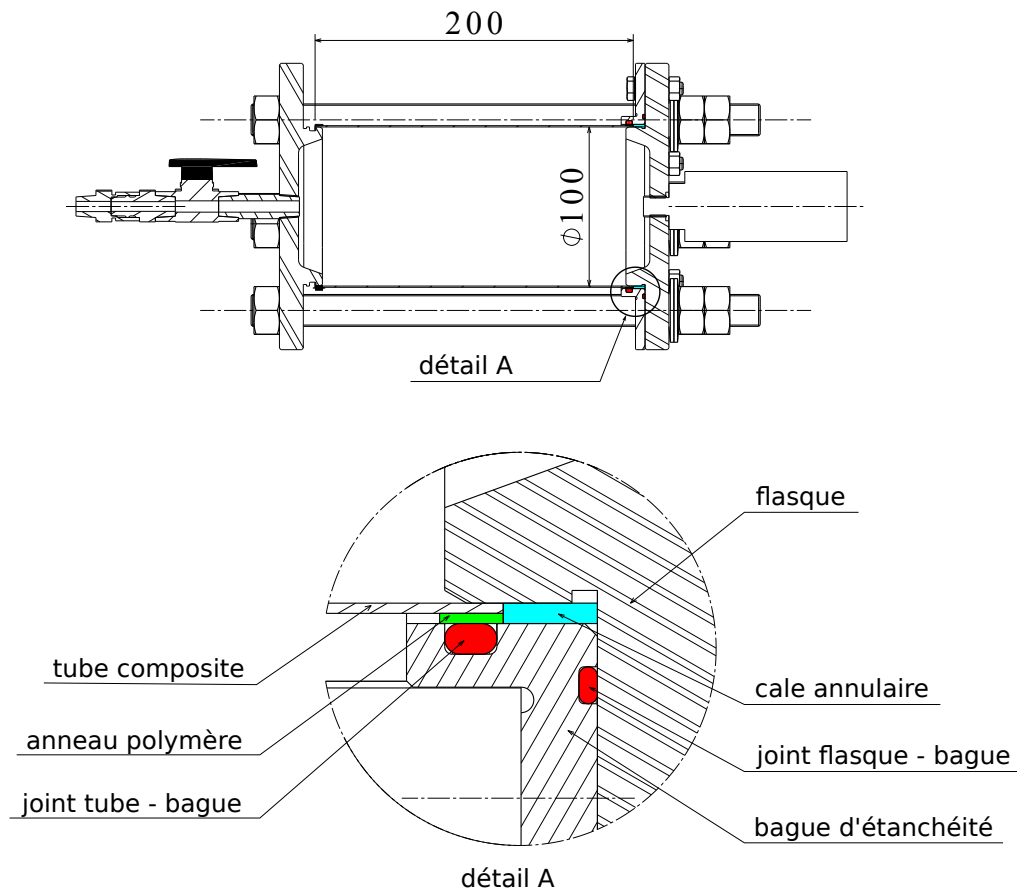


FIGURE 3.4 – Système d’étanchéité sans effet de fond.

Comme le diamètre d’un tube pressurisé augmente avec la pression interne, la manière la plus simple de garder les joints d’étanchéité en contact avec le tube à chaque instant est de les placer à l’extérieur du tube et de les maintenir avec une bague comme le montre la vue en coupe de la Figure 3.4. Le premier rôle de la bague d’étanchéité est de garder le joint torique dans sa gorge. Il faut pour cela s’assurer que l’intervalle entre la bague d’étanchéité et la surface de contact du joint est suffisamment petit pour éviter l’extrusion du joint. L’intervalle maximal acceptable en fonction du diamètre du tore et de la pression est fourni par le fabricant de joints. La bague d’étanchéité doit également avoir une certaine souplesse pour limiter la perturbation du chargement dans le tube. Cette souplesse est obtenue grâce à un module faible du matériau mais aussi grâce à l’élancement de la partie qui reçoit le joint. Une cale annulaire contrôle la position du tube par rapport au joint. Pour ajuster le diamètre externe de différents tubes, un anneau en polymère est collé à l’extrémité du tube. Cet anneau garantit aussi un bon état de surface pour l’étanchéité. L’étanchéité entre la bague d’étanchéité et le flasque est assurée par un deuxième joint torique.

TABLE 3.2 – Paramètres matériau utilisés pour la modélisation par la méthode des éléments finis.

Composant	Matériau	Paramètre matériau									
Cale annulaire	PVC	$E$ 2.45	$\nu$ 0.3								
Bague d'étanchéité et bouchon	PA66	$E$ 1.83	$\nu$ 0.3								
Bague d'étanchéité, bouchon et tube de référence	Alliage d'aluminium	$E$ 70	$\nu$ 0.3								
Tube CFRP homogénéisé par la théorie des stratifiés	[+45/-45] <sub>2</sub>	$E_{\theta\theta}$ 16.58	$E_{xx}$ 16.58	$E_{rr}$ 8.5	$\nu_{xr}$ 0.1	$\nu_{r\theta}$ 0.1	$\nu_{x\theta}$ 0.763	$G_{xr}$ 2.47	$G_{r\theta}$ 2.47	$G_{x\theta}$ 32.21	
	[90/-45/+45/90]	$E_{\theta\theta}$ 70.84	$E_{xx}$ 17.46	$E_{rr}$ 8.5	$\nu_{xr}$ 0.3	$\nu_{r\theta}$ 0.1	$\nu_{x\theta}$ 0.149	$G_{xr}$ 2.43	$G_{r\theta}$ 3.16	$G_{x\theta}$ 15.13	
	unité	GPa	GPa	GPa	-	-	-	GPa	GPa	GPa	

La section suivante décrit comment la bague d'étanchéité qui maintient ces deux joints a été conçue en s'appuyant sur une analyse par la méthode des éléments finis.

### Conception de la bague d'étanchéité par analyse par la méthode des éléments finis

Les paramètres matériau utilisés pour la modélisation par éléments finis des deux montages proposés sont résumés dans la Table 3.2. Les propriétés des deux tubes définissant la gamme de raideur ciblée y sont également précisées.

Un matériau souple, le polymère PA66, a été sélectionné pour la bague d'étanchéité. La bague est constituée d'une collerette permettant de la fixer au flasque, et d'une partie cylindrique qui s'ajuste sur le tube et dans laquelle la gorge du joint est usinée. Une autre gorge est ajoutée dans la partie plane de la collerette pour accueillir le deuxième joint et réaliser l'étanchéité entre le flasque et la bague. La raideur de la bague peut alors être ajustée en adaptant la longueur de la partie cylindrique. Cependant, allonger cette partie augmente aussi la surface de la bague soumise à la pression interne, ce qui a pour effet de la déformer, et ce quelle que soit la raideur du tube testé. Une gorge axiale est donc ajoutée afin de réduire la raideur de la bague sans augmenter la surface soumise à la pression interne.

Les contraintes et déplacements ont été analysés en utilisant une modélisation par éléments finis avec une symétrie de révolution. Le flasque en alliage d'aluminium est supposé infiniment rigide. Les joints, supposés infiniment souples, ne sont pas modélisés. La pression est appliquée sur les surfaces internes délimitées par les joints, comme illustré en Figure 3.5(a). Étant donnée le faible espacement entre les boulons de fixation de la bague d'étanchéité sur le flasque, la liaison boulonnée est modélisée

par une liaison encastrement. Une condition de contact sans frottement avec un jeu initial de 0.05 mm est définie entre la bague d'étanchéité et l'anneau en polymère collé au tube.

Les Figures 3.5(b) et 3.5(c) montrent les champs de déplacements dans la direction radiale pour le tube souple  $[+45/-45]_2$  et le tube rigide  $[90/-45/+45/90]$  pour une pression interne de 2 MPa. Sans surprise, pour le tube souple le jeu entre la bague d'étanchéité et l'anneau polymère reste nul, tandis que ce jeu atteint 0.085 mm pour le tube rigide. Cela est proche du jeu maximal admissible en matière de risque d'extrusion du joint, qui est de 0.09 mm pour un joint dont le diamètre de tore est de 3 mm. Le jeu au niveau du deuxième joint placé entre la bague et le flasque doit aussi être vérifié, en particulier pour le tube souple. Ce jeu est proche de 0.05 mm, ce qui est légèrement moins que le jeu maximum admissible (0.08 mm pour un diamètre de tore de 2 mm).

En ce qui concerne l'effet du chargement induit par la bague sur le tube, la Figure 3.6 représente les composantes de déformation du tube selon l'axe du tube en s'éloignant de l'extrémité du tube, dans le cas du tube souple et pour une pression interne de 2 MPa. L'indice 1 désigne la direction des fibres, et l'indice 2 la direction transverse dans le plan. Afin de souligner l'influence de la rigidité de la bague d'étanchéité, les courbes obtenues avec une bague en alliage d'aluminium sont aussi tracées. Augmenter la rigidité de la bague fait augmenter la longueur sur laquelle le champ de déformations est affecté par le système d'étanchéité, ainsi que la valeur des déformations sur cette longueur, et les déformations de cisaillement hors plan  $\varepsilon_{rx}$ . Ainsi, une bague en aluminium générerait du délaminage et entraînerait prématurément la rupture ou l'apparition de fuites.

On peut montrer que pour une bague en PA66, les déformations dans le plan du stratifié décroissent vers l'extrémité du tube, ce qui permet d'éviter la fissuration transverse à l'interface entre le tube et le système d'étanchéité, ainsi que les erreurs qui en résulteraient lors de la mesure de la perméabilité. La longueur  $L_s$  sur laquelle le champ de déformations est affecté par le système d'étanchéité est délimitée à partir de la déformation en cisaillement plan  $\varepsilon_{12}$  qui est susceptible de générer de la fissuration transverse dans un empilement  $[+45/-45]_2$ . On définit un seuil à 95% de la valeur de  $\varepsilon_{12}$  dans la zone utile du tube, comme tracé en Figure 3.6(a). La longueur d'influence  $L_s$  augmente de 11 mm à 15 mm lorsque le matériau de la bague est l'aluminium au lieu du PA66. Cette analyse est une indication intéressante pour choisir la longueur du tube. Une longueur de 200 mm a été choisie pour les éprouvettes, ce qui limite l'influence du dispositif à une petite zone par rapport à la surface utile du tube.

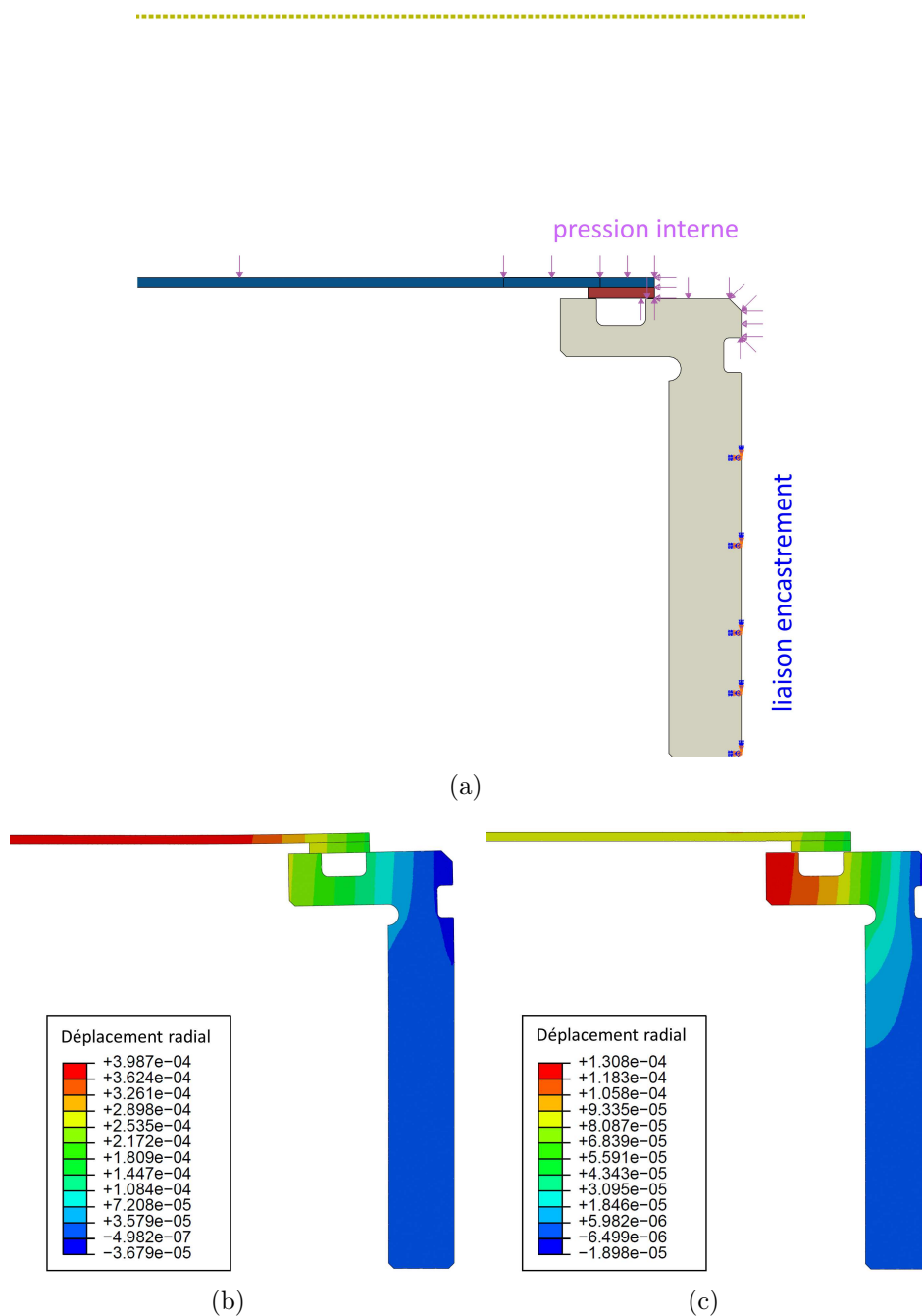


FIGURE 3.5 – Analyse par la méthode des éléments finis du système d’étanchéité sans effet de fond, (a) conditions aux limites, (b) déplacement radial pour le tube souple, (c) déplacement radial pour le tube rigide, déplacements en mètres.

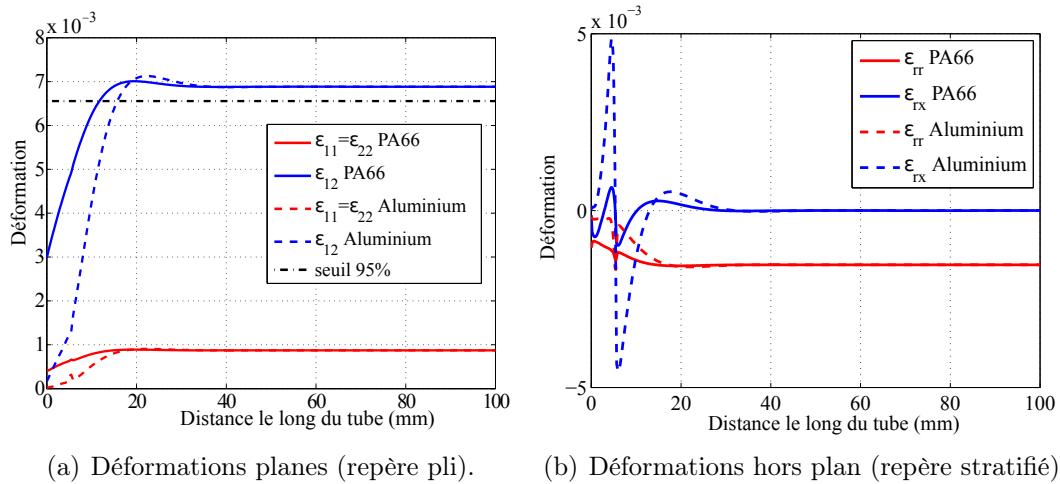


FIGURE 3.6 – Composantes de la déformation le long d’une ligne à mi-épaisseur du tube stratifié pour des bagues d’étanchéité en PA66 et en Aluminium, pour le tube souple et une pression interne de 2 MPa.

On peut conclure que le dispositif sans effet de fond est adapté à des tubes dont les déplacements radiaux sont compris entre 0.04 mm/MPa et 0.2 mm/MPa jusqu’à une pression interne relative de 2 MPa. Si l’on souhaite étendre les performances de ce montage, il devient nécessaire de concevoir une bague d’étanchéité spécifique pour chaque tube à tester. Néanmoins, une pression plus élevée peut être appliquée avec de l’eau en tolérant une fuite pour augmenter le niveau d’endommagement (à condition de ne pas déformer plastiquement la bague d’étanchéité), la perméabilité étant évaluée au gaz dans un deuxième temps, à des pressions plus faibles.

### 3.2.3 Réalisation des fonctions FP3 et FP4 pour le dispositif avec effet de fond et chargement axial

#### Description du dispositif

Le dispositif avec effet de fond, présenté en Figure 3.7, est constitué d’un tube éprouvette fermé par deux fonds faisant office de bouchons. Ces fonds sont équipés l’un du capteur de pression, l’autre d’un raccord et d’une vanne pour l’arrivée du gaz, et tous deux d’un mandrin. Les mandrins sont des tiges filetées dont une extrémité est vissée dans les fonds, et l’autre a été usinée pour s’adapter aux mors de la machine de traction. Les fonds sont fixés à l’intérieur du tube avec un adhésif époxy (A2216). Le dispositif n’est pas démontable, et le corps mort cylindrique en PVC est placé à l’intérieur du tube avant le collage des fonds.

En plus d’assurer la transmission des efforts entre le tube et les fonds, le joint de colle a pour fonction de garantir l’étanchéité du dispositif. La conception et le dimen-

### 3.2. DESCRIPTION ET CONCEPTION DES DISPOSITIFS DE MISE SOUS CHARGE ET DE MESURE DE PERMÉABILITÉ SUR TUBE

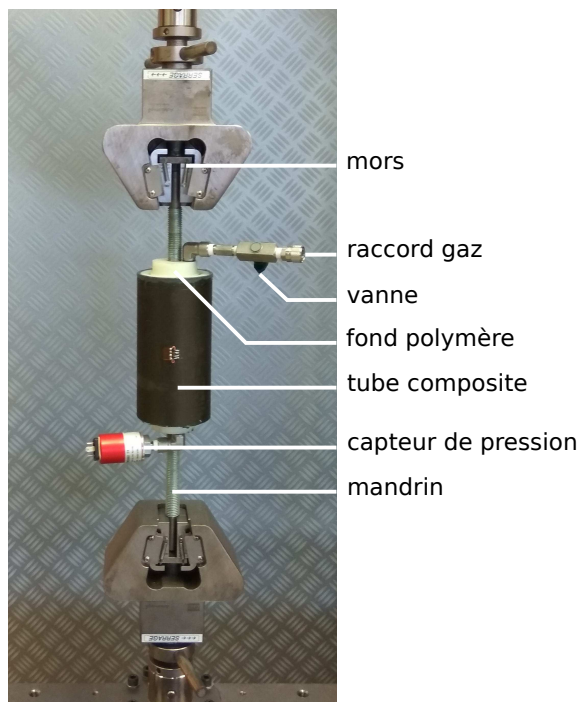


FIGURE 3.7 – Dispositif de mesure de la perméabilité sous chargement de traction axiale et pression avec effet de fond.

sionnement des fonds doivent donc permettre à la fois la maîtrise des perturbations des champs de contraintes ou de déformations induites par les fonds dans le tube, et la tenue du joint de colle. Comme la pression interne entraîne une augmentation du diamètre du tube, et que la traction axiale entraîne par effet Poisson une diminution du diamètre du tube, il est important que les déformations radiales des bouchons accompagnent celles du tube. Pour obtenir la souplesse adéquate, le bouchon est réalisé dans un matériau de faible rigidité et est pourvu de deux gorges qui forment un "S" comme le montre la Figure 3.8. Afin de choisir le matériau (module élastique

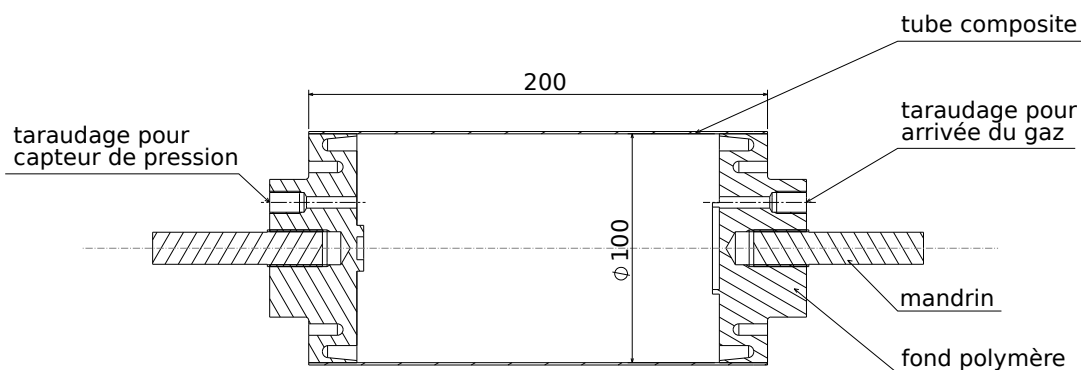


FIGURE 3.8 – Plan du dispositif de mesure de la perméabilité avec effet de fond et sollicitation axiale.



et limite élastique) le plus adapté, et d’optimiser les formes des fonds (élancement, profondeur des gorges, longueur du joint de colle), une analyse par la méthode des éléments finis a été réalisée.

### Conception des fonds par analyse par la méthode des éléments finis

L’objectif du dispositif avec effet de fond est de générer un chargement bi-axial proportionnel ou non afin de tester des configurations représentatives des configurations industrielles constituées de stratifications comportant des plis d’angles différents susceptibles de s’endommager successivement. Dans cette section, à titre d’exemple on propose de charger un tube de stratification [+45/-45/+88/-88] en pression combinée à de la traction axiale, de manière à faire apparaître d’abord des fissures transverses dans les plis à  $\pm 88^\circ$  puis des fissures dans les plis  $\pm 45^\circ$ . Cela permettrait par exemple d’observer si les interactions entre endommagements de plis adjacents favorisent la formation de chemins de fuite.

La cible fixée est donc d’obtenir une déformation transverse de 1% dans les plis à  $\pm 88^\circ$ . En considérant une pression interne de 5 bars adaptée à la mesure de perméabilité et compte tenu du diamètre et de la rigidité du tube, cela représente un effort axial de 40 kN.

La Figure 3.9(a) montre les conditions de chargement imposées au dispositif. La jonction filetée avec le mandrin n’est pas représentée explicitement dans la simulation. Le diamètre des tiges filetées est choisi le plus grand possible, mais l’encombrement dû au raccord de gaz et au capteur de pression le limite au diamètre M20. La tenue de cette jonction est donc pilotée par la sur-épaisseur centrale des fonds. Un critère d’arrachement des filets du taraudage a été utilisé [Guillot, 1997]. Les résistances à l’arrachement pour le capteur de pression et la vanne d’arrivée du gaz ont également été vérifiées. Dans la simulation, la jonction collée entre les fonds et le tube est représentée par une zone cohésive dont le comportement élastique est défini par le module élastique de l’adhésif et l’épaisseur visée d’adhésif. La dégradation du joint de colle n’est pas représentée.

Les paramètres matériau utilisés pour la simulation du dispositif avec effet de fond sont ceux définis précédemment dans la Table 3.2. Les simulations sont réalisées pour un tube de stratification [+45/-45/+88/-88]. La géométrie présentée sur la Figure 3.8 est le résultat de plusieurs itérations réalisées dans le but de minimiser à la fois les perturbations sur les champs de déformations du tube et l’état de sollicitation du joint de colle, mais également d’assurer la tenue des fonds. Comme pour la bague d’étanchéité, en raison de son module d’élasticité faible et de sa déformation à la limite élastique élevée, pour le matériau nous avons opté pour du PA66. La forme

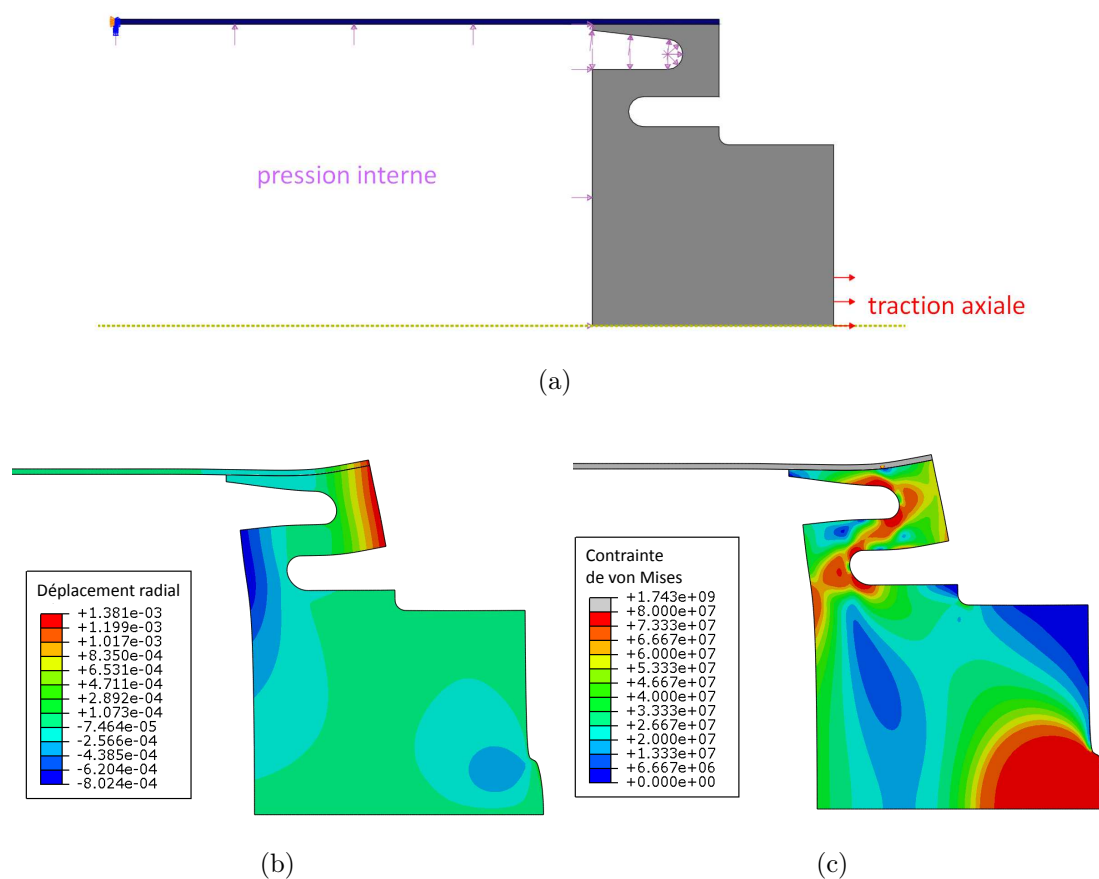


FIGURE 3.9 – Analyse par la méthode des éléments finis des fonds pour le tube [+45/-45/+88/-88], (a) conditions aux limites, (b) déplacement radial (m), (c) contrainte de von Mises (Pa).

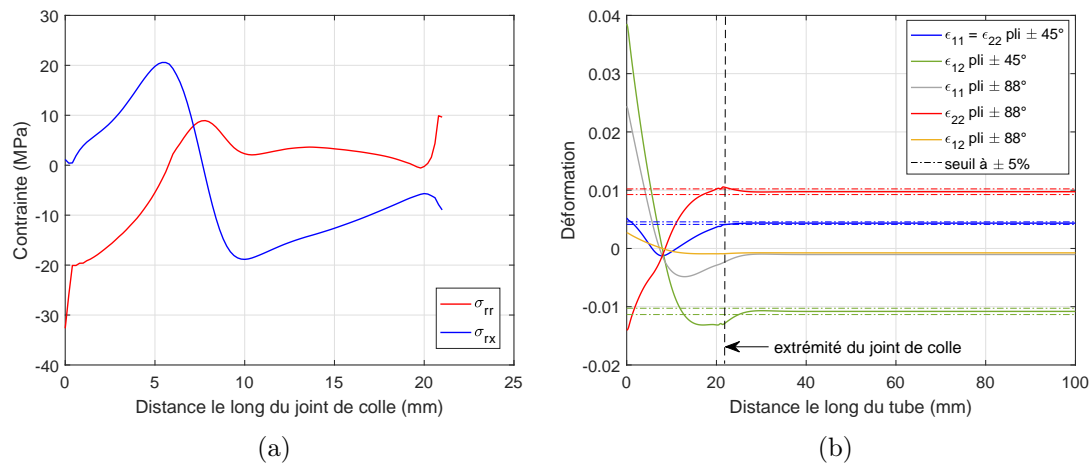


FIGURE 3.10 – Résultats de l’analyse des fonds, (a) contrainte de von Mises dans le joint de colle, (b) déformations le long du tube dans les plis d’orientation  $\pm 45^\circ$  et  $\pm 88^\circ$ .

du fond donne de la souplesse radiale qui limite les effets sur le tube comme le montrent les Figures 3.9(b) et 3.9(c). La Figure 3.9(c) montre que le bouchon, de limite élastique 70 MPa, plastifie localement dans les rayons de raccordement sans affecter le comportement du bouchon.

Les déformations dans le plan du stratifié dans les plis à  $\pm 45^\circ$  et à  $\pm 88^\circ$  sont tracées sur la Figure 3.10(b). L’apparition des endommagements et en particulier des fissures transverses est liée aux déformations transverses et de cisaillement dans le plan, qui doivent donc être analysées pour chacune des deux orientations. Pour les plis à  $\pm 88^\circ$ , on observe un léger dépassement de la déformation transverse  $\epsilon_{22}$  en amont de l’extrémité du joint de colle. La déformation de cisaillement est très faible dans la zone courante et le reste dans la zone de jonction. Concernant les plis à  $\pm 45^\circ$ , la déformation transverse diminue progressivement tandis que la déformation de cisaillement présente un dépassement assez important en amont de l’extrémité du joint de colle. Ce dépassement pouvant engendrer une densité d’endommagement plus importante près des bouchons, il conviendra d’observer si les points de fuite sont plus nombreux dans cette zone et éventuellement d’en tenir compte lors de l’analyse des résultats. Comme pour le montage sans effet de fond, la longueur des perturbations générées par le montage sur les déformations dans le plan doit être évaluée. Le choix de la stratification fait que dans la zone courante, trois déformations impactent l’endommagement :  $\epsilon_{22}$  dans les plis à  $\pm 88^\circ$ , et  $\epsilon_{22}$  et  $\epsilon_{12}$  dans les plis à  $\pm 45^\circ$ . On a donc tracé un seuil à  $\pm 5\%$  pour ces trois déformations. On peut dire que les champs sont perturbés jusqu’à 4 mm après la fin de la jonction collée, ce qui représente seulement 5% de la longueur libre du tube.

La Figure 3.10(a) représente les contraintes normales ( $\sigma_{rr}$ ) et de cisaillement ( $\sigma_{rx}$ ) dans le joint de colle. On peut identifier deux zones critiques. La première se situe à l'extrémité côté intérieur et la seconde se situe à un tiers de la longueur du joint. Dans les deux zones la contrainte normale est positive et voisine de 10 MPa et elle est accompagnée d'une contrainte de cisaillement d'environ 10 MPa. Ces valeurs peuvent être, en théorie, supportées par l'adhésif, mais le PA66 étant difficile à coller, la tenue du joint nécessite une préparation de surface adaptée. Un échange avec la société RESCOLL a permis de définir un protocole de collage constitué d'un traitement plasma de la surface à coller des fonds et un cycle de polymérisation qui tient compte du fort coefficient de dilatation thermique du PA66. En effet, même si l'augmentation de la température de polymérisation permet d'accroître les performances de l'adhésif, dans notre application elle engendre un état de contrainte résiduelle de traction dans l'adhésif. Le cycle de polymérisation comporte donc un premier palier à 20°C de 3 jours, puis un second palier à 35°C de 2 jours. Les essais de mise au point de ce dispositif sont en cours, aucun résultat ne sera donc présenté pour ce dispositif dans ce chapitre.

### 3.3 Méthode de mesure de la perméabilité, protocole et traitement des mesures

#### 3.3.1 Méthode de mesure

La méthode de mesure utilisée ici est similaire à la méthode quasi-stationnaire de Jannot et Lasseux [Jannot and Lasseux, 2012] mentionnée en Section 1.3, à la différence que les variations de pression sont mesurées sur la pression amont  $p_0$  au lieu de la pression aval  $p_1$ , et la paroi aval, c'est à dire l'extérieur du tube, est exposée à la pression atmosphérique donc  $p_1 = p_{atm}$ . Les conditions aux limites en résultant sont exprimées ci-après. D'après la conservation de la masse, la loi de Darcy avec l'effet Klinkenberg (Équations 1.5 et 1.8), la loi des gaz parfaits, et en considérant que les pores du matériau sont déjà remplis de gaz, l'équation de quasi-diffusion s'écrit :

$$\frac{\partial^2(p(x, t) + b)^2}{\partial x^2} = 0 \quad (3.4)$$

avec une condition aux limites constante à l'aval :

$$p(x = e, t) = p_1 \quad (3.5)$$

où  $e$  désigne l'épaisseur de la paroi (m),

et une autre condition aux limites quasi-stationnaire à l'amont :

$$p(x = 0, t) = p_0(t) \quad (3.6)$$

ce qui donne :

$$\frac{dp_0(t)}{dt} = \frac{1}{2} \frac{S}{\mu V_0} k_{int} \frac{\partial}{\partial x} (p(x, t) + b)^2 \text{ en } x = 0 \quad (3.7)$$

où  $V_0$  désigne le volume utile de gaz du contenant amont ( $\text{m}^3$ ).

Ce problème a pour solution analytique l'équation suivante :

$$(p(x, t) + b)^2 = \frac{2\mu e V_0}{S k_{int}} \frac{dp_0(t)}{dt} x + (p_1 + b)^2 \quad 0 \leq x \leq e \quad (3.8)$$

On obtient ainsi une expression de la diminution de pression dans le contenant amont qui s'écrit :

$$\frac{dp_0(t)}{dt} = \frac{S}{\mu V_0} k_{int} ((p_1 + b)^2 - (p_0(t) + b)^2) \quad (3.9)$$

À condition que la variation de  $p_0(t)$  sur l'intervalle de temps  $t \in [t_A; t_B]$  reste petite comparée à la pression initiale  $p_0(t_A)$ ,  $dp_0(t)/dt$  peut être considéré constant et égal à la pente  $\alpha$  de la régression linéaire de  $p_0(t)$  sur l'intervalle  $[t_A; t_B]$ . Les pressions internes linéarisées sont notées  $\tilde{p}(t)$ , en omettant l'indice "0" pour alléger la notation. Après intégration, la résolution de l'Équation 3.4 amène à l'expression suivante pour la perméabilité intrinsèque du matériau  $k_{int}$  :

$$k_{int} = \frac{2\mu e V_0}{S} \frac{\alpha}{(p_0(t_A) + b)^2 - (p_1 + b)^2} \quad (3.10)$$

$$\text{avec } \alpha = \frac{\Delta p_0}{\Delta t} = \frac{\tilde{p}(t_B) - \tilde{p}(t_A)}{t_B - t_A} \quad (3.11)$$

où  $A$  et  $B$  désignent le début et la fin de la mesure,  $\Delta p_0$  est la perte de pression obtenue par régression linéaire sur l'intervalle de temps  $\Delta t = t_B - t_A$ , et  $\tilde{p}(t)$  sont les pressions issues de la régression linéaire.

Si l'on considère que l'effet Klinkenberg est négligeable, ce qui se traduit par

un coefficient de Klinkenberg  $b$  négligeable devant la pression appliquée, on mesure alors la perméabilité effective, et celle-ci est donnée par :

$$k = \frac{2\mu e V_0}{S} \frac{\alpha}{p_0(t_A)^2 - p_1^2} \quad (3.12)$$

Pour faire apparaître la pression relative qui sera la grandeur mesurée, on peut également exprimer  $k$  sous la forme suivante :

$$k = \frac{2\mu e V_0}{S} \frac{\alpha}{(p_0(t_A) - p_1)^2 + 2p_1(p_0(t_A) - p_1)} \quad (3.13)$$

Si l'effet Klinkenberg est effectivement négligeable, c'est à dire si le libre parcours moyen des molécules de gaz est petit devant la taille des pores ou l'ouverture des fissures, la perméabilité apparente  $k$  est alors approximativement égale à la perméabilité intrinsèque  $k_{int}$ . En pratique,  $k_{int}$  est déterminée pour une valeur de pression amont  $p_0$  élevée par rapport à la valeur attendue pour le coefficient  $b$  à l'aide de l'Équation 3.13, et  $b$  est ensuite déterminé en utilisant des mesures pour des pressions  $p_0$  plus faibles. Il est aussi possible de déterminer directement les paramètres  $k_{int}$  et  $b$  en les ajustant par rapport aux résultats expérimentaux, à condition que  $k_{int}$  et  $b$  restent constants en fonction des sollicitations sur le tube.

À partir de l'Équation 3.12, et en fixant tous les autres paramètres, on peut tracer le temps de mesure  $\Delta t$  nécessaire pour obtenir un  $\Delta p_0$  donné en fonction de la valeur initiale de la pression interne absolue  $p_0(t_A)$ . Cette évolution est représentée en Figure 3.11 pour quatre valeurs différentes de la perméabilité  $k$ , en imposant une perte de pression  $\Delta p_0 = 2 \cdot 10^4$  Pa = 0.2 bar cohérente vis-à-vis de la précision des capteurs de pression, et avec des paramètres semblables à ceux des essais réalisés sur les tubes : la viscosité dynamique de l'azote à 25°C  $\mu_{N_2}(298K) = 1.78 \cdot 10^{-5}$  Pa.s, un volume de gaz  $V_0 = 5 \cdot 10^{-4}$  m<sup>3</sup>, une épaisseur de tube  $e = 0.8$  mm, une surface extérieure  $S = 0.13$  m<sup>2</sup> (pour un tube de diamètre 100 mm et de longueur 200 mm), et une pression extérieure  $p_1 = 1.013 \cdot 10^5$  Pa. La Figure 3.11 met en évidence le fait que plus la perméabilité est faible, plus la pression interne initiale ou le temps de mesure doivent être élevés pour obtenir une perte de pression mesurable. À titre indicatif, la perméabilité d'un matériau composite sain est de l'ordre de  $10^{-23}$  m<sup>2</sup>. Soulignons de plus que, comme la pression interne est susceptible de générer de l'endommagement dans les tubes et donc de changer la perméabilité du tube, il n'est pas pertinent d'appliquer une pression de 20 bars pour mesurer la perméabilité initiale du tube. Il est donc nécessaire, pour les perméabilités très faibles, d'imposer une pression interne modérée, par exemple 5 bars en pression absolue, et de mesurer l'évolution de la pression sur une durée d'au moins 10 jours. Il est également possible

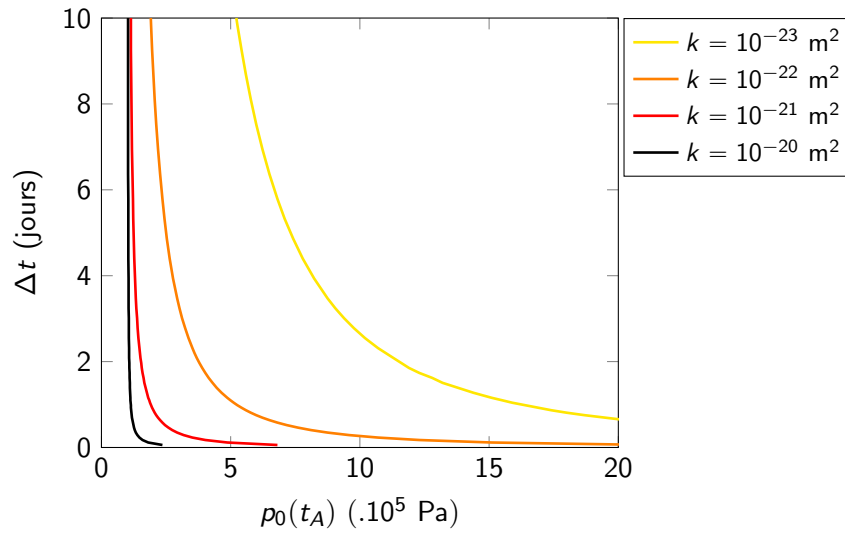


FIGURE 3.11 – Durée de mesure  $\Delta t$  nécessaire pour obtenir une perte de pression  $\Delta p_0 = 0.2 \cdot 10^5$  Pa en fonction de la valeur initiale de la pression interne  $p_0(t_A)$ , pour quatre valeurs de la perméabilité  $k$ .

d’agir sur le choix du capteur, et notamment sur sa gamme de mesure, pour réduire l’incertitude de mesure et ainsi pouvoir mesurer des pertes de pressions plus faibles. Il est aussi envisageable de calculer une perméabilité maximale à partir de l’absence de perte de pression et de la durée de la mesure. L’incertitude sur cette perméabilité sera alors d’autant plus petite que la durée de la mesure aura été grande.

### 3.3.2 Acquisition et traitement des données

#### Protocole de mesure

Pour réaliser les mesures de perméabilité, le dispositif est d'abord connecté à la bouteille de gaz comprimé. Cette dernière est équipée d'un limiteur de pression, ce qui permet de régler la pression interne du tube (pression amont  $p_0$ ) facilement. La vanne du dispositif est ensuite fermée et la bouteille déconnectée. La mesure de la pression est alors lancée. Celle-ci doit être suffisamment longue pour détecter une baisse de pression dans le tube. Pendant que l'on mesure les variations de la pression, les points de fuite peuvent être comptés et localisés sur la surface extérieure du tube à l'aide d'un spray de détection de fuite moussant. À la fin de l'étape de mesure, les données sont traitées afin d'en extraire la perte de pression au cours du temps ainsi que la pression initiale  $p_0(t_A)$ .

Après chaque étape de mesure, le dispositif peut être réglé à une pression inférieure pour examiner l'effet de la fermeture des fissures sur la perméabilité, ou bien à une pression supérieure pour permettre le développement d'endommagement et la création de nouveaux chemins de fuite.

#### Traitement des données

Les données expérimentales sont la pression relative  $p_0 - p_1$  au cours du temps, et la température. La pression est segmentée en morceaux sur lesquels son évolution est linéaire. Ces segments sont définis par une perte de pression au maximum égale à 5% de la pression initiale du segment considéré  $p_0(t_A)$ . La perte de pression  $\Delta p_0 = \tilde{p}_0(t_B) - \tilde{p}_0(t_A)$  de chaque segment est mesurée par régression linéaire entre  $t_A$  et  $t_B$ . Ceci permet de rester dans le cadre d'un écoulement quasi-stationnaire.

Comme le montre la Figure 3.12, quelques points (moins de 0.1%) sont très loin de la valeur moyenne de la pression à  $\pm 0.2$  MPa. Cependant, l'écart type du signal est similaire à l'incertitude nominale du capteur. Dans la mesure où la distribution des mesures tracée en Figure 3.12(b) semble symétrique, un filtre Gaussien est appliqué pour réduire ce bruit. La fréquence d'acquisition des données et la largeur du filtre Gaussien sont ajustés en fonction du niveau de perméabilité.

La pression filtrée est utile pour mettre en valeur d'éventuels phénomènes inattendus et améliorer la définition des segments. Le filtrage n'a pas d'incidence sur les régressions linéaires. La Figure 3.13 illustre la définition des segments et des régressions linéaires à partir de la pression filtrée. Lorsque la pente de la pression varie, la linéarisation sur chaque segment a pour conséquence que les différents segments ne sont pas forcément jointifs.



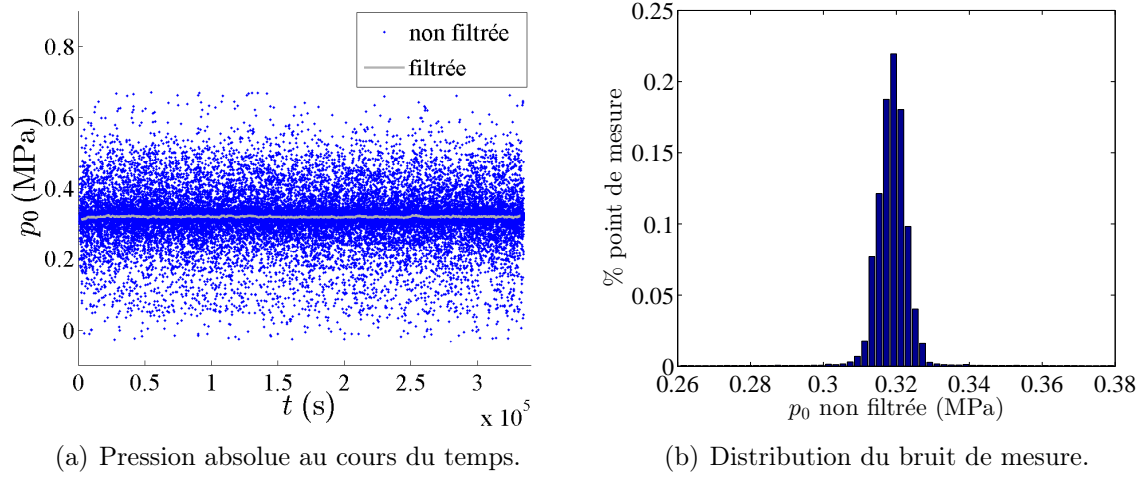


FIGURE 3.12 – Mesure de pression non filtrée.

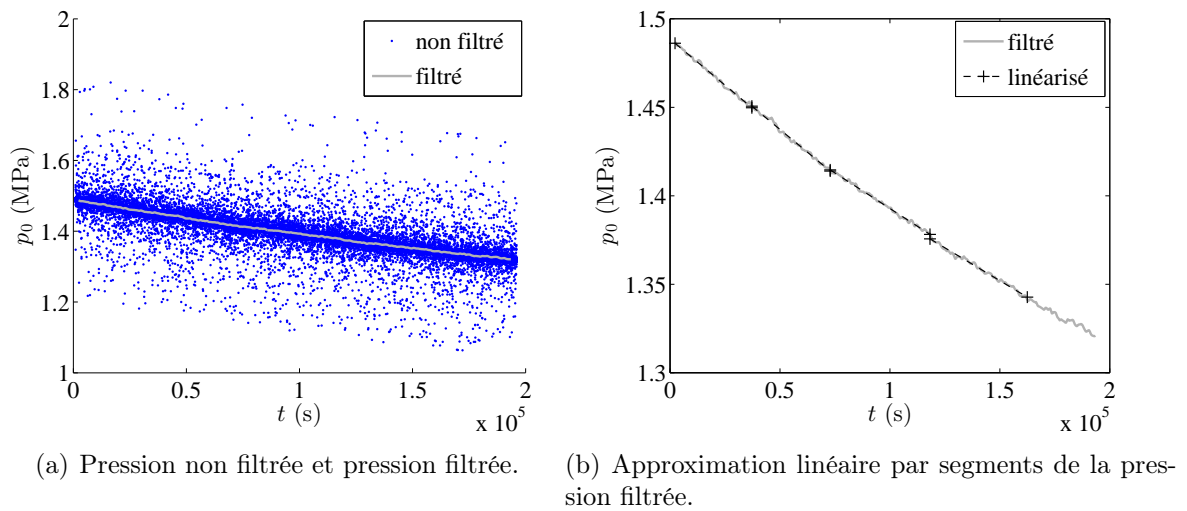


FIGURE 3.13 – Définition des segments pour la linéarisation de la pression.

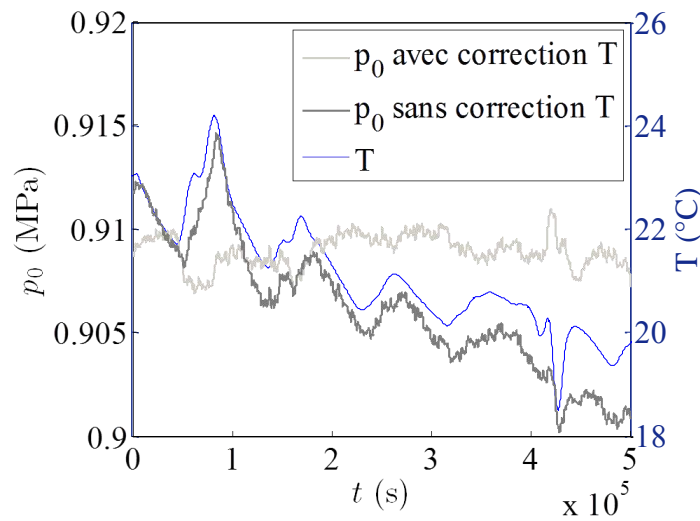


FIGURE 3.14 – Pressions filtrées et température au cours du temps, durée de la mesure : 6 jours.

Dans le cas où les variations de température durant une mesure sont importantes, l'évolution de la pression filtrée est directement impactée. Elle doit alors être corrigée en appliquant la loi des gaz parfaits à chaque instant : la température réelle est utilisée pour calculer la pression équivalente pour une température constante. La Figure 3.14 montre les courbes de température et de pression filtrée mesurées, ainsi que celle de la pression après correction à l'aide de la température mesurée. On constate que l'allure de la température et de la pression non corrigée sont similaires, et que la correction de la pression aplatit les pics qui correspondaient aux variations de température jour/nuit, et compense aussi la baisse de pression causée par la baisse de température moyenne qui s'est produite au cours des six jours de mesure. Les segments sont définis sur la pression filtrée après correction des variations de température.

Ensuite, l'Équation 3.12 est appliquée à chaque segment pour obtenir la perméabilité apparente  $k$  du matériau présentée dans la Table 3.3. Il est intéressant de noter qu'avec cette méthode il est possible d'obtenir plusieurs valeurs de perméabilité pour différentes pressions en ne réglant la pression interne du tube qu'une seule fois.

TABLE 3.3 – Valeurs de perméabilité obtenues à partir de la Figure 3.13.

$p_0(t_a)$ (MPa)	1.488	1.415	1.345
$k$ ( $m^2$ )	$11.1 \cdot 10^{-23}$	$9.9 \cdot 10^{-23}$	$9.7 \cdot 10^{-23}$

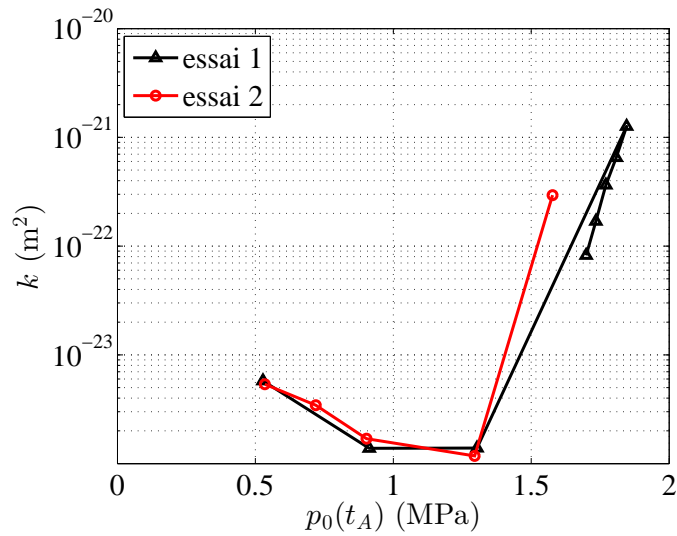


FIGURE 3.15 – Mesure de la perméabilité pour le tube en aluminium.

### 3.3.3 Perméabilité du dispositif lui même et validation de la conception

Afin d'évaluer la perméabilité intrinsèque au dispositif de mesure et valider les mesures de perméabilité, des essais ont été réalisés sur un tube d'aluminium de 1.8 mm d'épaisseur, et 200 mm de long. Ce tube est considéré comme imperméable. Les résultats obtenus pour deux essais sont tracés en Figure 3.15. La première fuite localisée et significative apparaît soudainement entre 1.4 et 1.6 MPa. Cette valeur relativement faible ( $< 2$  MPa) peut s'expliquer par la raideur du tube en aluminium qui est plus importante que celle du tube rigide utilisé dans la Section 3.2.2. Il n'a en effet pas été possible d'usiner un tube en aluminium plus fin tout en respectant les spécifications géométriques. Le spray de détection de fuite de gaz montre que la fuite est localisée entre la bague d'étanchéité et le tube. La simulation par la méthodes des éléments finis réalisée avec les propriétés du tube en aluminium testé est en accord avec la pression et le lieu auxquels la fuite s'est déclarée. Les résultats obtenus avec le tube en aluminium sont donc cohérents et valident la conception du dispositif. Avant l'apparition de la première fuite localisée, la perméabilité est comprise entre  $10^{-24}$  m<sup>2</sup> et  $10^{-23}$  m<sup>2</sup>, ce qui est suffisamment adapté pour identifier l'effet sur la perméabilité des premières fuites induites par l'endommagement du tube composite.

### 3.3.4 Évaluation des incertitudes

Le système d'étanchéité est considéré comme étanche au niveau des joints toriques pour la gamme de 0 à 20 bars en pression relative, pour des tubes dont la raideur est comprise entre celles des tubes de stratifications [90/-45/+45/90] et [+45/-45]<sub>2</sub>. La démarche de conception assure aussi qu'aucun endommagement prématuré ne se produit aux extrémités du tube testé. Ces deux points peuvent être vérifiés en appliquant le détecteur de fuites sur le tube et le dispositif. La procédure de détection de fuites est décrite dans la Section 3.4.2.

L'incertitude de la mesure de perméabilité provient des variations du volume de gaz utile et de l'estimation de la surface effectivement traversée par le gaz, ainsi que de la mesure de pression. L'évaluation de ces variations et de leur effet sur l'incertitude de la mesure est détaillée ci-dessous.

L'incertitude relative de  $k$  associée à chaque source d'incertitude  $X_i$  s'écrit :

$$\frac{\delta k}{k} = \sum_i \frac{\partial k(X_i)}{\partial X_i} \frac{\delta X_i}{k} \quad (3.14)$$

où les variables  $X_i$  sont la viscosité dynamique  $\mu$ , l'épaisseur du tube  $e$ , le volume effectif de gaz  $V_0$ , la surface effective de perméation  $S$ , la pente  $\alpha$  liée à la perte de pression, la pression atmosphérique  $p_1$ , et la pression relative  $(p_0(t) - p_1)$ .  $\delta X_i$  désigne l'incertitude associée à la grandeur  $X_i$ . Les dérivées partielles de  $k$ , exprimées à l'aide des Équations 3.11 et 3.12 ou 3.13 sont :

$$\frac{\partial k}{\partial \mu} = \frac{2eV_0}{S} \frac{\alpha}{p_0(t_A)^2 - p_1^2} \quad (3.15)$$

$$\frac{\partial k}{\partial e} = \frac{2\mu V_0}{S} \frac{\alpha}{p_0(t_A)^2 - p_1^2} \quad (3.16)$$

$$\frac{\partial k}{\partial V_0} = \frac{2e\mu}{S} \frac{\alpha}{p_0(t_A)^2 - p_1^2} \quad (3.17)$$

$$\frac{\partial k}{\partial S} = -\frac{2e\mu V_0}{S^2} \frac{\alpha}{p_0(t_A)^2 - p_1^2} \quad (3.18)$$

$$\frac{\partial k}{\partial (p_0(t_A) - p_1)} = -\frac{2e\mu V_0}{S} \frac{2\alpha p_0(t_A)}{[(p_0(t_A) - p_1)^2 + 2p_1(p_0(t_A) - p_1)]^2} \quad (3.19)$$

$$\frac{\partial k}{\partial p_1} = \frac{2e\mu V_0}{S} \frac{2\alpha p_1}{[p_0(t_A)^2 - p_1^2]^2} \quad (3.20)$$

$$\frac{\partial k}{\partial \alpha} = \frac{2e\mu V_0}{S} \frac{1}{p_0(t_A)^2 - p_1^2} \quad (3.21)$$

L'incertitude  $\delta\mu$  est calculée à partir de l'effet des variations de la température sur  $\mu$ . L'incertitude sur l'épaisseur vient du procédé de fabrication du tube et est :  $\delta e/e = \pm 5\%$  pour l'enroulement filamentaire,  $\delta e/e = \pm 10\%$  pour le placement de fibre si les *gaps* sont mal maîtrisés. L'incertitude  $\delta V_0$  est obtenue en évaluant les déformations induites par la pression sur le tube et le cylindre plein en PVC. L'incertitude  $\delta S$  dépend de la longueur de tube impactée par la bague d'étanchéité, qui est comprise entre 0 et 11 mm, comme déterminé à la Section 3.2.2, et des déformations radiales du tube. La variation maximale pour la pression atmosphérique est de  $\delta p_1 = \pm 1500 Pa$  (en cas de brusque changement des conditions météorologiques). La pression interne  $p_0 - p_1$  est sujette à l'effet de la température, et à la dérive du capteur. L'incertitude  $\delta\alpha$  sur la pente de la régression linéaire dépend de l'incertitude  $\delta(\tilde{p}(t_B) - \tilde{p}(t_A))$  de la variation de pression due aux variations de la température  $T$ , et de  $\delta(t_B - t_A)$ . Elle est obtenue par un calcul différentiel de la même manière que pour  $\delta p$  dans l'Équation 3.14 :

$$\delta\alpha = \frac{\delta(\tilde{p}(t_B) - \tilde{p}(t_A))}{t_B - t_A} - \frac{\tilde{p}(t_B) - \tilde{p}(t_A)}{(t_B - t_A)^2} \delta(t_B - t_A) \quad (3.22)$$

Comme  $\delta(t_B - t_A)$  est négligeable comparée à la durée de la mesure  $(t_B - t_A)$ ,

$$\frac{\delta\alpha}{\alpha} = \frac{\delta(\tilde{p}(t_B) - \tilde{p}(t_A))}{\tilde{p}(t_B) - \tilde{p}(t_A)} \quad (3.23)$$

L'incertitude de la mesure de pression liée aux variations de température est obtenue en appliquant la loi des gaz parfaits, avec  $n$  la quantité de matière (en mol), considérée constante au même titre que le volume  $V_0$ , et  $R$  la constante universelle des gaz parfaits :

$$p_0(t, T) = \frac{nRT}{V_0} \quad (3.24)$$

$$\frac{\delta p_0(t, T)}{p_0(t, T)} = \frac{\delta T}{T} \quad (3.25)$$

En l'absence de mesure de température, l'amplitude maximale de variation de la température à l'intérieur d'un bâtiment non climatisé et sur une durée d'une semaine

a été prise égale à  $\delta T = \pm 4K$ . Lorsque la température est suivie au cours de l'essai, cette incertitude se réduit à  $\delta T = \pm 1K$ , bien que la mesure de température soit plus précise que cela, car il s'agit seulement de la température à la surface du tube, et pas de la température du gaz à l'intérieur du tube. Les deux pressions  $\tilde{p}(t_A)$  et  $\tilde{p}(t_B)$  peuvent être sujettes à cette variation de température, ce qui mène à l'expression suivante pour l'incertitude sur la perte de pression :

$$\delta(\tilde{p}(t_B) - \tilde{p}(t_A)) = \frac{\delta T}{T} \tilde{p}(t_A) + \frac{\delta T}{T} \tilde{p}(t_B) \sim 2 \frac{\delta T}{T} \tilde{p}(t_A) \quad (3.26)$$

Ce calcul montre que l'incertitude sur la perméabilité mesurée est essentiellement pilotée par l'incertitude sur l'estimation de la pente  $\alpha$ . En effet le paramètre  $\alpha$  dépend directement de la perte de pression, qui pour les perméabilités faibles est très petite (respecter le critère de 5% demanderait des temps de mesure supérieurs à la semaine pour mesurer une perméabilité  $k = 10^{-23} \text{ m}^2$ ). Les variations de la température ambiante engendrent alors des variations de pression du même ordre de grandeur que cette perte de pression. L'incertitude introduite par les variations de température peut être réduite en relevant la température tout au long de l'essai et en corrigeant la valeur de la pression mesurée à l'aide de la loi des gaz parfaits.

Pour finir, rappelons que cette incertitude n'inclut pas l'évaluation des fuites dues aux défaut d'étanchéité du montage. Il est donc indispensable de contrôler la validité de cette hypothèse pour chaque point de mesure. Dans le cas où cette hypothèse ne serait pas vérifiée, le débit de fuite lié aux points de fuite du tube est alors surévalué. Les mesures sont donc conservatives et exploitables. La borne supérieure de la mesure de perméabilité reste valable, seule la borne inférieure de la mesure est invalidée par la présence de défauts d'étanchéité. Déterminer sa valeur nécessiterait d'isoler et de quantifier le débit de fuite associé aux défauts, ce qui est techniquement délicat voire impossible. C'est pourquoi on préférera signaler les points de mesure pour lesquels des fuites du système d'étanchéité ont été observées.

## 3.4 Utilisation du dispositif sans effet de fond pour deux tubes composites

### 3.4.1 Paramètres expérimentaux

Deux tubes composites ont été testés, tous deux de 100 mm de diamètre intérieur, 200 mm de long, et contenant un volume utile de gaz  $V = 5.6 \cdot 10^{-4} \text{ m}^3$ . Le gaz utilisé est l'azote. Les deux tubes sont de stratification [+45/-45/+45/-45], mais

les matrices et le procédé de fabrication utilisés diffèrent pour chaque tube. Le premier est constitué de fibre de carbone T700GC pré-imprégnée d'une matrice époxy UF3325 et fabriqué par enroulement filamentaire. Son épaisseur est de  $e = 0.8 \cdot 10^{-3}$  m. La cuisson a été réalisée à 120°C. Le second tube a été fabriqué par placement de fibre automatisé avec des mèches de pré-imprégné à fibre de carbone T700 et matrice M21, comme décrit à la Section 2.1. Son épaisseur est de  $e = 1.05 \cdot 10^{-3}$  m. La cuisson a été réalisée en autoclave, ce qui réduit la taille et le nombre des porosités, à une température de 180°C. Pour cette séquence d'empilement, le chargement de pression génère des contraintes de cisaillement plan dans la direction des plis, ce qui est susceptible d'entraîner de la fissuration transverse en mode II.

Afin de distinguer l'effet du nombre de chemins de fuite de celui de leur ouverture, il est nécessaire d'effectuer des cycles de pressurisation. Chaque pression maximale appliquée  $p_0^{max}$  détermine l'état d'endommagement, et donc le nombre de chemins de fuite. Cela signifie qu'aucun chemin de fuite ne peut apparaître pour les pressions inférieures à  $p_0^{max}$ . Ainsi, la pression est réglée successivement à différentes pressions maximales  $p_0^{max}$ , permettant le développement d'endommagement et l'apparition progressive de chemins de fuite dans le tube. À ce moment là, les points de fuite sont localisés et comptés sur la surface extérieure du tube. Après cela, entre chaque application d'une pression maximale, la pression est réduite et plusieurs mesures de perméabilité sont réalisées, ne générant pas d'endommagement et permettant donc d'évaluer l'effet du niveau d'ouverture des fissures sur la perméabilité.

Pour le tube fabriqué par enroulement filamentaire, les valeurs maximales appliquées pour la pression absolue sont les suivantes : 1.3, 1.5, 1.6, 1.7, 1.9, 2.1 MPa. Pour le tube fabriqué par placement de fibre, la pression a été augmentée progressivement jusqu'à 2.74 MPa.

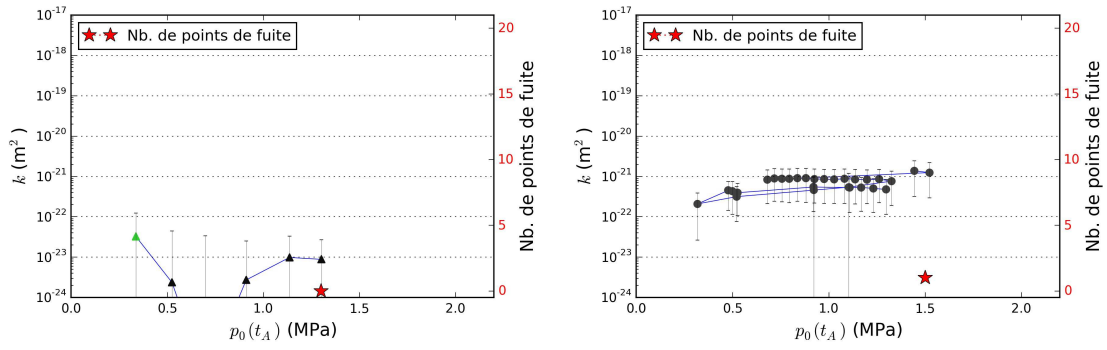
### 3.4.2 Résultats et analyse

#### Mesures sur le tube fabriqué par enroulement filamentaire

Les mesures de perméabilité et le nombre de points de fuite relevés durant l'essai sur le tube bobiné sont tracés en Figure 3.16. Les Figures 3.16(a), 3.16(b), 3.16(c) et 3.16(d) représentent les mesures effectuées pour différents niveaux de pression maximale, c'est à dire pour un état d'endommagement donné. La Figure 3.16(e) rassemble tous les chargements appliqués. Le trait reliant les points indique l'ordre chronologique des différentes mesures. Les mesures exploitées pour obtenir cette courbe représentent une durée d'essai d'un mois et demi.

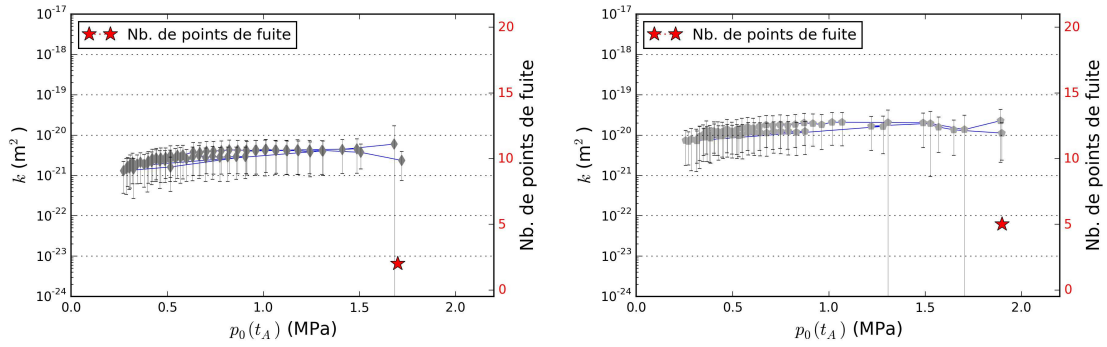
Les valeurs de perméabilité ont été obtenues en appliquant l'Équation 3.12 qui

### 3.4. UTILISATION DU DISPOSITIF SANS EFFET DE FOND POUR DEUX TUBES COMPOSITES



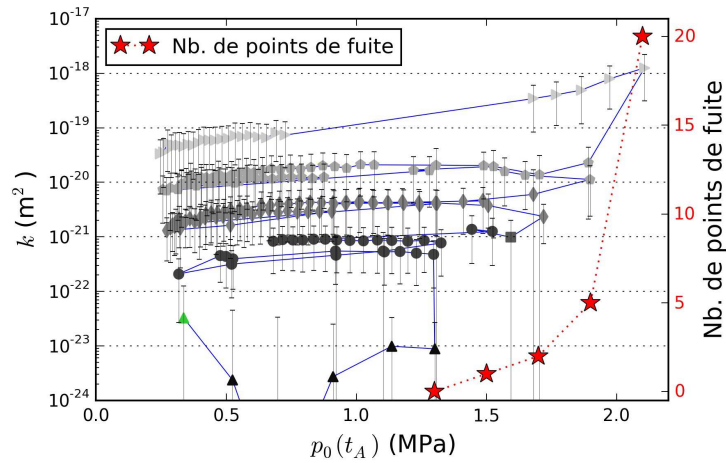
(a) Mesures pour  $p_0^{max} = 1.3$  MPa.

(b) Mesures pour  $p_0^{max} = 1.5$  MPa.



(c) Mesures pour  $p_0^{max} = 1.7$  MPa.

(d) Mesures pour  $p_0^{max} = 1.9$  MPa.



$k$	
▲ ▲	$p_0^{max} = 1.3$ (20.7 jours)
● ●	$p_0^{max} = 1.5$ (11.2 jours)
■ ■	$p_0^{max} = 1.6$ (0.1 jours)
◆ ◆	$p_0^{max} = 1.7$ (8.0 jours)
◇ ◇	$p_0^{max} = 1.9$ (1.7 jours)
▷ ▷	$p_0^{max} = 2.1$ (0.2 jours)

(e) Ensemble des mesures pour toutes les pressions maximales  $p_0^{max}$  appliquées.

FIGURE 3.16 – Mesure de la perméabilité  $k$  et du nombre de points de fuite en fonction de la pression absolue  $p_0(t_A)$  dans un tube de diamètre 100 mm, de longueur 200 mm et de séquence d'empilement [+45/-45/+45/-45], fabriqué par enroulement filamentaire.



ne tient pas compte de l'effet Klinkenberg. La Figure 3.16 représente donc l'évolution de la perméabilité apparente. La pression ayant un effet à la fois sur l'ouverture des fissures et sur le libre parcours moyen des molécules de gaz, le coefficient de Klinkenberg  $b$  n'est pas constant et il n'est pas possible d'isoler l'effet Klinkenberg. Cependant, en s'appuyant sur le nombre de Knudsen (Équation 1.4) calculé à partir du libre parcours moyen de l'azote et de l'ouverture des fissures, on a montré dans la Section 1.3.1 que l'effet Klinkenberg devient négligeable pour des pressions supérieures à  $10^5$  Pa dès que l'ouverture des fissures dépasse  $5 \mu\text{m}$ , ce qui sera en pratique toujours le cas dans une structure endommagée et chargée mécaniquement. Dans ce cas, la perméabilité apparente correspond à la perméabilité intrinsèque du matériau endommagé. Si le cahier des charges requiert une perméabilité telle qu'aucun point de fuite ne peut être toléré, le coefficient de Klinkenberg et la perméabilité intrinsèque du matériau vierge d'endommagement peuvent être évalués grâce aux premiers points de mesure.

La perméabilité initiale, à l'exception du premier point, est inférieure à  $10^{-23} \text{ m}^2$ . Cette valeur est cohérente avec l'amplitude des fuites inhérentes au dispositif évaluées avec le tube en aluminium (Figure 3.15), ainsi qu'avec la littérature : sur des plaques minces ( $e \approx 1 \text{ mm}$ ) de stratifiés peu poreux, Jannot et Lasseux ont mesuré  $k = 10^{-23} \text{ m}^2$  pour un composite verre-époxy [Jannot and Lasseux, 2012], et Malenfant a mesuré  $10^{-24} < k < 10^{-23} \text{ m}^2$  pour un composite carbone-époxy (M21-T700) [Malenfant, 2012]. La diminution de la perméabilité au début de l'essai peut être attribuée à une réduction des fuites du dispositif résultant de la pression poussant les extrémités du tube sur les joints. Les résultats de l'analyse aux éléments finis corroborent cette hypothèse. Pour le premier point de la courbe, marqué par un triangle vert, la perméabilité est donc susceptible d'être sur-évaluée, car les fuites du dispositif participent à la perte de pression mesurée.

L'augmentation de la perméabilité avant l'apparition du premier chemin de fuite peut être liée à de l'endommagement à l'échelle microscopique, à savoir des décohésions fibre-matrice et de la microfissuration matricielle. De si petites variations de perméabilité sont délicates à mesurer et ne sont pas significatives vis à vis de notre objectif. L'incertitude de mesure pour les très faibles perméabilités est comprise entre 100% et 800% de la valeur de la perméabilité. En fait, les valeurs de perméabilité extrêmement faibles ( $\leq 10^{-24}$ ) sont associées à des bornes supérieures de  $10^{-24}$  ou  $10^{-23}$ . Pour ces points là, seule la partie supérieure de la barre d'incertitude est tracée. Pour les valeurs de perméabilité plus importantes, l'incertitude chute à 60%. Ces incertitudes peuvent sembler élevées, mais elles sont acceptables au regard de l'augmentation de la perméabilité de plusieurs ordres de grandeur qui se produit à

l'apparition des fuites.

L'identification de la localisation des points de fuite est illustrée en Figure 3.17. Plusieurs photographies sont prises avec un court intervalle de temps pendant quelques minutes, ce qui permet par comparaison des images d'exclure les nuages de mousse parfois présents initialement pour identifier avec certitude toute fuite dans le tube ou dans la surface d'étanchéité. Aucune fuite n'a été constatée au niveau des joints ou aux extrémités du tube. Les points de fuite se forment préférentiellement aux croisements de mèches d'orientations différentes.

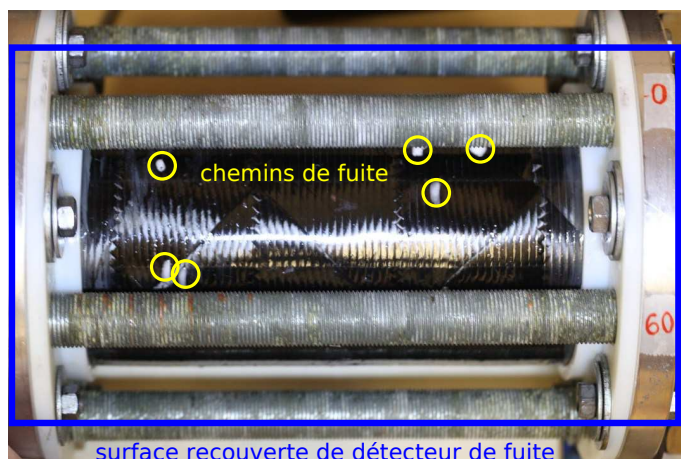


FIGURE 3.17 – Détection des fuites sur le tube et le système d'étanchéité.

Pour chaque nouvelle étape de chargement, c'est à dire quand la pression est réglée à une nouvelle valeur maximale, la perméabilité augmente de presque un ordre de grandeur, tandis que le nombre de points de fuite augmente lentement, de 1 à 20 pour des valeurs de perméabilité allant de  $4 \cdot 10^{-22} \text{ m}^2$  à  $1 \cdot 10^{-18} \text{ m}^2$ . Quand la pression est réduite après endommagement du tube, la perméabilité augmente tout d'abord légèrement (NB : l'échelle logarithmique aplatit les courbes), en dépit de la fermeture des fissures à laquelle on s'attend en diminuant le chargement. Cela peut être dû au comportement visqueux de la stratification  $[+45/-45]_2$  qui retarde l'ouverture et la fermeture des fissures. Après ce délai, les fissures commencent à se fermer et la perméabilité diminue. De plus, si le tube est maintenu un certain temps à la pression de mesure (en l'alimentant en azote), les phénomènes visqueux vont entraîner une légère augmentation de l'ouverture des fissures, ce qui aura pour conséquence d'augmenter la perméabilité du tube. Ce phénomène explique que deux valeurs différentes de perméabilité puissent être obtenues pour un cas de chargement (pression interne et pression maximale identiques), comme on l'observe sur les Figures 3.16(c) et 3.16(d). À faible pression, le tube ne retrouve pas sa perméabilité initiale. Cela concorde avec une fermeture partielle des fissures due aux

contraintes résiduelles d'origine thermo-mécanique causées par le refroidissement après la polymérisation à 120°C [Lubineau, 2008, Bois et al., 2014], et aux déformations de cisaillement irréversibles spécifiques aux stratifications de type [+45/-45] [Ladeveze and Lubineau, 2002].

### Mesures sur le tube fabriqué par placement de fibres automatisé

Les résultats obtenus pour le tube fabriqué par placement de fibre sont tracés en Figure 3.18. Les perméabilités mesurées avant l'apparition de points de fuite sont toutes inférieures à  $10^{-23}$  m<sup>2</sup>, mis à part les mesures pour lesquelles des fuites ont été détectées au niveau des joints d'étanchéité. Ces dernières sont signalées par un marqueur vert. Comme pour le tube précédent, les très faibles valeurs de perméabilité ( $< 10^{-25}$ ) ne sont représentées que par la partie supérieure de leur barre d'incertitude. Le premier chemin de fuite a été détecté pour une pression de 2.70 MPa, et un deuxième à 2.75 MPa. À partir de 2.5 MPa en pression absolue (2.4 MPa en pression relative), la bague d'étanchéité subit des déformations irréversibles très importantes, et l'étanchéité n'a pas pu être rétablie, même à des pressions plus faibles. La borne supérieure des points de mesure avec fuite du montage donne donc la borne supérieure de la perméabilité du tube pour ces mesures. On relève que pour le premier point de fuite, à  $p_{max} = 27.0$  MPa, la perméabilité est de  $1.7 \cdot 10^{-22} \pm 0.6 \cdot 10^{-22}$  m<sup>2</sup>.

Les deux clichés de la Figure 3.19, pris à 10 secondes d'intervalle, montrent la croissance des nuages de mousse sur les points de fuite. On remarque que les deux points de fuite sont situés à des croisements de *gaps* interbande comme celui observé dans l'épaisseur du stratifié sur la Figure 2.3 au Chapitre 2.

### Commentaires sur les deux tubes testés

Les résultats des mesures sur les deux tubes ne sont pas comparables quantitativement car les matrices, les épaisseurs de pli, et le procédé de fabrication sont différents. Rappelons que de plus, le tube fabriqué par placement de fibres a été polymérisé en autoclave, ce qui n'est pas le cas du tube bobiné. L'observation des microstructures des tubes montre que le tube AFP a un taux de porosité quasiment nul ( $< 0.5\%$  en fraction volumique) tandis que le tube bobiné présente un taux de porosité plus important ( $> 3\%$ ).

Le tube fabriqué par placement de fibre qui présente moins de défauts que le tube bobiné (porosités et croisements de mèches), et dont la matrice a un comportement moins fragile, fuit beaucoup plus tardivement. La localisation des chemins de fuite suggère que les défauts de la structure, induits par les procédés de fabrication, pilotent à la fois la localisation et le seuil d'apparition des chemins de fuite. Comme

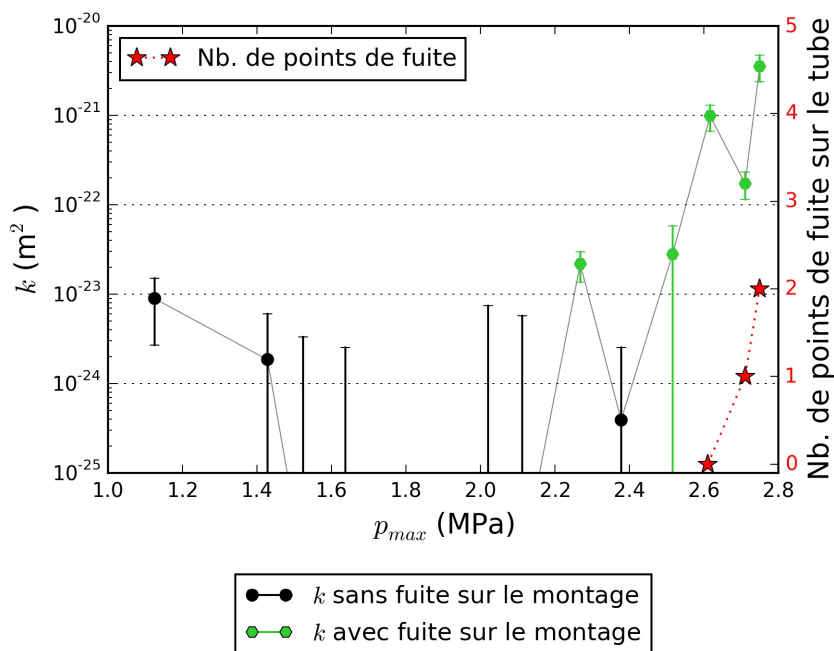
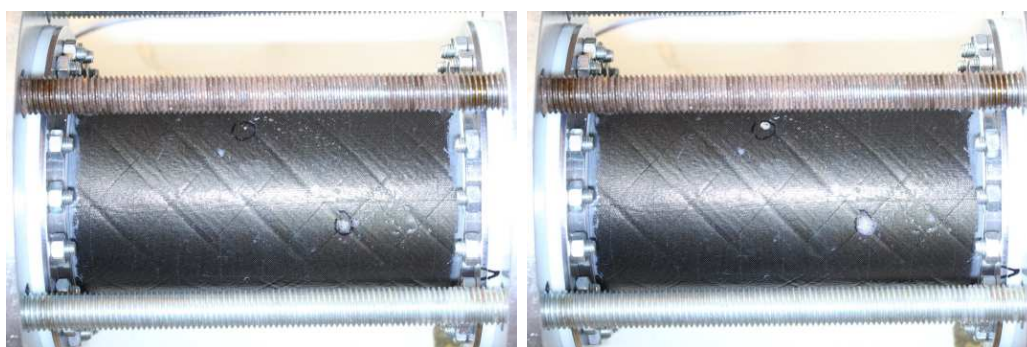


FIGURE 3.18 – Mesure de la perméabilité  $k$  et du nombre de points de fuite en fonctions de la pression interne maximale  $p_{max}$  appliquée, tube de diamètre 100 mm, de longueur 200 mm et de séquence d'empilement [+45/-45/+45/-45], fabriqué par placement de fibre automatisé. Les points de mesures ont tous été obtenus pour une pression interne absolue de 1.1 MPa (11 bars).



(a) Photo à l'instant  $t$ .

(b) Photo à l'instant  $t + 10$  s.

FIGURE 3.19 – Évolution des nuages de bulles sur les deux points de fuite ( $p_{max} = 2.75$  MPa).

on l'a vu au Chapitre 2, la stratification testée avec les deux tubes, [+45/-45/+45/-45], est peu sensible à la fissuration transverse. Les défauts favoriseraient donc la percolation en déclenchant l'apparition dans tous les plis de fissures regroupées et bien connectées à travers l'épaisseur du stratifié.

### 3.5 Conclusion sur la caractérisation de la perméabilité et du nombre de points de fuite

Dans ce chapitre, deux dispositifs expérimentaux et une méthode de mesure ont été proposés pour évaluer la perméabilité sous charge d'un matériau en utilisant des éprouvettes tubulaires. Le premier dispositif est dédié à la caractérisation de la perméabilité sous chargement mono-axial, et le deuxième permet de caractériser la perméabilité sous chargement bi-axial proportionnel ou non. La conception des systèmes d'étanchéité s'appuie sur des analyses par la méthode des éléments finis et vise à ajuster les déformations radiales des systèmes d'étanchéité à celles des tubes testés, ce qui permet de maîtriser les déformations et l'état de contrainte dans les éprouvettes, et de garantir l'étanchéité des dispositifs jusqu'aux chargements visés. Comme la surface extérieure du tube testé est accessible, les dispositifs proposés rendent possible la quantification et la localisation des points de fuite. Les deux dispositifs sont prévus pour des raideurs de tube prédéfinies, mais peuvent être adaptés à d'autres gammes de raideur en ré-itérant la démarche présentée pour le dimensionnement.

Les performances du dispositif sans effet de fond ont permis d'évaluer de manière satisfaisante la perméabilité des matériaux sains pour les deux tubes composites testés. Au vu des résultats obtenus le dispositif sans effet de fond permet de mettre en évidence et de quantifier le lien entre le nombre de chemins de fuite et l'augmentation de la perméabilité du stratifié. Les résultats mettent en évidence la participation des défauts à la formation de réseaux de fissures traversant toute l'épaisseur du stratifié, et l'augmentation importante de la perméabilité liée à l'apparition des premiers chemins de fuite.

Le dispositif avec effet de fond et traction axiale n'a pas encore pu être validé expérimentalement, mais malgré les difficultés de mise en œuvre, il est prometteur pour valider des stratifications de réservoirs sous chargement bi-axial non proportionnel.

Ce chapitre montre également toutes les précautions qu'il est nécessaire de mettre en œuvre pour obtenir une mesure fiable de perméabilité basée sur la mesure d'une chute de pression. Par rapport au comptage de molécules d'hélium par spectro-métrie, qui est la méthode utilisée dans la majorité des travaux de la littérature

### 3.5. CONCLUSION SUR LA CARACTÉRISATION DE LA PERMÉABILITÉ ET DU NOMBRE DE POINTS DE FUITE

---

appliqués aux stratifiés, la méthode de mesure proposée ici présente le double avantage d'être applicable avec n'importe quel gaz et de ne pas nécessiter de confinement de l'éprouvette.



# Chapitre 4

## Modélisation de la formation des réseaux de fissures pour la prédiction des chemins de fuite

### Sommaire

---

<b>4.1</b>	<b>Stratégie de modélisation</b>	<b>111</b>
<b>4.2</b>	<b>Modèle d'endommagement basés sur la mécanique de la rupture</b>	<b>114</b>
4.2.1	Modélisation des effets de l'endommagement sur la rigidité	114
4.2.2	Lois d'évolution de l'endommagement	116
<b>4.3</b>	<b>Exemples de la réponse du modèle</b>	<b>122</b>
<b>4.4</b>	<b>Prise en compte de l'effet de la variabilité sur les cinétiques d'endommagement</b>	<b>124</b>
<b>4.5</b>	<b>Interactions entre plis et agencement des fissures</b>	<b>129</b>
4.5.1	Effet des interactions sur les seuils et les cinétiques	129
4.5.2	Effet des interactions sur l'agencement des fissures transverses et la formation de chemins de fuite	130
4.5.3	Proposition d'un modèle pour prédire les croisements de fissures et chemins de fuite potentiels	131
<b>4.6</b>	<b>Bilan de la modélisation</b>	<b>133</b>

---

### 4.1 Stratégie de modélisation

La modélisation doit fournir des informations sur la morphologie des endommagements : pour décrire des réseaux de fissures, la perte de raideur ne suffit pas. Le Chapitre 1 a montré que les approches adaptées étaient la mécanique de la rupture avec une représentation explicite des fissures, et la mécanique de l'endommagement



avec une approche multi-échelles pour que la morphologie des endommagements soit intégrée dans les variables d'endommagement. On exclut donc les modèles dans lesquels les endommagements sont traduits uniquement par des pertes de raideur.

Comme on l'a vu dans le Chapitre 1, l'approche par la mécanique de la rupture peut être mise en œuvre :

- soit avec des méthodes qui nécessitent de pré-supposer le ou les trajets de fissuration avec des éléments finis classiques, en calculant le taux de restitution d'énergie par déboutonnage ou perturbation des nœuds, ou en utilisant des éléments cohésifs ;
- soit avec des éléments enrichis X-FEM qui permettent l'apparition des fissures sans pré-supposer leur position, la localisation nécessite alors d'introduire de la variabilité dans les propriétés matériau de la structure.

Dans tous les cas, l'approche explicite requiert des maillages fins et des temps de calcul élevés en comparaison des approches mésoscopiques. Une stratégie basée sur la mécanique de la rupture où les endommagements sont représentés explicitement n'est donc pas adaptée à la conception d'une structure composite, en particulier lorsqu'elle est de taille importante, que sa stratification comporte de nombreux plis et que l'objectif est d'optimiser l'orientation et l'épaisseur des couches en évaluant des dizaines ou des centaines de configurations.

L'utilisation d'un modèle mésoscopique construit à travers une approche multi-échelles est beaucoup plus adaptée à cet objectif. Le modèle proposé dans ce chapitre s'appuie sur ce type d'approche, et plus précisément sur l'approche proposée par [Huchette, 2005, Bois et al., 2014]. Cette approche est basée sur une représentation de la morphologie des endommagements dans une cellule élémentaire qui, par homogénéisation, permet d'obtenir le comportement mésoscopique. Un simple calcul élastique, sur un ensemble de configurations représentatives des états d'endommagement envisageables, permet d'obtenir la perte de raideur homogénéisée. Concernant l'évolution des endommagements, il est possible d'utiliser des essais expérimentaux ou numériques. Expérimentalement, il s'agit de quantifier les endommagements pour différents niveaux de chargement et d'identifier des lois phénoménologiques. Numériquement, en réalisant des simulations par la méthode des éléments finis sur les cellules élémentaires et en utilisant la mécanique de la rupture pour décrire la propagation des fissures de manière explicite, on peut identifier des lois par régression. Mais il est également possible d'utiliser la relation entre la raideur de la cellule élémentaire et les taux d'endommagement pour piloter l'évolution des endommagements en utilisant la mécanique de la rupture finie.

Lors de la définition des cellules élémentaires représentatives de l'état d'en-

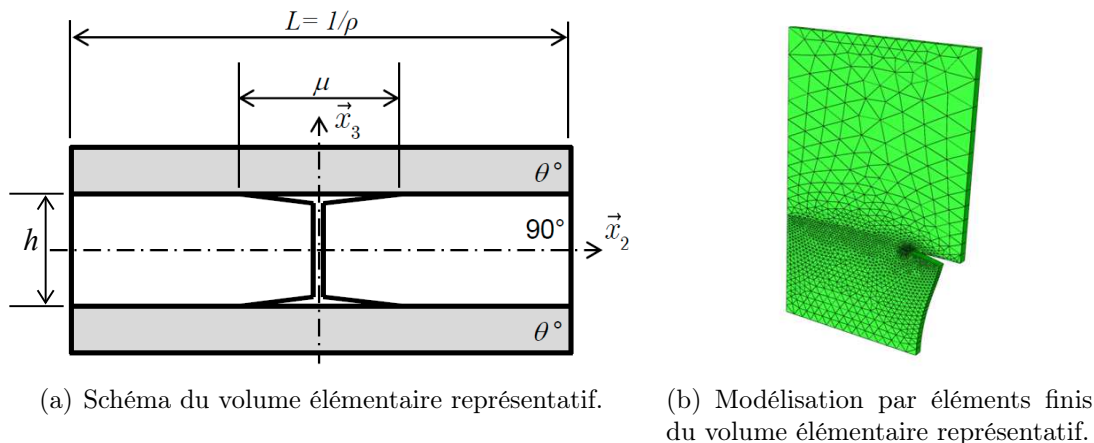


FIGURE 4.1 – Volume élémentaire représentatif pour l’identification des effets de l’endommagement [Bois et al., 2014, Huchette, 2005].

dommagement, un choix doit être fait sur la finesse de description de la morphologie des endommagements. Dans la littérature [Ladevèze and Lubineau, 2003, Huchette, 2005] [Bois et al., 2014], cette morphologie est représentée par une densité de fissures transverses  $\rho$  et une longueur de microdélaminage  $\mu$ , comme le montre la Figure 4.1. En supposant que le motif est périodique, la cellule élémentaire se limite alors à un pli endommagé comportant une fissure, entouré par des plis sains. Par ailleurs, la longueur des fissures est supposée très grande devant l’épaisseur de la couche, ce qui permet de traiter le problème en deux dimensions. Avec ces hypothèses, l’agencement des fissures et leurs interactions ne sont donc pas représentés. La prise en compte de l’agencement et des interactions nécessiterait une cellule avec au moins deux plis endommagés, et un nombre important de paramètres pour décrire une morphologie d’endommagement qui peut conduire à différents agencements comme ceux illustrés par les Figures 2.12 et 2.26.

Le nombre de configurations à simuler pour traiter l’ensemble des combinaisons envisageables devient alors considérable. Une alternative consiste à introduire directement l’effet de l’agencement et des interactions de manière phénoménologique sur la base des observations expérimentales. C’est cette voie que nous avons retenue dans ces travaux, même si au vu de la difficulté à obtenir des résultats expérimentaux pour un grand nombre de configurations (cf Chapitre 2), la solution réside sans doute dans la combinaison de l’approche numérique et de l’approche expérimentale pour identifier l’effet des agencements et des interactions. Les résultats expérimentaux pourraient alors être utilisés pour réduire l’espace des configurations envisageables lors des simulations.

Le modèle proposé dans la suite de ce chapitre s’appuie sur les résultats expérimentaux du Chapitre 2. Les variables que l’on sait caractériser expérimentalement et

qui peuvent être utilisées comme descripteurs des réseaux de fissures et des chemins de fuite sont les suivantes :

- le taux de fissuration transverse ;
- le taux de croisement de fissures ;
- le taux de microdélaminage en pointe de fissure transverse ;
- le nombre de points de fuite (sorties des chemins de fuite).

De plus, les éléments suivants ont été identifiés comme à prendre en compte dans la modélisation :

- la variabilité des propriétés mécaniques liée à la présence de défauts ;
- les interactions entre les endommagements de différents plis :
  - leur effet sur les seuils et les cinétiques d'endommagement,
  - et leur effet sur l'agencement des fissures transverses ;
- la connectivité des croisements, qui fait le lien entre le nombre de croisements et le nombre de points de fuite.

À la différence de l'approche multi-échelles proposée par Huchette [Huchette, 2005], nous proposons des lois d'évolution basées sur l'énergie de fissuration et la mécanique de la rupture finie (FFM pour *Finite Fracture Mechanics*). La construction de ces lois d'évolution fait l'objet de la seconde section de ce chapitre. La réponse du modèle est illustrée dans la troisième section. Le choix de lois d'évolution basées sur la physique permet de prendre en compte les effets statistiques observés au Chapitre 2 directement via une variabilité des paramètres matériau du modèle d'endommagement. La quatrième section de ce chapitre porte sur l'implémentation de cette variabilité. Pour finir, l'interaction entre les plis et l'agencement des fissures sont traités dans la cinquième section.

## 4.2 Modèle d'endommagement basés sur la mécanique de la rupture

### 4.2.1 Modélisation des effets de l'endommagement sur la rigidité

Les effets de l'endommagement sur les propriétés élastiques sont modélisés par une augmentation de souplesse  $\Delta \underline{\underline{S}}$ , et sont identifiés numériquement par l'approche multi-échelles développée par Huchette *et al.* [Huchette, 2005, Huchette et al., 2006]. En pratique,  $\Delta \underline{\underline{S}}$  est évaluée par homogénéisation sur une série de cellules élémentaires représentatives (Figure 4.1) couvrant une large gamme d'états d'endommagement  $(\bar{\rho}, \bar{\mu})$ . Le tenseur des souplesses  $\underline{\underline{S}}$  relie les déformations et les contraintes

homogénéisées selon l'expression suivante :

$$\underline{\underline{\varepsilon}} - \underline{\underline{\varepsilon}}_{th} = \underline{\underline{S}} : \underline{\underline{\sigma}} = (\underline{\underline{S}}^0 + \Delta \underline{\underline{S}}) : \underline{\underline{\sigma}} \quad (4.1)$$

où les déformations et les contraintes sont notées :

$$\underline{\underline{\varepsilon}} = \begin{pmatrix} \varepsilon_{11} \\ \varepsilon_{22} \\ \sqrt{2} \varepsilon_{12} \end{pmatrix} \text{ et } \underline{\underline{\sigma}} = \begin{pmatrix} \sigma_{11} \\ \sigma_{22} \\ \sqrt{2} \sigma_{12} \end{pmatrix} \quad (4.2)$$

et  $\underline{\underline{S}}^0$  est le tenseur initial des souplesses :

$$\underline{\underline{S}}^0 = \begin{bmatrix} \frac{1}{E_1^0} & -\frac{\nu_{12}^0}{E_1^0} & 0 \\ -\frac{\nu_{12}^0}{E_1^0} & \frac{1}{E_2^0} & 0 \\ 0 & 0 & \frac{1}{2G_{12}^0} \end{bmatrix} \quad (4.3)$$

Huchette a montré que la réponse obtenue pour  $\Delta S$  peut se mettre sous la forme suivante :

$$\Delta \underline{\underline{S}} = \underline{\underline{S}} - \underline{\underline{S}}^0 = \bar{\rho} \underline{\underline{H}}(\bar{\rho}, \bar{\mu}) \quad (4.4)$$

où  $\underline{\underline{H}}(\bar{\rho}, \bar{\mu})$  est le tenseur des effets de l'endommagement et s'écrit :

$$\underline{\underline{H}}(\bar{\rho}, \bar{\mu}) = \underline{\underline{H}}_1^{\bar{\rho}} + \bar{\rho} \underline{\underline{H}}_2^{\bar{\rho}} + \bar{\mu} \underline{\underline{H}}^{\bar{\mu}} \quad (4.5)$$

Les composantes du tenseur des effets de l'endommagement  $\underline{\underline{H}}_1^{\bar{\rho}}$ ,  $\underline{\underline{H}}_2^{\bar{\rho}}$ , et  $\underline{\underline{H}}^{\bar{\mu}}$  ont été identifiées dans [Huchette, 2005] pour le matériau de notre étude (M21/T700), et sont utilisées ici comme paramètres du modèle d'endommagement.

Chaque tenseur d'effet de l'endommagement  $\underline{\underline{H}}_1^{\bar{\rho}}$ ,  $\underline{\underline{H}}_2^{\bar{\rho}}$  et  $\underline{\underline{H}}^{\bar{\mu}}$  peut s'écrire sous la forme suivante :

$$\underline{\underline{H}}_y^x = \begin{bmatrix} 0 & 0 & 0 \\ 0 & h_{22}^{xy} S_{22}^0 & 0 \\ 0 & 0 & h_{66}^{xy} S_{66}^0 \end{bmatrix} \quad (4.6)$$

avec  $x \in [\bar{\rho}, \bar{\mu}]$  et  $y \in [\emptyset, 1, 2]$ .

## 4.2.2 Lois d'évolution de l'endommagement

Pour décrire l'évolution des méso-endommagements (fissuration transverse et microdélaminage), nous proposons de construire les lois d'évolution du mésomodèle d'endommagement sur un double critère en énergie et en résistance, comme proposé dans la mécanique de la rupture finie [Leguillon, 2002]. Les deux critères doivent être vérifiés pour que les fissures transverses apparaissent. Pour le microdélaminage, la pointe de fissure transverse générant une concentration forte de contraintes, le critère en résistance est donc considéré comme vérifié inconditionnellement.

### Critère en énergie

Comme proposé par Nairn [Nairn, 2000], il s'agit d'appliquer le critère de Griffith qui consiste à comparer l'énergie restituée lors de la création d'endommagement et l'énergie de fissuration. Le taux de restitution d'énergie par unité d'endommagement à l'échelle mésoscopique est calculé à partir de la relation liant le tenseur des souplesses aux variables d'endommagement mésoscopiques (Équations 4.1 et 4.4). On définit les deux forces thermodynamiques  $y_{\bar{\rho}}$  et  $y_{\bar{\mu}}$  associées aux variables d'endommagement  $\bar{\rho}$  et  $\bar{\mu}$  en dérivant l'énergie libre volumique de Helmholtz :

$$\Psi = \frac{1}{2} \underline{\sigma} : \underline{S} : \underline{\sigma} \quad (4.7)$$

En utilisant le tenseur des souplesses endommagé défini par les Équations 4.1 et 4.4, on obtient  $y_{\bar{\rho}}$  et  $y_{\bar{\mu}}$  :

$$\begin{aligned} y_{\bar{\rho}} &= \frac{\partial \Psi}{\partial \bar{\rho}} = \frac{1}{2} \left[ \underline{\sigma} : \frac{\partial}{\partial \bar{\rho}} (\underline{S}^0 + \Delta \underline{S}) : \underline{\sigma} \right] \\ y_{\bar{\rho}} &= \frac{1}{2} \left[ (h_{22}^{\bar{\rho}1} + 2\bar{\rho} h_{22}^{\bar{\rho}2} + \bar{\mu} h_{22}^{\bar{\mu}}) S_{22}^0 \sigma_{22}^2 + (h_{66}^{\bar{\rho}1} + 2h_{66}^{\bar{\rho}2} + h_{66}^{\bar{\mu}}) 2 S_{66}^0 \sigma_{66}^2 \right] \end{aligned} \quad (4.8)$$

$$\begin{aligned} y_{\bar{\mu}} &= \frac{\partial \Psi}{\partial \bar{\mu}} = \frac{1}{2} \left[ \underline{\sigma} : \frac{\partial}{\partial \bar{\mu}} (\underline{S}^0 + \Delta \underline{S}) : \underline{\sigma} \right] \\ y_{\bar{\mu}} &= \frac{1}{2} \bar{\rho} \left[ h_{22}^{\bar{\mu}} S_{22}^0 \sigma_{22}^2 + h_{66}^{\bar{\mu}} S_{66}^0 2 \sigma_{12}^2 \right] \end{aligned} \quad (4.9)$$

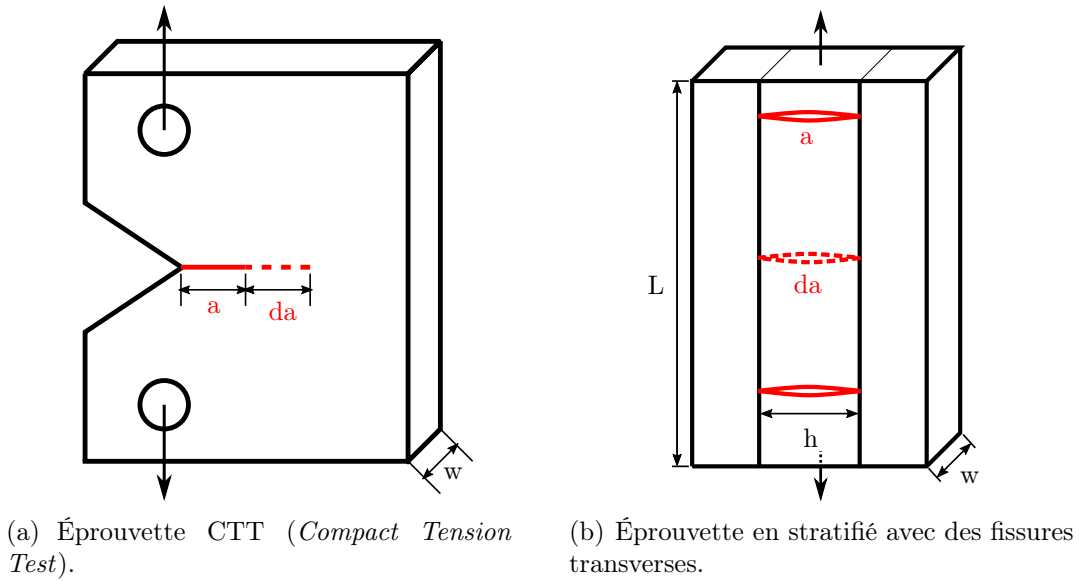


FIGURE 4.2 – Création d’une nouvelle surface de fissure dans deux types d’éprouvettes.

Pour appliquer le critère de Griffith, il faut comparer le taux de restitution d’énergie à l’énergie consommée par la propagation de la fissure (taux de restitution d’énergie critique). La Figure 4.2 permet d’illustrer le principe en comparant l’augmentation de la surface fissurée lors d’un essai CTT (*Compact Tension Test*) et lors d’une fissuration multiple dans un stratifié. Lors de la propagation, le critère de Griffith donne [Hashin, 1996] :

$$\int_V d\Psi = G da \quad (4.10)$$

où  $d\Psi$  désigne l’énergie libre volumique libérée,  $V$  le volume de la structure,  $G$  le taux de restitution d’énergie critique et  $da$  l’aire de la surface fissurée créée.

Comme proposé dans [Hashin, 1996, Nairn, 2000, Camanho et al., 2007, Tual et al., 2013], pour la propagation de fissures transverses dans un stratifié, le critère de Griffith peut être étendu à la création de fissures transverses de longueur finie en posant l’équivalence entre un incrément de taux de fissuration  $d\bar{\rho}$  et l’incrément correspondant de surface fissurée. L’incrément de surface fissurée  $da$  par unité de volume est alors défini par :

$$\frac{da}{V} = \frac{wh L d\rho}{whL} = \frac{d\bar{\rho}}{h} \quad (4.11)$$

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.

Le même raisonnement peut être fait pour le microdélaminage :

$$\frac{da}{V} = \frac{2wd\mu L\rho}{whL} = \frac{2d\bar{\mu}}{h} \quad (4.12)$$

où  $2wd\mu$  est l'aire fissurée par microdélaminage pour une fissure transverse,  $d\mu$  étant l'incrément de longueur de microdélaminage aux deux pointes de la fissure.  $L\rho$  correspond au nombre de fissures dans l'élément de matière considéré.

L'application du critère de Griffith dans un mésomodèle 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 des grandeurs locales qui sont les forces thermodynamiques  $y_{\bar{\rho}}$  et  $y_{\bar{\mu}}$ . Le report des Équations 4.11 et 4.12 dans l'Équation 4.10 donne alors :

$$y_{\bar{\rho}} - \frac{G_{\rho}}{h} \leq 0 \quad (4.13)$$

$$y_{\bar{\mu}} - \frac{2G_{\mu}}{h} \leq 0 \quad (4.14)$$

Un taux de restitution d'énergie critique est associé à chacune des deux variables d'endommagement :  $G_{\rho}$  pour les fissures transverses et  $G_{\mu}$  pour les microdélaminages.

Quand le membre de gauche de l'Équation 4.13 ou de l'Équation 4.14 est négatif, il n'y a pas d'évolution de la variable d'endommagement qui lui est associée. Quand le membre de gauche devient positif, l'endommagement se propage afin que  $y_{\bar{\rho}}$  ou  $y_{\bar{\mu}}$  n'évolue pas et que l'équilibre reste satisfait.

Notons que comme l'épaisseur de la couche endommagée a une influence sur l'effet des taux d'endommagement et par conséquent sur le tenseur des souplesses, l'effet de l'épaisseur du pli est pris en compte explicitement dans les lois d'évolution du critère en énergie (Équation 4.13 et Équation 4.14).

### Critère en résistance

Sur la base du double critère proposé par Leguillon [Leguillon, 2002], la création de fissures transverses nécessite non seulement un niveau d'énergie suffisant mais également un niveau de contrainte ou de déformation supérieur à la résistance du matériau. À la différence d'une fissure unique, comme dans l'essai CTT (Figure 4.2(a)), l'accumulation de fissures transverses repose sur l'initiation de fissures tout au long du processus d'endommagement. En effet, on observe expérimentalement que les fissures apparaissent les unes après les autres et qu'elles traversent

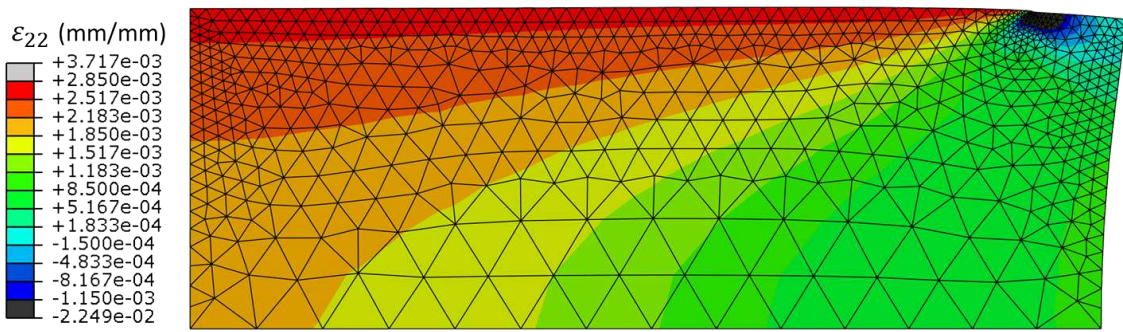


FIGURE 4.3 – Champ de déformations  $\varepsilon_{22}$  obtenu dans le pli à  $90^\circ$  d'une cellule élémentaire soumise à une déformation homogénéisée  $\varepsilon_{22} = 0.285\%$  pour un taux de fissuration transverse  $\bar{\rho} = 0.37$  et un taux de délaminage  $\bar{\mu} = 0.115$ .

la couche quasi instantanément. Il y a très peu de fissures qui sont initiées et se propagent progressivement lorsque le chargement augmente.

Pour évaluer l'état de contrainte ou de déformation quels que soient les taux d'endommagement, nous proposons d'utiliser les simulations réalisées sur les cellules élémentaires. La Figure 4.3 représente le champ de déformations transverses  $\varepsilon_{22}$  obtenu sur une cellule chargée dans la direction transverse pour un taux de fissuration transverse égal à  $\bar{\rho} = 0.3705$  et un taux de délaminage égal à  $\bar{\mu} = 0.115$ .

Comme attendu, on remarque que la présence de la fissure transverse et du micro-délaminage décharge globalement la couche. La zone la plus sollicitée sur la couche se situe au bord gauche de la cellule près de l'interface avec les plis adjacents. En théorie, dans un schéma périodique, sans variabilité sur la géométrie ou les propriétés 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). Autrement dit, si le critère en résistance était défini à partir de la déformation maximale, il ne serait pas affecté par les taux d'endommagement. Ainsi, le critère en résistance ne ferait qu'augmenter lorsque la déformation homogénéisée croît. 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 forme du champ du critère. En effet, la microstructure, la présence de variabilité géométrique et matériau engendrent des effets d'échelle qui sont pilotés par les gradients de déformation [Bažant, 1999].



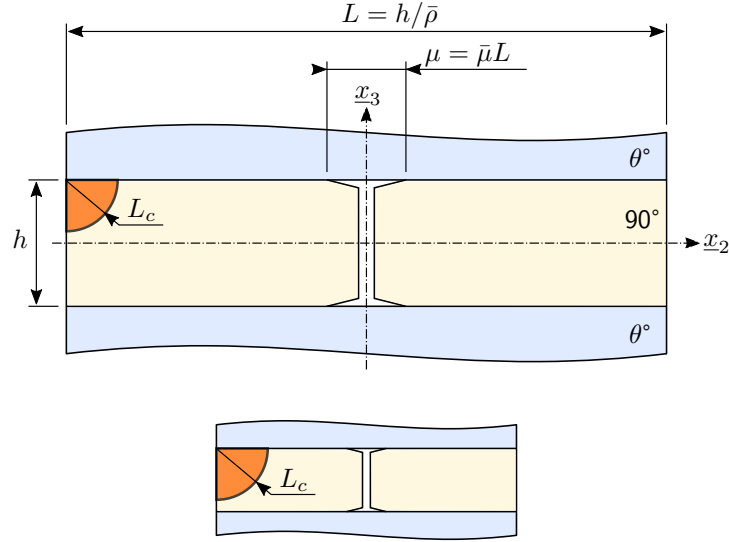


FIGURE 4.4 – Zone d’intégration du calcul du critère non local pour deux cellules élémentaires ayant des épaisseurs de couche fissurée différentes mais des taux d’endommagement  $\bar{\rho}$  et  $\bar{\mu}$  identiques, NB :  $L_c$  ne varie pas avec l’épaisseur de la couche.

Un gradient de déformation important accroît le seuil de rupture par rapport à un champ homogène. Ce type d’effet est bien connu, en particulier dans les matériaux composites. Une manière simple de traiter cet effet est de définir un critère de résistance non-local [Whitney and Nuismer, 1974, 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 :

$$c = \left( \frac{\varepsilon_{22}}{\varepsilon_{22}^r} \right)^2 + \left( \frac{\varepsilon_{12}}{\varepsilon_{12}^r} \right)^2 \geq 1 \quad (4.15)$$

Où  $\varepsilon_{22}^r$  et  $\varepsilon_{12}^r$  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  $\bar{\rho}$  fixé, par conséquent le critère non-local engendre un effet de l’épaisseur sur la rupture.

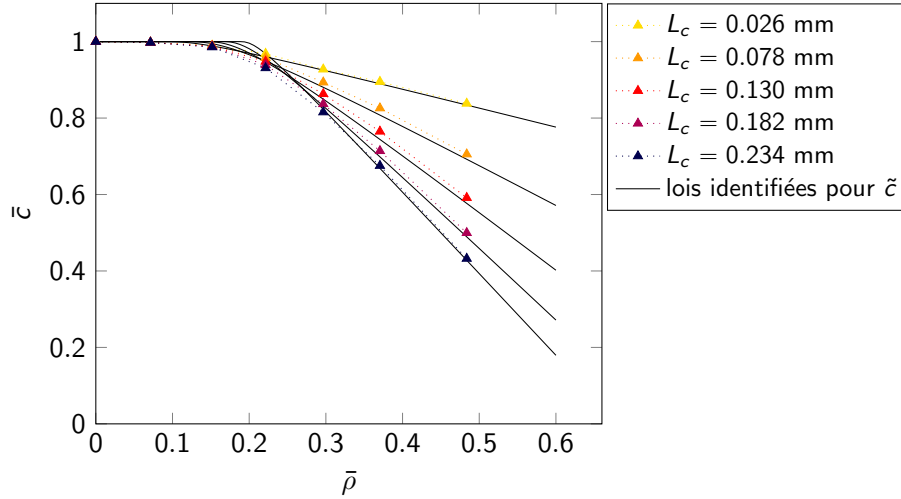


FIGURE 4.5 – Identification de la loi du critère adimensionné  $\tilde{c}$  pour une couche d'épaisseur  $h = 0.26$  mm : valeurs de  $\tilde{c}$  calculées par la méthode des éléments finis pour plusieurs valeurs de la longueur caractéristique  $L_c$  (symboles  $\blacktriangle$ ) et lois identifiées.

Définissons un critère, noté  $\tilde{c}$ , adimensionné par la valeur du critère que donne la déformation moyenne ou homogénéisée appliquée à la cellule :

$$\tilde{c} = \frac{c}{c^h} \quad (4.16)$$

$$\text{avec } c^h = \left( \frac{\varepsilon_{22}^h}{\varepsilon_{22}^r} \right)^2 + \left( \frac{\varepsilon_{12}^h}{\varepsilon_{12}^r} \right)^2 \quad (4.17)$$

où  $\varepsilon_{22}^h$  et  $\varepsilon_{12}^h$  désignent respectivement les déformations transverses dans le plan et de cisaillement plan homogénéisées appliquées à la cellule endommagée.

La Figure 4.5 présente, pour un chargement en mode I ( $\varepsilon_{12}^h = 0$ ), l'évolution du critère adimensionné noté  $\tilde{c}$  en fonction de  $\bar{\rho}$  pour  $\bar{\mu} = 0$  et différentes valeurs de  $L_c$ . Comme attendu, le critère diminue lorsque le taux de fissuration augmente traduisant le déchargement de la couche. Pour exploiter ces résultats dans le modèle, nous proposons d'identifier une loi analytique représentant les résultats obtenus avec les simulations numériques. Cette loi permettra de calculer le critère sans refaire de simulation par éléments finis pour chaque valeur de  $\bar{\rho}$ . Les courbes présentent une asymptote de pente notée  $a$  lorsque  $\bar{\rho}$  devient grand. Nous proposons donc la loi suivante :

$$\tilde{c} = 1 - a(\bar{\rho} - \bar{\rho}_0)e^{-\frac{b}{\bar{\rho} - \bar{\rho}_0}} \quad (4.18)$$

$a$ ,  $b$  et  $\bar{\rho}_0$  sont des paramètres dépendants de  $L_c$ . Les lois ainsi obtenues sont tracées sur la Figure 4.5.

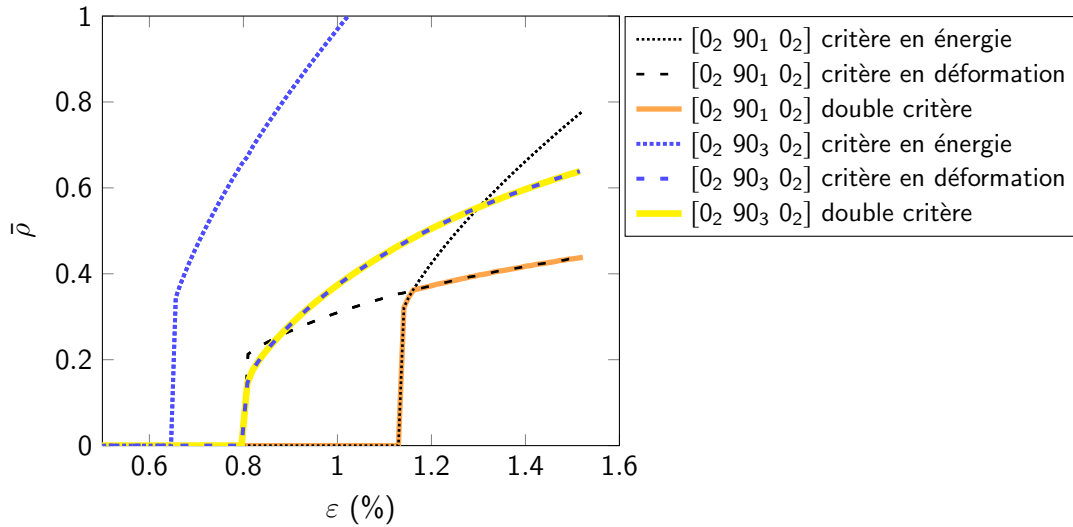
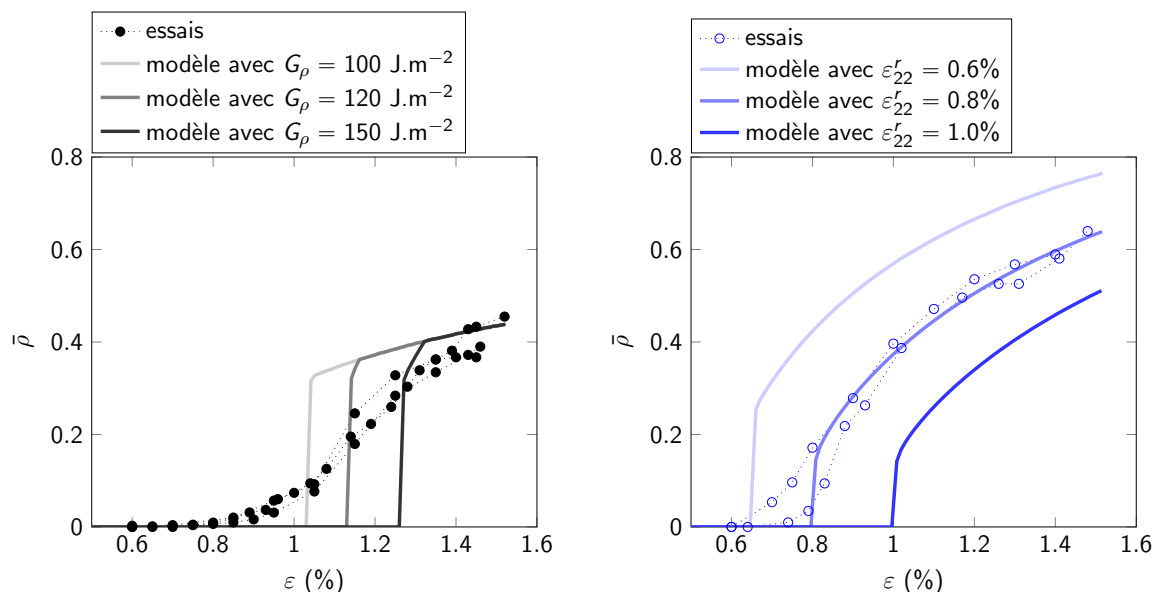


FIGURE 4.6 – Réponse du modèle avec double critère sur des stratifiés croisés avec  $G_\rho = 120 \text{ J.m}^{-2}$ ,  $\varepsilon_{22}^r = 0.8\%$  et  $L_c = 0.234 \text{ mm}$ .

### 4.3 Exemples de la réponse du modèle

Le modèle a été implémenté dans Matlab<sup>®</sup>. Le programme permet d'appliquer un chargement plan de membrane en effort généralisé ou en déformation sur n'importe quel stratifié. Pour illustrer comment se comporte le modèle proposé, il est appliqué au matériau de l'étude (composite carbone époxy M21/T700). Les rigidités et tenseurs d'effet de l'endommagement utilisés sont extraits de [Huchette, 2005, Bois et al., 2014].

La Figure 4.6 montre la réponse du modèle en terme de taux de fissuration transverse sur des stratifiés  $[0_2/90_1/0_2]$  et  $[0_2/90_3/0_2]$  pour  $G_\rho = 120 \text{ J.m}^{-2}$ ,  $\varepsilon_{22}^r = 0.8\%$  et  $L_c = 0.234 \text{ mm}$ . Pour  $L_c = 0.234 \text{ mm}$ , les paramètres de l'Équation 4.18 sont :  $a = 2.15$ ,  $b = 0.028$  et  $\bar{\rho}_0 = 0.191$ . La longueur  $L_c$  utilisée correspond à 90% de l'épaisseur du pli élémentaire, ce qui peut sembler important. Il est toutefois difficile d'avoir un regard critique sur cette valeur vu l'ensemble des phénomènes que cette longueur caractéristique représente. Les critères en énergie et en résistance sont tracés en pointillés. Pour la couche triple, la réponse est pilotée uniquement par le critère en déformation puisque seul, le critère en énergie donnerait des taux de fissuration très élevés. Pour la couche simple, l'initiation et la première phase d'endommagement sont pilotées par le critère en énergie alors que la seconde phase est pilotée par le critère en résistance. La saturation du taux de fissuration est ainsi, dans les deux cas, gouvernée par le critère en résistance. L'effet d'épaisseur induit par le critère non-local donne des niveaux de saturation différents pour les deux stratifiés. Notons que pour obtenir du microdélaminage, il faudrait prendre pour



(a) Influence de  $G_\rho$  sur un  $[0_2/90_1/0_2]$  pour  $\varepsilon_{22}^r = 0.8\%$ . (b) Influence de  $\varepsilon_{22}^r$  sur un  $[0_2/90_3/0_2]$  pour  $G_\rho = 120 \text{ J.m}^{-2}$ .

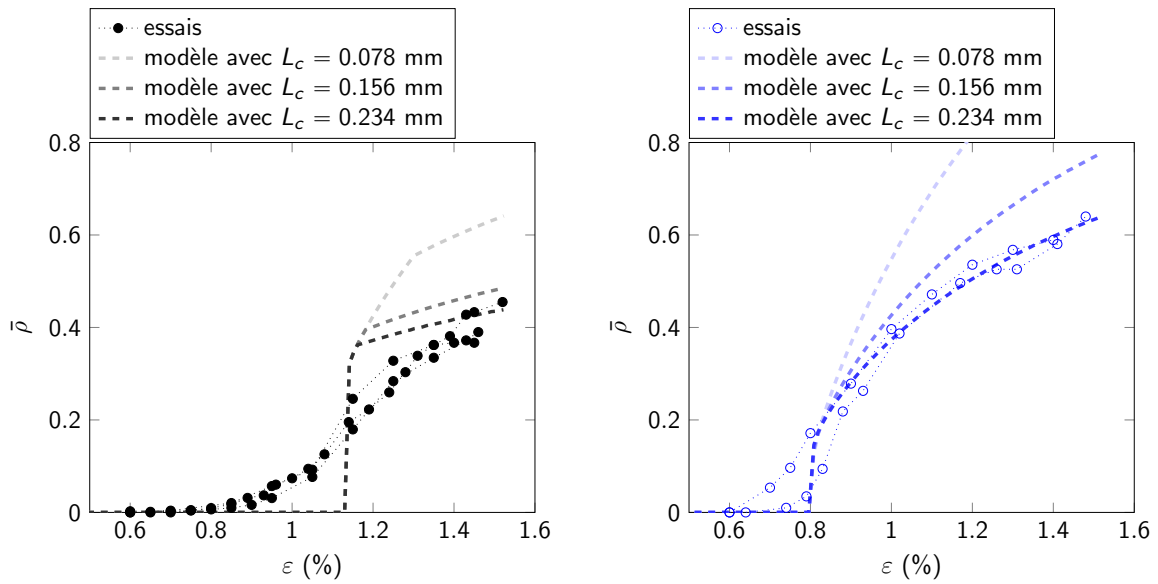
FIGURE 4.7 – Influence de  $G_\rho$  et  $\varepsilon_{22}^r$  sur le taux de fissuration avec  $L_c = 0.234 \text{ mm}$ .

$G_\mu$  des valeurs d'un ordre de grandeur inférieur à ce que l'on peut trouver dans la littérature. Ce résultat est cohérent avec les résultats expérimentaux obtenus dans le Chapitre 2.

L'effet de l'épaisseur de la couche a pour conséquence que l'initiation de la fissuration d'une couche fine (ici, un pli) est pilotée par le taux de restitution d'énergie critique  $G_\rho$ , tandis que pour une couche plus épaisse, c'est le seuil de résistance en déformation  $\varepsilon_{22}^r$  qui conditionne la fissuration ; l'autre critère étant, dans chacun des deux cas, déjà vérifié. La Figure 4.7 montre l'influence de  $G_\rho$  et  $\varepsilon_{22}^r$  sur le taux de fissuration respectivement pour les stratifiés  $[0_2/90_1/0_2]$  et  $[0_2/90_3/0_2]$ . Les résultats expérimentaux présentés dans le chapitre 2 sont également tracés. Même si  $G_\rho$  et  $\varepsilon_{22}^r$  permettent de décaler les seuils d'initiation, on remarque que le démarrage lent au début du processus d'endommagement ne peut pas être reproduit par le modèle. La Figure 4.8 montre l'influence de  $L_c$  sur le taux de fissuration pour les stratifiés  $[0_2/90_1/0_2]$  et  $[0_2/90_3/0_2]$ . On remarque que  $L_c$  gouverne le niveau de saturation de  $\bar{\rho}$ . Lorsque  $L_c$  augmente, les niveaux de saturation augmentent d'autant plus que l'épaisseur de la couche est grande.

Les Figures 4.7 et 4.8 permettent de proposer une manière d'identifier le modèle :

1. détermination de  $G_\rho$  à partir de l'initiation sur le stratifié  $[0_2/90_1/0_2]$  ;
2. détermination de  $\varepsilon_{22}^r$  à partir de l'initiation sur le stratifié  $[0_2/90_3/0_2]$  ;
3. détermination de  $L_c$  à partir de la saturation sur les deux stratifiés.



(a) Influence de  $L_c$  sur un  $[0_2/90_1/0_2]$ .

(b) Influence de  $L_c$  sur un  $[0_2/90_3/0_2]$ .

FIGURE 4.8 – Influence de  $L_c$  sur le taux de fissuration pour  $G_\rho = 120 \text{ J.m}^{-2}$  et  $\varepsilon_{22}^r = 0.8\%$ .

Cependant, on a vu que cette identification est délicate à cause de l'évolution lente au début de l'endommagement et que cette approche n'est pas suffisante pour représenter le démarrage lent au début de l'endommagement. Nous proposons donc d'introduire l'effet des variabilités et d'identifier ensuite les paramètres  $G_\rho$ ,  $\varepsilon_{22}^r$  et  $L_c$ .

## 4.4 Prise en compte de l'effet de la variabilité sur les cinétiques d'endommagement

Comme déjà évoqué, la représentation de l'évolution lente du taux de fissuration au début de l'endommagement est cruciale pour la prédiction des premiers points de fuite. Le choix de construire les lois d'évolution à partir de l'énergie de fissuration et la résistance permet d'introduire l'effet de la variabilité sur des paramètres physiques aux échelles pertinentes. Plusieurs sources de variabilités sont présentes dans le matériau stratifié. À l'échelle de la microstructure, on peut observer des porosités et des zones plus ou moins riches en résine. Ces défauts peuvent affecter la résistance et l'énergie de fissuration. La distribution de ces défauts est telle que le caractère non-local du critère ne suffit pas forcément à les prendre en compte. À l'échelle de la mésostructure, on peut observer des variations d'épaisseur de couche provoquées notamment par les *gaps* inhérents à la fabrication par placement de fibre. Ces dé-

fauts n'affectent pas l'énergie de fissuration, mais en modifiant la mésostructure, ils modifient l'effet de l'endommagement sur la raideur de la couche et donc l'énergie restituée lors de la fissuration.

Ces différents effets pourraient être quantifiés à l'aide d'une approche numérique micro-méso basée sur l'analyse probabiliste des micro et mésostructures. Pour des raisons de simplicité, nous avons préféré introduire la variabilité directement sur les paramètres du modèle sous la forme de distributions phénoménologiques. Les paramètres affectés par la variabilité sont les résistances  $\varepsilon_{22}^r$  et  $\varepsilon_{12}^r$ , ainsi que les tenseurs d'effet de l'endommagement  $h_{22}^{xy}$  et  $h_{66}^{xy}$  (cf. Équation 4.6). Nous avons choisi de ne pas affecter de variabilité sur l'énergie de fissuration  $G_\rho$ , car en pratique chaque fissure transverse se développe instantanément sur l'épaisseur de la couche et une longueur dans le plan assez importante, ce qui moyenne la valeur de l'énergie et réduit l'effet des variabilités présentes dans la microstructure. Les variabilités se présentant sous la forme de défauts, elles ont tendance à abaisser les propriétés nominales ou idéales (i.e. sans défaut). Ainsi, nous avons opté pour des distributions asymétriques définies par l'équation suivante :

$$x \rightarrow P(x) = \frac{(x - x_{min})^\alpha (x_{max} - x)^\beta}{A} \quad (4.19)$$

$$\text{avec } A = \int_{x_{min}}^{x_{max}} (x - x_{min})^\alpha (x_{max} - x)^\beta dx \quad (4.20)$$

où  $\alpha$  et  $\beta$  sont deux réels positifs qui pilotent la dissymétrie de la distribution, et  $A$  est une constante de normalisation. Les allures des distributions obtenues pour le paramètre  $h_{22}^{\rho 1}$  des effets de l'endommagement, et pour la résistance sens transverse  $\varepsilon_{22}^r$  sont représentées sur la Figure 4.9.

Le comportement avec prise en compte des variabilités est obtenu en effectuant la moyenne des réponses obtenues dans la plage de variation des paramètres incertains, pondérée par les densités de probabilité de ces paramètres. En pratique, des jeux de paramètres sont constitués à partir des distributions illustrées en Figure 4.9, puis une simulation est réalisée pour chacun des jeux de paramètres. Enfin, la moyenne de toutes les simulations est réalisée en pondérant chaque résultat par la densité de probabilité du jeu de paramètre avec lequel il a été obtenu. Cette méthode revient à considérer comme Volume Élémentaire Représentatif un ensemble de cellules élémentaires endommagées placées en série, soumises à une même déformation homogénéisée, et ayant des propriétés différentes.

La variabilité de l'effet des endommagements  $h_{22}^{xy}$  et la variabilité de la résistance  $\varepsilon_{22}^r$  ont été, dans un premier temps, appliquées séparément à deux stratifiés croisés pour obtenir la Figure 4.10. Dans cette figure, les courbes en pointillés sont des

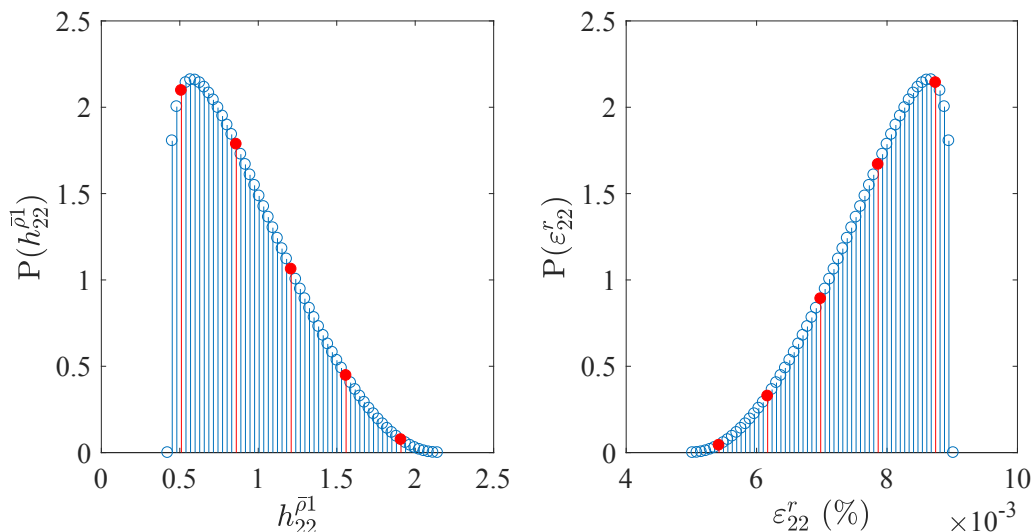
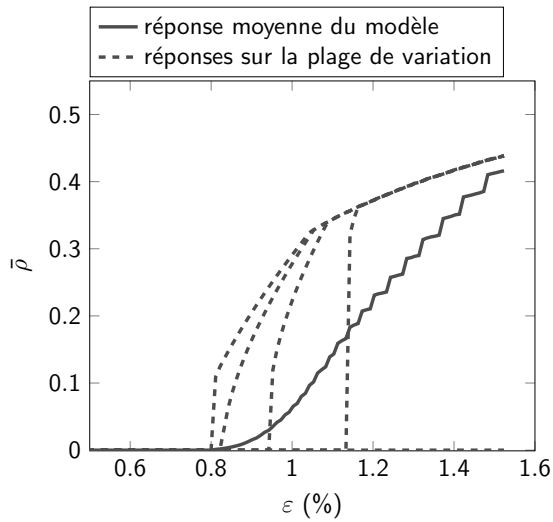
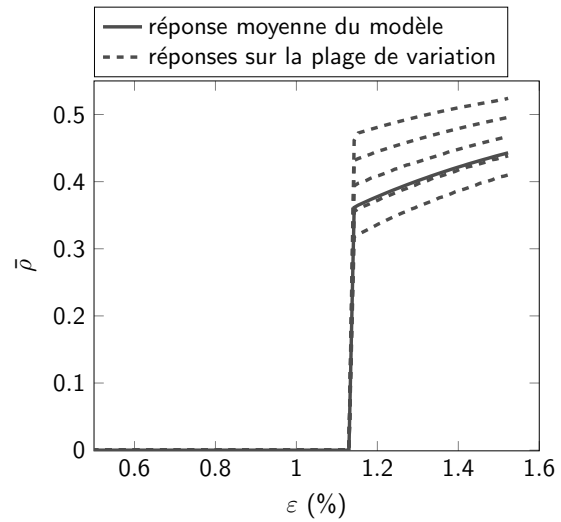


FIGURE 4.9 – Allures des densités de probabilité pour  $h_{22}^{\rho_1}$  et  $\varepsilon_{22}^r$  avec  $\alpha = 0.2$  et  $\beta = 2$ . Les symboles  $\bullet$  représentent les valeurs des paramètres utilisées pour obtenir les courbes tracées en pointillés dans la Figure 4.10.

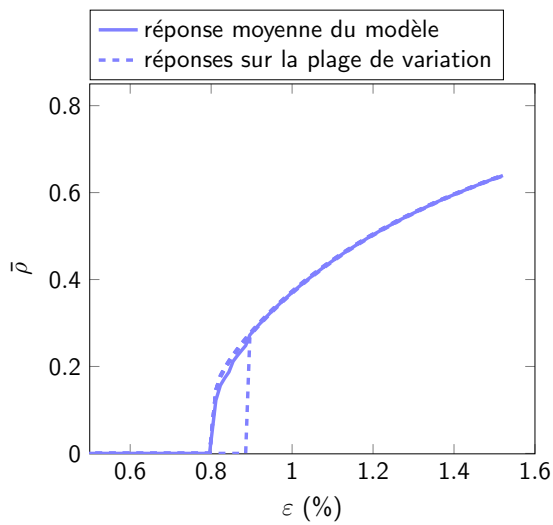
exemples de réponses obtenues sur une cellule élémentaire (autrement dit, pour une valeur de propriété), et les courbes en traits pleins représentent la moyenne pondérée de toutes les cellules élémentaires. L'effet de la variabilité de  $h_{22}^{xy}$  pour des stratifiés  $[0_2/90_1/0_2]$  et  $[0_2/90_3/0_2]$  est illustré respectivement par les Figures 4.10(a) et 4.10(c) (figures de gauche), tandis que les Figures 4.10(b) et 4.10(d) (figures de droite) illustrent l'effet de la variabilité de  $\varepsilon_{22}^r$  pour des stratifiés  $[0_2/90_1/0_2]$  et  $[0_2/90_3/0_2]$ . On remarque que la variabilité de  $h_{22}^{xy}$ , qui modifie le critère de fissuration en énergie, s'exprime de manière importante dans le cas du stratifié  $[0_2/90_1/0_2]$ , donnant lieu à un démarrage progressif, alors que son effet n'est pas sensible pour le comportement du stratifié  $[0_2/90_3/0_2]$ . En ce qui concerne  $\varepsilon_{22}^r$ , qui intervient dans le critère de fissuration en résistance, on observe que sa valeur influe sur le taux de fissuration des deux stratifiés dans la phase de saturation, mais l'effet de la variabilité de  $\varepsilon_{22}^r$  n'est notable que pour le stratifié  $[0_2/90_3/0_2]$ , dont la couche à  $90^\circ$  est constituée de trois plis. Dans les deux cas où la variabilité a un effet significatif (Figures 4.10(a) et 4.10(d)), celui-ci se traduit par un démarrage progressif du processus de fissuration.



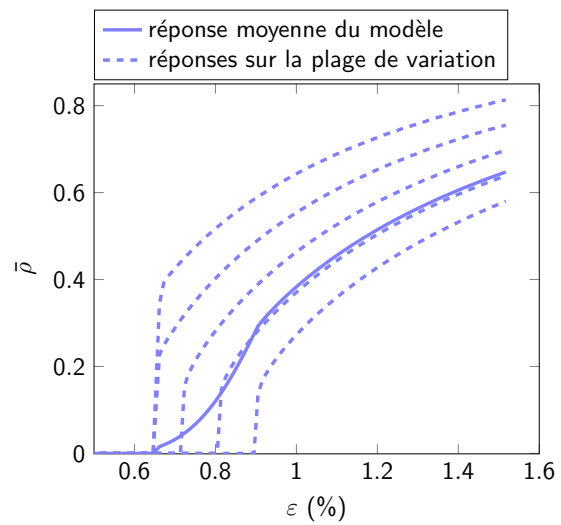
(a) Influence de la variabilité de  $h_{22}^{xy}$  sur le taux de fissuration transverse d'un stratifié  $[0_2/90_1/0_2]$ .



(b) Influence de la variabilité de  $\varepsilon_{22}^r$  sur le taux de fissuration transverse d'un stratifié  $[0_2/90_1/0_2]$ .



(c) Influence de la variabilité de  $h_{22}^{xy}$  sur le taux de fissuration transverse d'un stratifié  $[0_2/90_3/0_2]$ .



(d) Influence de la variabilité de  $\varepsilon_{22}^r$  sur le taux de fissuration transverse d'un stratifié  $[0_2/90_3/0_2]$ .

FIGURE 4.10 – Exemple de la prise en compte de la variabilité pour l'évolution du taux de fissuration transverse.



TABLE 4.1 – Paramètres identifiés du modèle, (\*) valeurs issues de [Huchette, 2005].

	critère en énergie			critère en déformation		forme des distributions	
paramètres nominaux identifiés	$G_\rho$	$h_{22}^{\bar{p}1(*)}$	$h_{22}^{\bar{p}2(*)}$	$\varepsilon_{22}^r$	$L_c$	$\alpha$	$\beta$
	120	0.86	2.65	0.8	0.234	0.2	2
unité	$\text{J.m}^{-2}$	-	-	%	mm	-	-
	$h_{22}^{\bar{p}1}$		$h_{22}^{\bar{p}2}$		$\varepsilon_{22}^r$		
plage de variation	min	max	min	max	min	max	
	0.43	2.15	1.32	6.62	0.5	0.9	
unité	-	-	-	-	%	%	

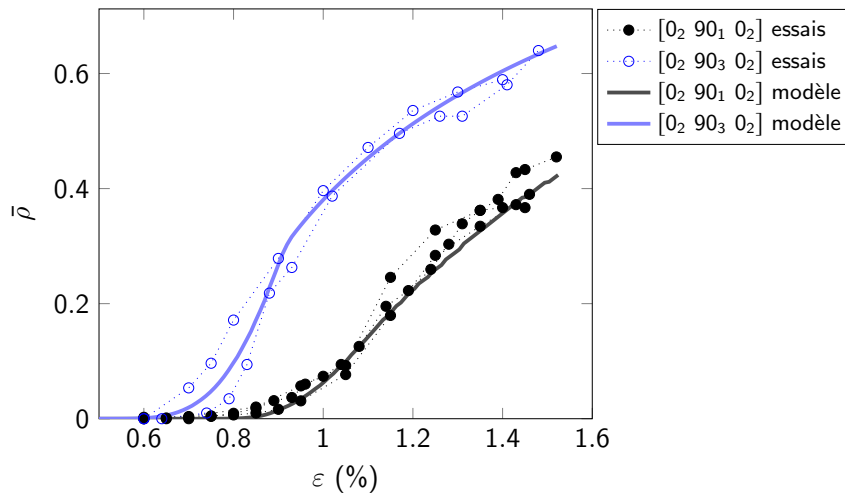


FIGURE 4.11 – Résultats expérimentaux et résultats du modèle.

Finalement, l'identification du modèle consiste à déterminer  $G_\rho$  et  $L_c$ , la valeur moyenne de  $\varepsilon_{22}^r$ , ainsi que les écarts types sur  $\varepsilon_{22}^r$  et  $h_{22}^{\bar{p}y}$ . La forme des distributions (dissymétrie et progressivité), n'ayant que peu d'effet, a été figée. Dans l'identification présentée ici, les paramètres associés au cisaillement ( $\varepsilon_{12}^r$ ) et au microdélaminage ( $G_\mu$ ) ne sont pas recherchés car les données expérimentales ne donnent pas d'informations les concernant. Pour la même raison, la variabilité des composantes  $h_{66}^{\bar{p}y}$ ,  $h_{22}^{\bar{\mu}}$  et  $h_{66}^{\bar{\mu}}$  du tenseur des effets de l'endommagement n'est pas étudiée non plus.

En suivant les trois étapes proposées dans la Section 4.3 et en ajustant par itération les deux écarts types, on obtient les valeurs rassemblées dans la Table 4.1. La Figure 4.11 permet de comparer la réponse du modèle avec les résultats expérimentaux présentés dans le Chapitre 2. Le modèle reproduit parfaitement les seuils de fissuration avec l'évolution lente du taux de fissuration au début de l'endommagement pour les deux épaisseurs de couche. La saturation est également bien reproduite.

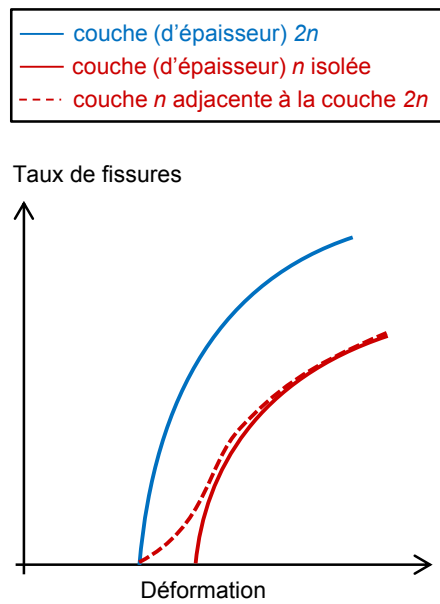


FIGURE 4.12 – Allure théorique de l'évolution des taux de fissuration dans un stratifié ou deux couches d'épaisseurs différentes se fissurent de manière isolée ou non, en l'absence de variabilité matériau.

## 4.5 Interactions entre plis et agencement des fissures

### 4.5.1 Effet des interactions sur les seuils et les cinétiques

En étudiant la fissuration transverse des plis de différents stratifiés quasi-isotropes, Huchette a mis en évidence l'interaction entre les endommagements de plis adjacents [Huchette, 2005]. Ce phénomène a également été observé lors des essais présentés dans le Chapitre 2 sur la stratification  $[0/-67.5/+67.5_2/-67.5/0]$ . L'apparition de fissures dans une couche peut générer simultanément des fissures dans les plis adjacents même si leur seuil de fissuration lorsqu'ils sont isolés est plus élevé. Ces interactions peuvent s'expliquer par la hausse de contrainte engendrée en pointe de fissure dans le pli adjacent au pli endommagé.

Bien que l'interaction se traduise par un démarrage simultané de la fissuration dans les deux couches, en pratique, il est difficile de quantifier ces interactions en termes de taux de fissuration car les fissures engendrées par les interactions sont courtes (Figure 2.15) et se traduisent par des taux de fissuration très faibles (Figure 4.12). L'effet des interactions sur les taux de fissuration est donc masqué par l'effet des variabilités matériaux. Ceci explique que l'effet des interactions ne soit pas pris en compte dans le dimensionnement des structures composites.

Toutefois, cet effet des interactions doit être considéré pour le dimensionnement en perméabilité. Pour le quantifier expérimentalement, un grand nombre d'essais doit être réalisé. En raison des effets de bord, il paraît judicieux de faire appel à la tomographie plutôt qu'à l'observation sur les bords des éprouvettes. Devant l'ampleur de ce travail expérimental, le recours à des essais virtuels semble intéressant. Il permettrait d'intégrer dans le critère en résistance l'effet des fissures dans les plis adjacents. Ce travail de modélisation n'ayant pas été réalisé dans le cadre de cette thèse, et les résultats expérimentaux étant insuffisants pour proposer une loi phénoménologique, l'effet des interactions sur les lois d'évolution des endommagements n'a pas été intégré au modèle.

#### 4.5.2 Effet des interactions sur l'agencement des fissures transverses et la formation de chemins de fuite

D'après les observations des réseaux de fissures du Chapitre 2, les interactions entre plis favorisent l'apparition dans les différents plis de fissures regroupées. Ce phénomène a pour conséquence que l'effet des interactions sur l'agencement des fissures peut être décrit par le taux de croisement  $\chi$  ou le taux de croisement réduit  $\bar{\chi}$  des interfaces, tels que définis au Chapitre 2 par les Équations 2.3 et 2.5 :

$$\chi_{i,i+1} = \frac{n_{\text{croisements}}}{S} \quad (4.21)$$

$$\bar{\chi}_{i,i+1} = \chi_{i,i+1} S_{\text{motif}} \quad (4.22)$$

$$\bar{\chi}_{i,i+1} = \frac{\chi_{i,i+1}}{\bar{\rho}_i \bar{\rho}_{i+1} \sin|\theta_{i+1} - \theta_i|} \quad (4.23)$$

L'évolution de l'agencement des fissures dans deux plis adjacents est schématisée en Figure 4.13. L'étape 4 représente l'évolution vers un réseau de fissures longues, et correspond à un taux de croisement réduit  $\bar{\chi}$  tendant vers 1. Dans ce cas, la surface contenant un croisement tend vers la surface définie par  $S_{\text{motif}} = 1/(\bar{\rho}_i \bar{\rho}_{i+1} \sin|\theta_{i+1} - \theta_i|)$ .

Une autre conséquence du regroupement des fissures est que les croisements de fissures aux différentes interfaces entre plis sont également regroupés, ce qui signifie que les fissures forment préférentiellement des réseaux susceptibles d'être interconnectés. Dans ce cas, on peut borner le nombre de chemins de fuite potentiels par le plus petit nombre de croisements aux interfaces. La densité de point de fuite  $X$  s'exprime alors comme suit :

$$X = \min_{i \in [1, n-1]} (\chi_{i,i+1}) \quad (4.24)$$

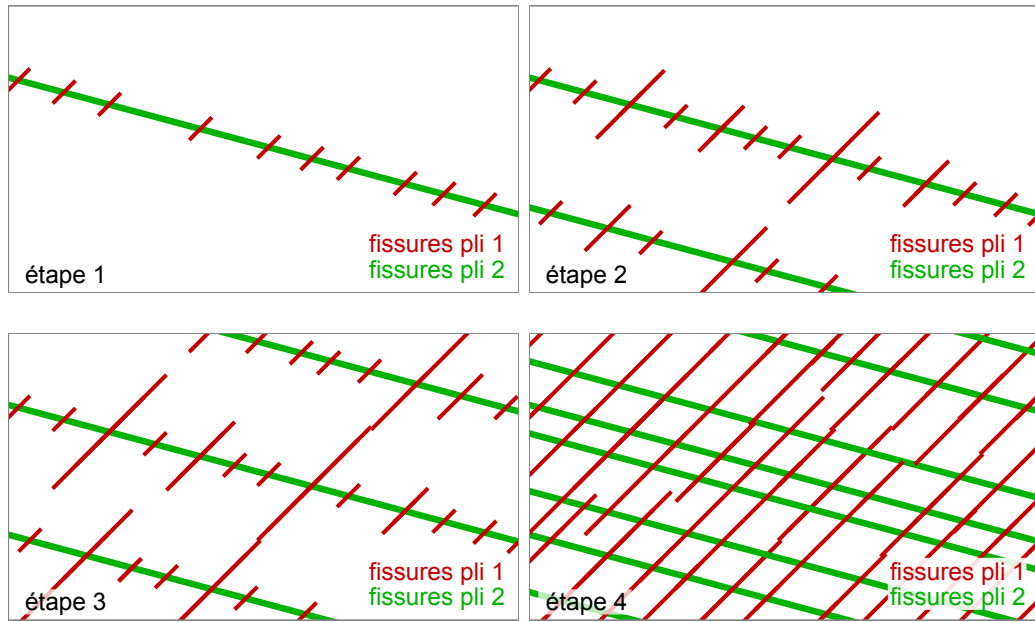


FIGURE 4.13 – Proposition de scénario d’évolution de l’endommagement et de l’agencement des fissures.

La percolation des chemins de fuite potentiels, qui gouverne le nombre de chemins de fuite effectifs, ne serait alors plus régie que par la connectivité des croisements de fissures aux interfaces.

Pour modéliser la connectivité des croisements, on peut s’appuyer sur un modèle qui décrirait les microdélaminages en prenant en compte que les microdélaminages ne sont pas les mêmes dans les zones de croisement que dans les zones courantes. Comme observé au Chapitre 2, il est possible qu’il n’y ait pas de microdélaminage dans les zones courantes et qu’il y en ait de manière localisée dans certains croisements. On peut également recalibrer le modèle de prédiction des points de fuite en identifiant par exemple un facteur de connectivité à partir de mesures du nombre de points de fuite réalisées avec les dispositifs proposés au Chapitre 3.

### 4.5.3 Proposition d’un modèle pour prédire les croisements de fissures et chemins de fuite potentiels

Nous proposons de prédire les chemins de fuite potentiels en nous appuyant sur le nombre de croisements aux interfaces. Pour cela, la démarche retenue consiste à construire une loi phénoménologique décrivant l’évolution du taux de croisement réduit  $\bar{\chi}$ . La variable sélectionnée pour piloter la loi d’évolution doit être nulle lorsque le taux de fissuration de l’un des deux plis adjacents est nul, puisque dans ce cas il n’y a pas de croisement possible. Nous avons choisi d’exprimer cette loi en fonc-

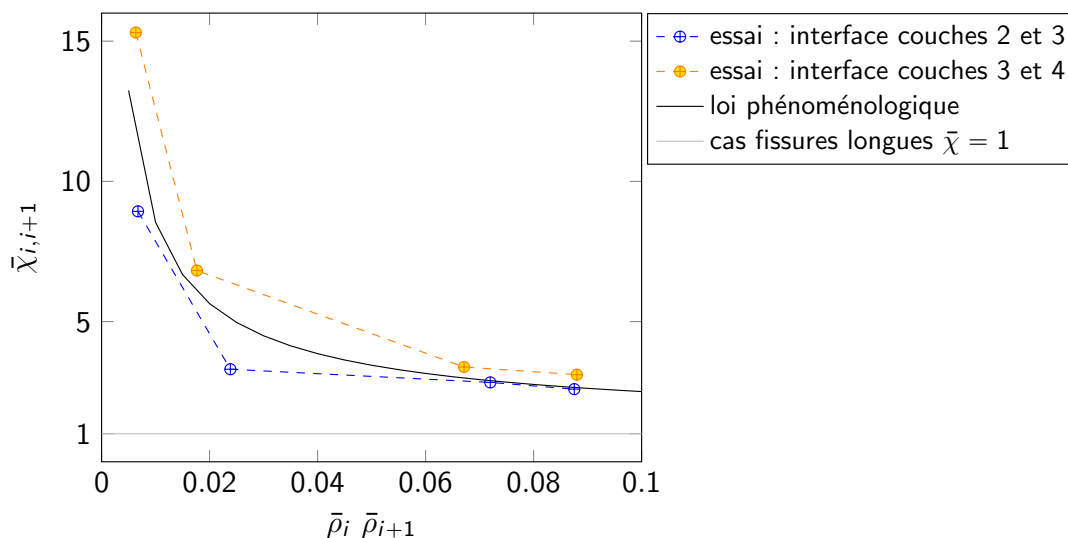


FIGURE 4.14 – Taux de croisement réduit  $\bar{\chi}_{i,i+1}$  en fonction du produit  $\bar{\rho}_i \bar{\rho}_{i+1}$  des taux de fissuration des deux plis adjacents.

tion du produit des taux de fissuration des plis adjacents à l'interface contenant les croisements de fissures. Les taux de croisement réduits mesurés au Chapitre 2 (Figure 2.24) sont tracés sur la Figure 4.14 en fonction de ce produit.

On remarque que le taux de croisement réduit tend vers une valeur très grande lorsque  $\bar{\rho}_i$  ou  $\bar{\rho}_{i+1}$  tend vers zéro. Ceci est dû au fait que la surface du motif  $S_{motif}$  introduite dans la définition de  $\bar{\chi}$  tend vers l'infini lorsque l'un des deux  $\bar{\rho}$  tend vers zéro. Par ailleurs, comme le montre la Figure 4.13,  $\bar{\chi}$  tend vers 1 lorsque les taux de fissuration atteignent la saturation et que la longueur des fissures devient très grande. Cette asymptote n'est pas visible sur la Figure 4.14 car le chargement maximal appliqué à l'éprouvette est bien inférieur à celui pour lequel on atteint la saturation. À partir de cette analyse, on propose pour la loi phénoménologique la forme suivante :

$$\bar{\chi} = 1 + \frac{\lambda}{(\bar{\rho}_i \bar{\rho}_{i+1})^\gamma} \quad (4.25)$$

où  $\lambda$  et  $\gamma$  sont des paramètres à identifier. Par exemple, en prenant  $\lambda = 0.3$  et  $\gamma = 0.7$ , on obtient la courbe tracée sur la Figure 4.14. Pour que la loi soit exploitable dans le modèle complet, ces paramètres devront être identifiés sur des données plus représentatives que celles dont nous disposons. En particulier, il faudra étudier l'effet de la séquence d'empilement sur les paramètres  $\lambda$  et  $\gamma$ , le motif de fissuration et son évolution étant étroitement liés à l'effet des interactions sur la fissuration.

Avec cette loi et l'Équation 4.23, on obtient pour le taux de croisement  $\chi$  l'expression suivante :

$$\chi_{i,i+1} = \bar{\chi}_{i,i+1} \bar{\rho}_i \bar{\rho}_{i+1} \sin|\theta_{i+1} - \theta_i| \quad (4.26)$$

$$\chi_{i,i+1} = (\bar{\rho}_i \bar{\rho}_{i+1} + \lambda (\bar{\rho}_i \bar{\rho}_{i+1})^{1-\gamma}) \sin|\theta_{i+1} - \theta_i| \quad (4.27)$$

La puissance  $\gamma$  de la loi étant inférieure à 1, on a bien un taux de croisement qui tend vers zéro lorsque le produit des  $\bar{\rho}$  tend vers zéro.

Cette loi phénoménologique a été intégrée au mésomodèle. Cependant, la non prise en compte de l'effet des interactions entre plis sur les cinétiques d'endommagement, et le nombre trop limité de résultats expérimentaux ne permet pas de proposer dans ce mémoire une comparaison pertinente entre les essais et les simulations.

## 4.6 Bilan de la modélisation

Dans ce chapitre nous avons proposé des lois d'évolution des endommagements basées sur un double critère en énergie et en déformation, en faisant le choix d'un critère en déformation non local. L'utilisation de ces lois d'évolution construites sur des paramètres matériau facilite l'introduction de la variabilité qui est à l'origine du démarrage lent de la fissuration observé dans les essais. Le modèle obtenu ainsi permet de reproduire les phases d'initiation, de développement et de saturation des fissures transverses ainsi que l'effet de l'épaisseur des couches.

Les taux d'endommagement servent ensuite de données d'entrée à une loi phénoménologique qui décrit l'évolution des taux de croisement et de chemins de fuite potentiels.

Ces éléments de modélisation s'appuient fortement sur les résultats expérimentaux, en particulier les observations par microtomographie. La réalisation d'un plus grand nombre d'essais permettrait de conforter les choix de modélisation et de valider l'identification des paramètres. Notamment, des essais complémentaires seraient nécessaires en vue de vérifier si le modèle reproduit correctement l'effet du cisaillement sur la fissuration transverse.

Par ailleurs, en l'état, le modèle ne prend pas en compte les endommagements diffus à l'échelle microscopique qui sont à l'origine des non-linéarités observées en cisaillement. Cela pourrait être fait en s'appuyant sur les modèles multi-échelles proposés par [Ladevèze and Lubineau, 2003, Laurin et al., 2013].

Globalement, étant donné la lourdeur des approches expérimentales, l'utilisation d'essais virtuels permettrait d'analyser les effets des interactions entre plis ainsi que la connectivité des croisements et de nourrir ainsi le mésomodèle.



# Conclusion

L'objectif des travaux présentés dans ce mémoire est de fournir un modèle à l'échelle du pli visant à concevoir et à optimiser des réservoirs en matériau composite stratifié sans liner d'étanchéité. En effet, le développement de tels réservoirs nécessite un dimensionnement non plus seulement en comportement et tenue mécaniques, mais aussi vis-à-vis de la perméabilité du matériau. L'étude de la relation entre endommagement et perméabilité dans les composites stratifiés soulève des problématiques nouvelles et non-traitées par les études qui visent à développer des modèles d'endommagement dédiés au dimensionnement des structures composites, justifiant ces travaux de thèse.

L'état de l'art proposé dans le chapitre 1 a permis de relever plusieurs lacunes concernant la caractérisation et la modélisation du lien endommagement - perméabilité. En particulier, peu d'informations sont disponibles sur l'agencement des méso-endommagements en réseaux de fissures, sur la percolation de ces réseaux en chemins de fuite, ou encore sur la perméabilité associée à ces chemins de fuite. Par ailleurs, les modèles d'endommagement disponibles ne permettent pas de décrire ces réseaux, à moins de recourir à une modélisation explicite, coûteuse en temps de calcul et inadaptée à un travail d'optimisation et de dimensionnement de structure.

Des méthodes expérimentales et des briques de modélisation ont donc été proposées pour répondre aux problématiques de la caractérisation et de la prévision du lien endommagement-perméabilité dans les stratifiés.

**Bilan sur la caractérisation des réseaux de fissures.** Pour affiner la description des endommagements à l'échelle du pli, des observations *in-situ* par microscopie optique ont été réalisées sur la tranche polie d'éprouvettes de traction. La longueur d'observation importante permet de capter un effet statistique dans la formation des fissures transverses, qui se traduit par un démarrage lent au début du processus de fissuration. Cette variabilité est attribuable à la présence de défauts dans la microstructure et la mésostructure.



La réalisation de coupes micrographiques en profondeur a montré qu'aucun microdélaminage ne se développe en pointe de fissure transverse, en dehors de ceux dus aux effets de bord. Cette absence de microdélaminage à cœur peut être liée au matériau de l'étude, le M21/T700, dont la matrice est ductilisée par des nodules thermoplastiques. Les coupes micrographiques ont également mis en évidence l'absence de méso-endommagement dans des plis soumis principalement à des déformations de cisaillement. Les éprouvettes  $[+45/-45]_{2s}$  présentent cependant des pertes de rigidité et des déformations irréversibles importantes, ce qui indique le développement d'endommagement diffus. L'absence de fissuration transverse en cisaillement n'exclut pas la participation du cisaillement à la fissuration transverse, dans le cas où il serait combiné à de la traction transverse.

Par ailleurs, des observations *ex-situ* par microtomographie sous chargement de traction ont été réalisées sur un stratifié  $[0/+67.5/-67.5]_s$  dont plusieurs couches adjacentes se fissurent. Les résultats montrent que la prise en compte des interactions entre les endommagements des différents plis est cruciale pour la prédiction des premiers points de fuite. Ces interactions affectent à la fois l'agencement des fissures et les cinétiques de fissuration. La présence ou non de fissures dans les plis adjacents pilote la longueur et la position des fissures, ce qui signifie que les taux de fissuration de chacun des plis ne suffisent pas à décrire le taux de croisement des fissures. On constate également que les fissures des différentes couches se forment préférentiellement de manière groupée, ce qui favorise les croisements de fissures de plis adjacents.

Enfin, en réalisant des coupes micrographiques de réseaux de fissures, nous avons observé que la connectivité des fissures aux croisements est variable et peut même être nulle pour certains croisements. Cela signifie qu'une succession de croisements de fissures à travers tous les plis ne constitue pas nécessairement un chemin de fuite. Pour des taux d'endommagement donnés, la percolation des réseaux de fissures dépend donc à la fois de l'agencement des fissures, qui gouverne le nombre potentiel de chemins de fuite, et de l'interconnexion des fissures, elle-même pilotée par la résistance des interfaces au micro-délaminage.

### **Bilan sur la mesure de perméabilité et la quantification des points de fuite.**

Deux dispositifs expérimentaux ont été proposés pour mesurer la perméabilité et quantifier les sorties des chemins de fuite. Ils offrent la possibilité d'établir le lien entre les chemins de fuite potentiels, et les chemins de fuite effectifs. La finalité de ces dispositifs est de compléter l'identification et de valider des modèles de prédiction des réseaux de fissures, et par la suite, des modèles d'écoulement. Les dispositifs peuvent

---

également servir à qualifier des stratifications à l'issue de la phase de conception.

Les mesures sont réalisées sur des tubes soumis à un chargement soit mono-axial (dispositif sans effet de fond) soit bi-axial proportionnel ou non proportionnel (dispositif avec effet de fond). Un soin particulier a été accordé à la conception des dispositifs dans le but de garantir l'étanchéité tout en maîtrisant les perturbations générées sur les tubes testés par les systèmes d'étanchéité et d'introduction des efforts. La méthode de mesure proposée pour obtenir la perméabilité, qui consiste à mesurer la variation de pression interne du tube en fonction du temps, fonctionne quel que soit le gaz utilisé et est compatible avec la localisation des points de fuite sur la surface extérieure des tubes.

Les résultats obtenus avec le dispositif sans effet de fond indiquent que les défauts de la mésostructure constituent des sites préférentiels pour la formation de chemins de fuite, et qu'une densité surfacique d'environ 15 chemins de fuite par mètre carré engendre une augmentation de la perméabilité de plusieurs ordres de grandeur. Le dispositif avec effet de fond, plus compliqué à mettre en œuvre, est encore en cours de validation.

### **Bilan sur la prédiction du nombre de chemins de fuite par un mésomodèle.**

Le mésomodèle développé a pour objectif de permettre la conception d'un réservoir sans liner en optimisant les orientations et les épaisseurs de plis. Pour cela, il doit prévoir la formation des réseaux de fissures mésoscopiques, le nombre de réseaux traversant l'épaisseur, ainsi que leur connectivité. Ces éléments sont suffisants pour comparer différentes solutions de réservoirs. La prévision de l'ouverture des chemins de fuite et du débit de fuite permettraient toutefois d'affiner la conception.

Les lois d'évolution de l'endommagement du modèle sont basées sur un double critère en énergie et en déformation. Un critère non local en déformation est introduit pour prendre en compte l'effet de la redistribution des déformations induite par la présence des fissures. Cela signifie qu'après création d'une fissure, et donc augmentation du taux de fissuration, la déformation homogénéisée à l'échelle du pli doit augmenter pour que le critère en déformation reste vérifié dans le pli. Ainsi, le critère en déformation intervient durant tout le processus de fissuration transverse.

Les lois d'évolution étant construites sur une description physique des phénomènes, une variabilité est introduite sur les paramètres matériaux du modèle d'endommagement. Les résultats obtenus reproduisent bien les trois phases observées expérimentalement : démarrage lent, développement puis saturation de l'endommagement pour différents épaisseurs de couche.

Une démarche a ensuite été proposée pour prédire phénoménologiquement les taux de croisement en s'appuyant d'une part sur les taux d'endommagements obtenus avec le modèle, et d'autre part sur les résultats expérimentaux extraits des observations par tomographie, afin d'aboutir au nombre de chemins de fuite potentiels.

**Travaux complémentaires et perspectives sur la caractérisation des réseaux de fissures.** Tout d'abord, à court terme, des travaux complémentaires sont nécessaires pour combler certains manques dans la caractérisation présentée dans le premier chapitre de ce mémoire. Notamment, des essais sur des stratifications comportant les mêmes orientations et se différenciant uniquement par la position relative des plis qui se fissurent permettraient de quantifier l'effet des interactions, aussi bien en ce qui concerne les cinétiques de fissuration que l'agencement des fissures.

Les stratifications envisagées pour cela sont du type  $[0/+θ/0/-θ]_s$  et  $[0_2/+θ/-θ]_s$  avec  $45^\circ < θ < 90$ . Les couches se fissurant sont soit séparées par des plis à  $0^\circ$  et ne pourront pas interagir, soit adjacentes et pourront interagir. L'observation des réseaux de fissures devra se faire par tomographie sous charge et sur des zones plus importantes que celles analysées dans le Chapitre 2 pour capter les effets des variabilités. Un protocole permettant de générer les endommagements *in-situ* dans le tomographe et de maintenir une déformation constante pendant les mesures devra être développé pour maîtriser le coût et la durée des essais.

Expérimentalement, la question de la distinction entre les réseaux de fissures agencés de manière à traverser toute l'épaisseur du stratifié et les chemins de fuite effectifs pourra être traitée de deux manières. Tout d'abord, il serait envisageable d'utiliser la tomographie haute résolution (synchrotron) pour étudier la morphologie des croisements, ce qui nécessiterait toutefois un grand nombre d'observations pour être représentatif des différentes morphologies de croisements. Une autre solution consiste à évaluer en moyenne la connectivité des réseaux de fissures en quantifiant directement la densité de points de fuite lors des essais de perméabilité. Cette valeur pourrait alors servir à recalibrer phénoménologiquement le mésomodèle en définissant un taux de connectivité.

Enfin, les essais réalisés ne permettent pas d'évaluer entièrement l'effet du cisaillement plan sur la fissuration transverse, tant sur les critères en déformation et en énergie que sur les interactions. Des essais sur des stratifications du type  $[+θ/-θ]_s$ ,  $[+θ/0/-θ]_s$  ou  $[0/+θ/0/-θ]_s$  avec  $45^\circ < θ < 90$  permettraient d'introduire différentes proportions de cisaillement. Il est cependant important de rappeler que ces stratifica-

---

tions sont sujettes à des effets de bords et que cela implique, pour quantifier les taux de fissures à cœur, des observations au microscope après coupe ou par tomographie. Ce travail recoupe celui proposé ci-dessus sur l'effet des interactions.

**Travaux complémentaires et perspectives sur la prévision des chemins et débit de fuite.** La quantité d'information requise pour identifier un mésomodèle de prédiction des chemins et du débit de fuite d'une part, et la lourdeur des protocoles expérimentaux à mettre en place pour accéder aux informations pertinentes d'autre part, conduisent à compléter les essais physiques par des expérimentations numériques aussi appelées essais virtuels. Ces essais virtuels consistent à réaliser des simulations à l'échelle micro ou méso sur des cellules endommagées.

Avec cette démarche, les essais physiques deviennent parcimonieux puisqu'ils sont utilisés pour identifier et valider les simulations. Cette approche est déjà utilisée dans ces travaux de thèse à travers les simulations sur des cellules en deux dimensions comportant un seul pli endommagé. L'idée serait d'étendre ces simulations à des cellules en trois dimensions comportant plusieurs plis endommagés afin d'étudier l'effet des interactions. Ces simulations pourraient être utilisées pour corriger le critère non-local en déformation mais également pour définir les énergies restituées en fonction de la longueur des fissures dans le plan de stratification en présence de fissures dans un pli adjacent. La longueur moyenne des fissures deviendrait un paramètre du mésomodèle utilisé pour définir le taux de croisement à chaque interface.

D'autres simulations représentant explicitement les constituants de la microstructure (fibres et matrice) pourraient permettre d'étudier les conditions conduisant ou non à la connexion des fissures transverses entre deux plis adjacents. Une étude statistique sur différentes morphologies de microstructure permettrait d'identifier un taux de connectivité moyen à l'échelle mésoscopique. Concernant la prédiction du débit de fuite, en appliquant une démarche similaire, des simulations d'écoulement sur des cellules endommagées pourraient servir à identifier un mésomodèle de perméabilité.

**Perspectives technologiques et exploitation industrielle.** Au-delà de ces perspectives dans la continuité directe du travail réalisé, cette thèse suscite des réflexions et des perspectives technologiques et scientifiques plus larges.

Les observations réalisées ont montré que certains croisements entre fissures de plis adjacents ne présentaient pas de connexion. Ce constat peut sans doute être attribué aux nodules thermoplastiques présents dans la matrice M21 qui augmentent la ductilité aux interfaces et repoussent ainsi l'apparition des microdélaminages. Les

prochaines études porteront sans doute sur une autre matrice ne présentant pas de nodules thermoplastiques. Il faudra évaluer la différence de comportement induit par ce changement et l'intégrer éventuellement dans les critères de choix du matériau dans les futures applications.

Ces travaux de thèse ont confirmé l'effet de l'épaisseur des couches sur la fissuration : plus la couche est fine, plus le seuil de fissuration est élevé. Les plis fins d'épaisseur inférieure à 0.1 mm désormais disponibles sur le marché sont donc de bons candidats pour améliorer la perméabilité. Cependant, le surcoût engendré par l'augmentation du nombre de plis à déposer conduirait à utiliser un ou quelques plis fins pour créer une barrière de plis non fissurés, et des plis plus épais pour le reste de la stratification. Ce concept de pli barrière doit toutefois être validé car les interactions entre les endommagements de plis adjacents pourraient disqualifier cette stratégie. L'absence de fissuration transverse lorsque le cisaillement est prépondérant sur le chargement transverse pourrait être également exploitée pour créer un pli barrière.

Le concept de pli barrière conduit à choisir des orientations et éventuellement des épaisseurs de pli repoussant jusqu'au chargement maximal la fissuration transverse dans au moins un pli. L'optimisation de la conception consiste alors à définir le nombre, ainsi que l'orientation et l'épaisseur de chaque pli afin de vérifier à la fois les critères de résistance et de perméabilité tout en minimisant le coût engendré par l'utilisation des plis fins. Le nombre de configurations possibles étant considérable, cette optimisation nécessite le recours à des outils adaptés tel que les algorithmes génétiques. Un premier travail a été réalisé dans ce sens [Wahl et al., 2014].

Enfin, parmi les ergols stockés dans les réservoirs de lanceur, la plupart se trouve à des températures très faibles (oxygène liquide :  $-183^{\circ}\text{C}$ ). Ces conditions de cryogénie ont deux effets principaux : la génération de contraintes et de déformations en raison de la différence entre les coefficients de dilatation des fibres et de la matrice, mais également la modification des propriétés mécaniques. En effet, les faibles températures accentuent la fragilité des résines polymères. Ainsi, en collaboration avec le CNES et ArianeGroup, une thèse a démarré en mars 2017 pour étendre aux températures cryogéniques les résultats obtenus à température ambiante. La première étape consistera à vérifier, comme le suggèrent certaines références bibliographiques, que les mécanismes d'endommagements sous sollicitation thermomécanique à froid sont similaires à ceux obtenus à température ambiante. Pour cela, des observations de l'endommagement après chargement thermomécanique seront réalisées. Si c'est le cas, les modélisations existantes pourront être utilisées à condition d'identifier l'ensemble des paramètres matériau sur la plage de température visée. Ceci consti-

---

tuera la seconde étape. Dans ce cadre, les essais virtuels évoqués précédemment sur cellules en trois dimensions comportant plusieurs plis endommagés pourront être mis en œuvre. Enfin, les dispositifs de mesure de perméabilité seront adaptés afin de réaliser des mesures à basse température dans un congélateur cryogénique. La conception des montages devra alors être entièrement revue afin de maîtriser les dilatations différentielles.



# Bibliographie

- [AirLiquide, 2017] AirLiquide (2017). Encyclopédie des gaz. <https://encyclopedia.airliquide.com/fr>, consulté le 16/08/2017.
- [Alhajahmad et al., 2008] Alhajahmad, A., Abdalla, M. M., and Gürdal, Z. (2008). Design tailoring for pressure pillowing using tow-placed steered fibers. *Journal of Aircraft*, 45(2) :630–640.
- [Allix and Ladevèze, 1992] Allix, O. and Ladevèze, P. (1992). Interlaminar interface modelling for the prediction of delamination. *Composite Structures*, 22(4) :235–242.
- [Bažant, 1999] Bažant, Z. (1999). Size effect on structural strength : A review. *Archive of Applied Mechanics*, 69(9-10) :703–725.
- [Bechel et al., 2006] Bechel, V., Negilski, M., and James, J. (2006). Limiting the permeability of composites for cryogenic applications. *Composites Science and Technology*, 66(13) :2284–2295.
- [Bechel, 2005] Bechel, V. T. (2005). Helium flow through cryogenically pre-conditioned composite laminates. In *Proceedings of the 50th SAMPE international symposium, Long Beach, CA*.
- [Bergoglio and Mari, 2012] Bergoglio, M. and Mari, D. (2012). Leak rate metrology for the society and industry. *Measurement*, 45(10) :2434–2440.
- [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.
- [Bruce et al., 1953] Bruce, G. H., Peaceman, D. W., Rachford, H. H. J., and Rice, J. D. (1953). Calculations of Unsteady-State Gas Flow Through Porous Media. *Journal of Petroleum Technology*, 5(03) :79–92.
- [Camanho et al., 2007] Camanho, P. P., Maimí, P., and Dávila, C. G. (2007). Prediction of size effects in notched laminates using continuum damage mechanics. *Composites Science and Technology*, 67(13) :2715–2727.
- [Caous, 2017] Caous, D. (2017). *Rôle de l'endommagement sur la durée de vie en fatigue des matériaux composites stratifiés : application au domaine éolien*. Thèse de doctorat, Arts et Metiers ParisTech.
- [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. *Compos Part B : Eng*, 127 :15–25.



- [Cercignani, 1969] Cercignani, C. (1969). *Mathematical methods in kinetic theory*. Springer.
- [Cercignani, 1988] Cercignani, C. (1988). The boltzmann equation. In *The Boltzmann Equation and Its Applications*, pages 40–103. Springer.
- [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 *Comptes Rendus des JNC 17*, page 116, Poitiers-Futuroscope, France. AMAC.
- [Curtis, 2003] Curtis, P. T. (2003). Section 8 - Durability Testing of Polymer Composites. In *Comprehensive Composite Materials II - Volume 5*, pages 163–182. Elsevier.
- [Daghia et al., 2015] Daghia, F., Zhang, F., Cluzel, C., and Ladevèze, P. (2015). Thermo-mechano-oxidative behavior at the ply’s scale : The effect of oxidation on transverse cracking in carbon–epoxy composites. *Composite Structures*, 134 :602–612.
- [Darcy, 1856] Darcy, H. (1856). *Les fontaines publiques de la ville de Dijon*. Victor Dalmont.
- [Disdier et al., 1998] Disdier, S., Rey, J., Pailler, P., and Bunsell, A. (1998). Helium permeation in composite materials for cryogenic application. *Cryogenics*, 38(1) :135–142.
- [Dullien, 1992] Dullien, F. A. L. (1992). *Porous media : fluid transport and pore structure*. Academic Press, San Diego.
- [Elber, 1983] Elber, W. (1983). Failure mechanics in low-velocity impacts on thin composite plates. Technical Report NASA-TP-2152, L-15588, NAS 1.60 :2152, NASA.
- [Falcó et al., 2014] Falcó, O., Mayugo, J. A., Lopes, C. S., Gascons, N., and Costa, J. (2014). Variable-stiffness composite panels : Defect tolerance under in-plane tensile loading. *Composites Part A : Applied Science and Manufacturing*, 63 :21–31.
- [Foti et al., 2015] Foti, F., Pannier, Y., Gigliotti, M., Lafarie-Frenot, M. C., Mellier, D., and Luu, T. C. (2015). Fatigue multi-physique de matériaux composites à matrice organique stratifiés et tissés pour applications aéronautiques. In *Comptes Rendus des JNC 19*, Villeurbanne, France. AMAC.
- [Gürdal and Olmedo, 1993] Gürdal, Z. and Olmedo, R. (1993). In-plane response of laminates with spatially varying fiber orientations - Variable stiffness concept. *AIAA Journal*, 31(4) :751–758.
- [Grédiac, 2004] Grédiac, M. (2004). The use of full-field measurement methods in composite material characterization : interest and limitations. *Composites Part A : Applied Science and Manufacturing*, 35(7) :751–761.
- [Grogan et al., 2015] Grogan, D. M., Ó Brádaigh, C. M., and Leen, S. B. (2015). A combined XFEM and cohesive zone model for composite laminate microcracking and permeability. *Composite Structures*, 120 :246–261.

- [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 Brádaigh, C. . (2014b). Damage characterisation of cryogenically cycled carbon fibre/PEEK laminates. *Composites Part A : Applied Science and Manufacturing*, 66 :237–250.
- [Gudmundson and Alpman, 2000] Gudmundson, P. and Alpman, J. (2000). Initiation and growth criteria for transverse matrix cracks in composite laminates. *Composites Science and Technology*, 60(2) :185–195.
- [Guillot, 1997] Guillot, J. (1997). Modélisation et calcul des assemblages vissés. Généralités. In *Techniques de l'ingénieur*, volume Tome 1, pages 1–20. Techniques de l'Ingénieur.
- [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.
- [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 et al., 2014] Hochard, C., Miot, S., and Thollon, Y. (2014). Fatigue of laminated composite structures with stress concentrations. *Composites Part B : Engineering*, 65 :11–16.
- [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.
- [Horsin Molinaro et al., 2016] Horsin Molinaro, H., Hild, F., and Roux, S. (2016). La tomographie en sciences et mécanique des matériaux : voyage aux centres des matériaux. <http://eduscol.education.fr/sti/sites/eduscol.education.fr.sti/files/ressources/techniques/5469/5469-la-tomographie-en-sm-et-mm-ens.pdf>, consulté le 08/08/2017.
- [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, pages 241–248, Dolny, Poland.
- [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) :015113.
- [Kachanov, 1986] Kachanov, L. (1986). *Introduction to continuum damage mechanics*. Springer Netherlands.

- [Klinkenberg, 1941] Klinkenberg, L. J. (1941). *The Permeability Of Porous Media To Liquids And Gases*. American Petroleum Institute.
- [Krajcinovic and Lemaitre, 1987] Krajcinovic, D. and Lemaitre, J. (1987). *Continuum damage mechanics - Theory and applications*. CISM Course, Springer-Verlag, Berlin.
- [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*, 42(16) :1619 – 1638.
- [Ladeveze and Le Dantec, 1992] Ladeveze, P. and Le Dantec, E. (1992). Damage modelling of the elementary ply for laminated composites. *Composites Science and Technology*, 43(3) :257–267.
- [Ladeveze and Lubineau, 2002] Ladeveze, P. and Lubineau, G. (2002). An enhanced mesomodel for laminates based on micromechanics. *Composites Science and Technology*, 62(4) :533–541.
- [Ladevèze, 1992] Ladevèze, P. (1992). A damage computational method for composite structures. *Computers & 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.
- [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, France.
- [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.
- [Le Gall et al., 2017] Le Gall, T., Godin, N., Monnier, T., and Fusco, C. (2017). Modélisation de l'Emission Acoustique : aide à l'identification de paramètres pertinents pour décrire l'endommagement des matériaux composites. In *Comptes Rendus des JNC 20*, pages 175–184, Champs sur Marne, France. AMAC.
- [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.
- [Lemaitre et al., 2009] Lemaitre, J., Chaboche, J.-L., Benallal, A., and Desmorat, R. (2009). *Mécanique des matériaux solides-3eme édition*. Dunod.
- [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.
- [Lukaszewicz et al., 2012] Lukaszewicz, D. H. J. A., Ward, C., and Potter, K. D. (2012). The engineering aspects of automated prepreg layup : History, present and future. *Composites Part B : Engineering*, 43(3) :997–1009.
- [Maire and Withers, 2014] Maire, E. and Withers, P. J. (2014). Quantitative X-ray tomography. *International Materials Reviews*, 59(1) :1–43.
- [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*. PhD thesis, Université Bordeaux I.
- [Mallick et al., 2004] Mallick, K., Cronin, J., Arzberger, S., Tupper, M. L., Grimes-Ledesma, L., Lewis, J., Paul, C., and Welsh, J. (2004). *Ultralight linerless composite tanks for in-space applications*. Pasadena, CA : Jet Propulsion Laboratory, National Aeronautics and Space Administration.
- [Mallick et al., 2005] Mallick, K., Cronin, K., Ryan, K., Arzberger, S., and Munish, N. (2005). An Integrated Systematic Approach to Linerless Composite Tank Development. In *proceedings of the 46th AIAA/ASME/ASCE/AHS/ASC Structures, Structural Dynamics, and Materials Conference*, Austin, Texas.
- [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.
- [Nair and Roy, 2007] Nair, A. and Roy, S. (2007). Modeling of permeation and damage in graphite/epoxy laminates for cryogenic tanks in the presence of delaminations and stitch cracks. *Composites Science and Technology*, 67(11–12) :2592–2605.
- [Nairn, 2000] Nairn, J. A. (2000). Matrix microcracking in composites. In *Comprehensive composite materials. Vol.2, Polymer matrix composites*, volume 2, pages 403–432. Elsevier.
- [Nairn and Hu, 1992] Nairn, J. A. and Hu, S. (1992). The initiation and growth of delaminations induced by matrix microcracks in laminated composites. *International Journal of Fracture*, 57(1) :1–24.
- [Önder, 2007] Önder, A. (2007). *First failure pressure of composite pressure vessels*. Thesis of Applied Science, Dokuz Eylül University.
- [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.

- [Payan and Hochard, 2002] Payan, J. and Hochard, C. (2002). Damage modelling of laminated carbon/epoxy composites under static and fatigue loadings. *International Journal of Fatigue*, 24(2-4) :299–306.
- [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.
- [Rastiello et al., 2014] Rastiello, G., Boulay, C., Dal Pont, S., Tailhan, J.-L., and Rossi, P. (2014). Real-time water permeability evolution of a localized crack in concrete under loading. *Cement and Concrete Research*, 56 :20–28.
- [Roy and Benjamin, 2004] Roy, S. and Benjamin, M. (2004). Modeling of permeation and damage in graphite/epoxy laminates for cryogenic fuel storage. *Composites Science and Technology*, 64(13–14) :2051–2065.
- [Salvo et al., 2010] Salvo, L., Suéry, M., Marmottant, A., Limodin, N., and Bernard, D. (2010). 3d imaging in material science : Application of X-ray tomography. *Comptes Rendus Physique*, 11(9) :641–649.
- [Shirinzadeh et al., 2004] Shirinzadeh, B., Alici, G., Foong, C. W., and Cassidy, G. (2004). Fabrication process of open surfaces by robotic fibre placement. *Robotics and Computer-Integrated Manufacturing*, 20(1) :17–28.
- [Tual et al., 2013] Tual, N., Carrère, N., and Diakhaté, M. (2013). Multiscale model based on a finite fracture approach for the prediction of damage in laminate composites. In *Proceedings of the 19th International Conference on Composite Material*, Montréal, Canada.
- [Wahl et al., 2014] Wahl, J.-C., Bois, C., Laeuffer, H., and Gillet, A. (2014). Mechanical behavior and gas permeability of composites vessels. In *Proceedings of the 4th International Carbon Composites Conference*, Arcachon, France.
- [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(1-2) :375–401.
- [Whitney and Nuismer, 1974] Whitney, J. and Nuismer, R. (1974). Stress Fracture Criteria for Laminated Composites Containing Stress Concentrations. *Journal of Composite Materials*, 8(3) :253 –265.
- [Xu and Sankar, 2008] Xu, J. and Sankar, B. V. (2008). Prediction of stitch crack evolution and gas permeability in multidirectional composite laminates. *Composites Part A : Applied Science and Manufacturing*, 39(10) :1625–1631.
- [Xu et al., 2008] Xu, J., Sankar, B. V., and Bapanapalli, S. (2008). Finite Element Based Method to Predict Gas Permeability in Cross-ply Laminates. *Journal of Composite Materials*, 42(9) :849–864.
- [Yamada and Jones, 1980] Yamada, S. E. and Jones, A. H. (1980). A Review of a Pulse Technique for Permeability Measurements. *Society of Petroleum Engineers Journal*, 20(05) :357–358.
- [Yokozeki et al., 2002] Yokozeki, T., Aoki, T., and Ishikawa, T. (2002). Transverse cracking in CFRP laminates with angled plies. In *Proceedings of the 43rd AIAA/ASME/ASCE/AHS/ASC Structures, Structural Dynamics, and Materials Conference*, Denver, CO.

- [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.

## CARACTÉRISATION ET MODÉLISATION DES RÉSEAUX DE FISSURES POUR LA PRÉDICTION DE LA PERMÉABILITÉ DES RÉSERVOIRS COMPOSITES STRATIFIÉS SANS LINER

**RESUME :** La conception de réservoirs composites sans liner pour les lanceurs spatiaux nécessite d'étudier la relation entre endommagement et perméabilité dans les matériaux composites stratifiés pour proposer des solutions répondant à la fois aux critères fonctionnels de résistance et de taux de fuite. L'objectif de cette étude est de fournir une description pertinente de l'évolution de l'endommagement à l'échelle mésoscopique (i.e. à l'échelle du pli), et des réseaux de fissures en résultant, afin de prédire l'apparition de fuites à travers les composites stratifiés. Pour ce faire, la démarche mise en œuvre combine modélisation de l'évolution de l'endommagement et essais mécaniques et de perméabilité. Dans un premier temps, des procédures expérimentales spécifiques s'appuyant sur des observations par microscopie optique et par microtomographie sous chargement de traction sont proposées pour caractériser les interactions et l'agencement entre les endommagements des différents plis en termes de seuil de fissuration, de longueur et de position relative des fissures mésoscopiques. Ensuite, pour caractériser la percolation des fissures qui transforme des réseaux de fissures en chemins de fuite, une méthode de mesure de la perméabilité et deux dispositifs expérimentaux sont proposés pour réaliser des mesures de perméabilité sur des tubes sous chargement mono-axial d'une part et bi-axial non-proportionnel d'autre part. Pour les deux chapitres expérimentaux, des résultats obtenus pour différents stratifiés carbone époxy mis en œuvre par placement de fibres automatisé sont présentés. Enfin, un modèle d'endommagement multi-échelles basé sur les énergies de fissuration est introduit pour décrire les cinétiques des endommagements mésoscopiques, et des pistes de réflexion pour le développement d'un méso-modèle de prédiction des densités de points de fuite sont données.

**Mots clés :** composite stratifié, endommagement, fissuration transverse, perméabilité, chemin de fuite.

## CHARACTERISATION AND MODEL OF CRACK NETWORKS TO PREDICT PERMEABILITY IN LINERLESS COMPOSITE VESSELS

**ABSTRACT :** The design of liner-less composite pressure vessels for spatial launchers requires studying the relation between damage and permeability in laminates in order to offer solutions which fulfill strength and leak rate requirements. This study aims at providing a relevant description of damage growth and the resultant network at the meso-scale for leakage prediction. To do so, damage growth modelling is coupled with mechanical and permeability characterization. Two main issues are addressed: crack network formation, by characterizing and modeling the growth and organization of cracks, and percolation and its effects on permeability, which is addressed by permeability measurement and leak path quantification. Several experimental methods based on optical microscopy and micro-tomography observations under tensile loading are proposed. These methods aim at evaluating the damage interaction and pattern of different plies in terms of cracking threshold, cracks length and relative location. Besides, two experimental setups are proposed to assess permeability evolution and percolation of cracks in pipes submitted to mono-axial or bi-axial loading. The results obtained for several carbon epoxy laminates manufactured by Automated Fibre Placement (AFP) are presented. At last, a multi-scale damage model based on energy release rates and finite fracture mechanics is introduced and key issues for developing a damage meso-model dedicated to the prediction of leak path density are established.

**Keywords :** Laminated composites, damage, transverse cracking, permeability, leak path.

