



HAL
open science

Conception et durabilité de réservoirs en composites destinés au stockage de l'hydrogène

Baramee Patamaprohm

► **To cite this version:**

Baramee Patamaprohm. Conception et durabilité de réservoirs en composites destinés au stockage de l'hydrogène. Mécanique des matériaux [physics.class-ph]. Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris, 2014. Français. NNT : 2014ENMP0021 . tel-02018105

HAL Id: tel-02018105

<https://pastel.hal.science/tel-02018105>

Submitted on 13 Feb 2019

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 : Sciences des Métiers de l'Ingénieur

Doctorat ParisTech

T H È S E

pour obtenir le grade de docteur délivré par

l'École nationale supérieure des mines de Paris

Spécialité "Sciences et Génie des Matériaux"

présentée et soutenue publiquement par

Baramée PATAMAPROHM

le 21 février 2014

Thèse confidentielle
(date de fin de 31/01/2019)

**Conception et durabilité de réservoirs en composites
destinés au stockage de l'hydrogène**

Directeur de thèse : **Jacques RENARD**

Jury

M. Abbas TCHARKHTCHI, Professeur, Arts et Métiers ParisTech
M. Yvon CHEVALIER, Professeur, Supméca Saint-Ouen
Mme Michelle SALVIA, Maître de conférences, Ecole Centrale de LYON, LTDS
M. Fabien NONY, Docteur, CEA, le Ripault, Monts
M. Jacques RENARD, Directeur de Recherche, Mines ParisTech
M. Pongsak NIMDUM, Docteur, Mines ParisTech

Président
Rapporteur
Rapporteur
Examineur
Examineur
Examineur

**T
H
È
S
E**

CONFIDENTIEL ENDEMAT 31/ 01/2019

Remerciements

Je tiens tout d'abord à remercier mon directeur de thèse Jacques Renard pour m'avoir accordé très largement leur confiance pour ces travaux de recherche. J'ai beaucoup apprécié sa disponibilité et nos échanges sur les différents thèmes abordés dans la thèse. Il a permis au projet de trouver son chemin avec sérénité.

En parallèle, je tiens à remercier l'ANR pour le financement du projet ENDEMAT, dans lequel s'inscrit ce projet de thèse. Je voudrai également remercier le CEA qui a piloté le projet et les autres partenaires du projet ENDEMAT.

Je remercie vivement les membres du jury pour avoir accepté d'évaluer mon travail de thèse. Merci à Abbas TCHARKHTCHI de m'avoir fait l'honneur d'être président du jury, aux Yvon CHEVALIER et Michelle SALVIA d'avoir accepté la fonction de rapporteurs et à Fabien NONY d'avoir été membre du jury.

Des remerciements appuyés vont également à l'ensemble des personnes extraordinaires de l'équipe CAM (Composites, Assemblages Multi-matériaux). Je pense notamment à Yves FAVRY et Jean-Christophe TESSEIDRE qui ont su apporter toutes leurs compétences à cette étude.

Merci aussi à Vladimir GANTCHENKO et Sébastien JOANNES pour leur disponibilité et leur contribution.

Je tien ensuite à remercier très sincèrement Pongsak NIMDUM, mon co-encadrement de la thèse et notre grand frère de « Thai Team ». Tu m'as apporté beaucoup de chose durant ces dernières années. Merci pour tout.

Mes remerciements vont également à l'ensemble des collègues doctorants du Centre des Matériaux avec qui j'ai partagé de très bons moments : Naruepon, Ekkarin, Arruck, Mamane, Mamadou, Georges, Jonathan, Josserand, Vincent, Michel, Yang, Adrien, Rim, Wassim, Yassine, Laurent, Cédric, Ken...

Je remercie également Liliane LOCICERO, Konaly SAR, Catherine ROUIL, Véronique MATOS et Véronique DIAMANTINO pour ses disponibilités ont facilité les démarches administratives et ses gentillesse.

Je souhaite aussi remercier mes amis thaïlandais. Nous somme passé de bons moments ensemble durant tout mon parcours académique en France.

Enfin, je voudrais remercier mes parents et ma famille qui m'ont toujours soutenu et encouragé. Merci à ma chère, Thitima « Lexy », pour m'avoir soutenu, motivé et encouragé tout au long des ces années.

Table des matières

Introduction	1
Chapitre I - Contexte Industriel de la thèse	5
I.1 Conception des réservoirs en composites	6
I.2 Problèmes et objectifs de l'étude	7
Chapitre II - Présentation du matériau et du réservoir	8
II.1 Les matériaux composites en général	9
II.1.1 Les fibres de carbone	9
II.1.2 Les matrices époxy	10
II.1.3 Les composites stratifiés	10
II.1.3.1 Les échelles usuelles de travail	10
II.1.3.2 Les différents repères liés aux stratifiés	11
II.1.3.3 Comportement mécanique du pli unidirectionnel	11
II.1.3.4 Endommagement et mécanismes d'endommagement	12
II.2 Les réservoirs bobinés en composite	13
II.2.1 Enroulement filamentaire	13
II.2.2 Endommagement dans les réservoirs composites	14
II.2.3 Fabrication du réservoir dans le cadre de l'étude	15
II.2.3.1 Description du procédé de fabrication	15
II.2.3.2 Contrôle de réservoir fabriqué	18
II.2.3.3 Les matériaux composites représentatifs	18
Chapitre III - Caractérisation du composite	20
III.1 Introduction	21
III.2 Essais de traction sur fibre unitaire	21
III.2.1 Objectifs	21
III.2.2 Eprouvettes et moyens d'essais	21
III.2.3 Résultats expérimentaux	22
III.3 Essais de traction sur composite carbone/époxy	24
III.3.1 Objectifs	24
III.3.2 Eprouvettes et moyens d'essais	24
III.3.3 Méthode d'observation de l'endommagement	26
III.3.3.1 Microscope optique	26
III.3.3.2 Emission acoustique	27
III.3.4 Résultats expérimentaux	29
III.3.4.1 Caractérisation du comportement	29
III.3.4.2 Endommagement et mécanismes d'endommagement	33
III.3.4.2.1 Rupture de fibres	33
III.3.4.2.2 Fissuration transverse	34
III.3.4.2.3 Délaminage	38
III.4 Analyse de la température de transition vitreuse du composite	40
III.4.1 Objectifs	40
III.4.2 Analyse thermomécanique DMTA	41
III.5 Analyse la fraction volumique de fibres du composite	42

III.5.1 Objectifs	42
III.5.2 Analyse d'images	43
III.5.3 Analyse par pyrolyse.....	44
III.5.4 Comparaison des résultats locaux et globaux.....	45
Chapitre IV - Caractérisation de l'embase et du liner	47
IV.1 Introduction.....	48
IV.2 Essais de traction sur embase.....	48
IV.2.1 Objectifs	48
IV.2.2 Eprouvettes et moyens d'essais.....	48
IV.2.3 Résultats expérimentaux	49
IV.3 Essais de traction sur liner	51
IV.3.1 Objectifs	52
IV.3.2 Eprouvettes et moyens d'essais.....	52
IV.3.3 Résultats expérimentaux	52
IV.4 Essais Arcan-Mines sur la liaison embase-liner	53
IV.4.1 Objectifs	54
IV.4.2 Eprouvettes, dispositif Arcan-Mines et moyens d'essais.....	54
IV.4.3 Résultats expérimentaux	56
Chapitre V - Caractérisation du réservoir de l'étude	60
V.1 Introduction	61
V.2 Essais sur réservoirs 2L.....	61
V.2.1 Objectifs	61
V.2.2 Réservoirs 2L et moyens d'essais.....	61
V.2.3 Moyens de mesures de l'état de déformation	62
V.2.3.1 LVDT et jauges de déformation	62
V.2.3.2 Analyse d'images.....	63
V.2.4 Méthode d'observation de l'endommagement : émission acoustique.....	64
V.2.5 Résultats expérimentaux.....	64
V.2.5.1 Analyse de l'état de déformation	64
V.2.5.2 Analyse des signaux acoustiques	70
V.3 Analyse de la fraction volumique du réservoir	71
V.3.1 Objectifs	71
V.3.2 Analyse d'images	72
V.3.3 Analyse par pyrolyse	75
V.3.4 Comparaison des résultats	77
Chapitre VI - Critère de rupture des fibres : approche probabiliste	78
VI.1 Introduction.....	79
VI.2 Synthèse bibliographique.....	79
VI.3 Echelle microscopique.....	81
VI.3.1 Distribution des contraintes à rupture de fibres et longueur inactive.....	81
VI.3.2 Choix du VER : taille, Vf, arrangement.....	82
VI.3.3 Homogénéisation et conditions aux limites périodiques.....	85
VI.3.4 Comportements des constituants.....	86
VI.3.5 Chute de la rigidité des fibres rompues et raffinement du maillage.....	87
VI.3.6 Processus du calcul	88
VI.3.7 Résultats numériques	91
VI.4 Echelle macroscopique	95
VI.4.1 Simulation de l'éprouvette composite unidirectionnelle.....	95
VI.4.2 Dispersions de la fraction volumique locale/globale et effet d'échelle du changement de taille du VER.....	95
VI.4.3 Comportement du VER et chute de la rigidité du VER rompu.....	97
VI.4.4 Processus du calcul	98

VI.4.5 Résultats numériques et validation du critère	100
VI.5 Effet de la température.....	102
VI.5.1 Identification du comportement de la résine.....	102
VI.5.2 Prise en compte de l'effet température dans le modèle multiéchelle.....	103
VI.5.3 Résultats numériques et validation de la prise en compte de l'effet de température.....	104
Chapitre VII - Simulation numérique du réservoir composite	106
VII.1 Introduction	107
VII.2 Architecture du composite et géométrie du dôme.....	107
VII.3 Maillage et conditions aux limites du réservoir.....	109
VII.4 Comportement des composites.....	110
VII.5 Modèles d'endommagement	112
II.5.1 Partie composite	112
II.5.1.1 Rupture des fibres	112
II.5.1.2 Fissuration des plis.....	114
II.5.1.3 Délaminage	117
II.5.2 Embase-liner.....	118
II.5.2.1 Plastification de l'embase	118
II.5.2.3 Décohésion à l'interface embase-liner	118
VII.6 Résultats numériques.....	118
II.6.1 Calcul d'éclatement du réservoir.....	118
II.6.2 Effet de la température	124
VII.7 Effet des jeux : analyse des jeux dans le dôme.....	125
VII.8 Critère probabiliste vs déterministe (Hashin).....	127
Chapitre VIII - Recommandation sur l'embase et la coque composite	129
VIII.1 Introduction.....	130
VIII.2 Recommandations sur l'embase.....	130
VIII.3 Recommandations sur la coque composite	133
Conclusions et perspectives	137
Référence bibliographiques	141
Annexe	149

Introduction

Actuellement, la menace qui pèse sur notre environnement, en raison de l'utilisation d'énergies fossiles (pétrole, gaz, carbone), devient de plus en plus pressante. Cette menace ne contribue pas seulement à épuiser les réserves naturelles mais contribue aussi à augmenter les gaz à effet de serre et les émissions polluantes. Les énergies propres, énergies qui produisent une quantité faible de polluants, sont essentiellement requises pour remplacer les systèmes énergétiques actuels. Parmi les candidats potentiels, l'hydrogène apparaît comme un vecteur énergétique particulièrement intéressant car il est à la fois inépuisable, non polluant et peut être produit à partir de l'eau. L'utilisation de l'hydrogène, moyennant des convertisseurs efficaces comme les piles à combustible (PAC), constitue un vecteur énergétique prometteur dans l'optique de la construction de véhicules propres (ZEV : Zero Emission Vehicle). L'hydrogène devrait donc jouer dans l'avenir un rôle important dans le cadre du développement durable.

Pour que l'hydrogène puisse réellement devenir le vecteur énergétique de demain, il faut qu'il soit disponible à tous moments. Dans ce contexte mettre au point des modes de transport, de stockage et de distribution efficaces, représente un enjeu crucial. Aujourd'hui, le stockage de l'hydrogène reste la solution la plus satisfaisante dans l'attente de spécifications techniques et économiques des industriels qui soient stables. Il existe trois stratégies différentes de stockage selon l'état de l'hydrogène (solide, liquide et gazeux). Son conditionnement sous forme gazeuse reste néanmoins l'option la plus prometteuse. Le stockage sous forme de gaz comprimé à de très hautes pressions apparaît à l'heure actuelle comme la solution présentant le meilleur compromis en termes de densité massique et volumétrique.

Des progrès concernant le mode et les pressions de stockage ont été faits en passant de 200 bar à 350 bar dans le cas des bouteilles distribuées dans l'industrie. A présent, les développements se tournent vers des réservoirs pouvant supporter des pressions de 700 bar. Les réservoirs de stockage gazeux hyperbare peuvent être classés en quatre catégories selon leurs matériaux constitutifs.

- Les réservoirs de « type I » sont entièrement métalliques. Ces réservoirs présentent l'inconvénient d'avoir une masse importante et ainsi des densités de stockage faibles (de l'ordre de 1.2%). Par ailleurs les pressions maximales de stockage sont limitées à 300 bar.
- Les réservoirs de « type II » sont métalliques avec un fretage en partie cylindrique. Ces réservoirs présentent néanmoins les mêmes inconvénients que ceux de type I. En dépit d'une densité de stockage supérieure (1.4%) grâce à une diminution de masse, l'augmentation de pression de stockage reste mineure.
- Les réservoirs de « type III » sont en matériaux composites avec un liner (revêtement interne) métallique. Cette combinaison permet d'atteindre des pressions plus élevées (jusqu'à 700 bar). Les principaux inconvénients se situent au niveau de la résistance à la fatigue qui reste encore faible tandis que la masse de l'ensemble demeure encore élevée.
- Les réservoirs de « type IV » sont des réservoirs en composites (principalement en fibres de carbone) avec un liner en polymère (thermoplastique ou thermodurcissable). Dans ce cas, le liner ne supporte pas la charge, il assure seulement l'étanchéité à l'hydrogène. Les propriétés particulières des polymères permettent d'allonger considérablement la durée de vie en fatigue du réservoir et leur faible densité permet de diminuer la masse totale de l'ensemble. Cette combinaison permet d'atteindre des niveaux de pression élevés comparables à ceux des réservoirs de type III (700 bar). Le stockage de l'hydrogène de type IV est à l'heure actuelle la technologie la plus avancée.

Bien que le développement des réservoirs de type IV ait débuté au CEA en 1998, à l'heure actuelle la solution la plus satisfaisante, compte tenu de l'ensemble des spécifications techniques et économiques formulées par les industriels, n'est pas encore définie. Au-delà de l'acceptabilité sociale à court et long terme de ces systèmes, un réservoir mal dimensionné peut avoir des conséquences très préjudiciables en termes de sûreté, de fiabilité, de performance et de coût. Pour améliorer les performances et la durabilité des réservoirs, des progrès sont encore nécessaires.

C'est dans ce contexte que s'inscrit ce travail de thèse. Nous avons étudié le stockage de l'hydrogène dans des réservoirs de type IV, en composites carbone/époxy pour des applications dans le domaine des transports. Notre objectif est d'identifier les mécanismes d'endommagement spécifiques

des différents constituants des réservoirs, de déterminer leur durabilité en conditions normales de service (hors accident/incident) et de rétroagir sur les technologies, outils de conception, d'élaboration, de caractérisation voir de qualification de ces réservoirs.

Pour atteindre ces objectifs, différentes étapes ont été nécessaires : (i) caractériser le comportement mécanique et physique des matériaux utilisés, (ii) suivre l'évolution des endommagements au cours des chargements quasi-statiques ainsi que la durabilité en températures extrêmes (-40°C à 85°C), (iii) effectuer des simulations multi-échelles afin de développer des bases de données liées aux propriétés physiques des matériaux et à leur endommagement puis (iv) fournir aux bureaux d'études des lois de comportement et des critères de dimensionnement pour la simulation des réservoirs complets.

L'ensemble de cette démarche est présenté dans ce mémoire de thèse et s'articule en huit chapitres :

Les chapitres 1 et 2, porte sur la présentation du contexte industriel et du matériau étudié. Le premier chapitre aborde brièvement la conception des réservoirs en composite puis les problèmes et les objectifs industriels de l'étude. Le deuxième chapitre traite de généralités sur les matériaux composites à matrice therm durcissable renforcée par des fibres de carbone continues, pour ensuite se focaliser sur les différents mécanismes d'endommagement des composites. Enfin, nous présentons le procédé de fabrication du réservoir, les éléments constitutifs et les mécanismes d'endommagement associés.

Les chapitres 3, 4 et 5, envisagent la caractérisation des matériaux constitutifs du réservoir en composite. Le troisième chapitre présente la caractérisation associée au matériau composite. Elle débute par la détermination de la distribution de la contrainte à rupture des fibres de carbone, réalisée par l'essai sur fibre unitaire. Cette distribution est nécessaire pour établir le modèle de rupture du composite par une approche probabiliste. La caractérisation du comportement du composite est ensuite effectuée à l'aide d'essais de traction jusqu'à rupture, aux différentes températures, sur des éprouvettes composite ayant les séquences d'empilement classiques: (0°_8) , (90°_8) et (45°_8) . Ces essais, effectués à trois températures, permettent d'obtenir la matrice de rigidité d'un composite orthotrope. Cette matrice permet de connaître le comportement élastique dans n'importe quelle direction de sollicitation via la théorie des stratifiés. Pour les endommagements du composite, les trois modes d'endommagement sont étudiés en utilisant les trois séquences (0°_8) , $(0^{\circ}_2, 90^{\circ}_2)_S$ et $(0^{\circ}_2, \pm 30^{\circ}_2)_S$ dédiées respectivement à la rupture de fibres, à la fissuration matricielle et au délaminage. La microscopie optique et la technique d'émission acoustique (EA) ont été utilisées pour étudier la cinétique de ces endommagements. Leur évolution selon la température et leur influence sur le comportement du composite ont été examinés. L'identification de la température de transition vitreuse est réalisée à l'aide de l'analyse thermique DMTA. La fraction volumique est identifiée par analyse d'image et par pyrolyse, afin d'avoir la distribution de la fraction volumique à différentes échelles dans une plaque composite. Cette distribution est également intégrée au niveau du modèle probabiliste.

Le quatrième chapitre porte sur la caractérisation du comportement mécanique de l'embase et du liner. Ces deux éléments secondaires du réservoir composite jouent un rôle important pour l'étanchéité à l'hydrogène. Les comportements des matériaux de ces deux constituants sont déterminés à l'aide d'essais de traction jusqu'à rupture. Le comportement du liner en matériau polymère étant sensible à la température, des essais sont effectués à différentes températures. La liaison embase-liner est caractérisée à l'aide du dispositif expérimental spécifique dit « Arcan-Mines » dispositif particulièrement bien adapté pour l'étude des interfaces. Les paramètres du critère de décollement embase-liner sont déterminés avec ce montage.

Le cinquième chapitre présente l'étude sous pression du réservoir composite 2L. Les deux campagnes d'essais de pressurisation réalisées permettent de mettre en évidence l'état de déformation lors de la mise en pression des réservoirs. Deux types d'essais ont été effectués. Le premier consiste en des charges-décharges à température ambiante. Le deuxième est un essai de fluage à 750 bar et à une température de 85°C pendant 24h. Pour le premier type d'essai, plusieurs moyens de mesure de l'état de déformation ont été utilisés: capteur LVDT, jauges résistives de déformation et corrélation d'images. Ces techniques permettent d'analyser les champs de déformation locaux et globaux en plusieurs endroits du réservoir. Le capteur de déplacement LVDT est le seul moyen de mesure de l'état de déformation utilisé dans le cas de l'essai à 85°C. L'évolution de l'endommagement a été suivie par émission acoustique. Comme pour l'éprouvette laboratoire, la fraction volumique du réservoir a été

identifiée en utilisant deux techniques: analyse d'images et pyrolyse. La fraction volumique du réservoir a été comparée à celle d'une plaque composite.

Les chapitres 6, 7 et 8 sont consacrés aux simulations numériques en utilisant les comportements caractérisés ainsi que les connaissances des endommagements associés. Le sixième chapitre présente le modèle de rupture du composite par l'approche probabiliste établie à l'aide du calcul multi-échelle par élément finis. Cette modèle est compatible avec l'architecture composite présentant la rupture des fibres comme mode d'endommagement principal. La distribution de la contrainte à rupture des fibres de carbone, caractérisée à l'échelle microscopique, est utilisée pour prédire la rupture du composite à l'échelle plus grande dite macroscopique représentée par l'éprouvette de laboratoire. Le VER (Volume Élémentaire Représentatif) est défini en prenant en compte la distribution de la contrainte à rupture des fibres, la fraction volumique et l'arrangement des fibres. L'effet du changement de la taille du VER est pris en compte par la distribution de la fraction volumique à différentes échelles. La chute de la rigidité du VER rompu est également prise en compte. La méthode multi-tirage est introduite afin de prendre en compte toutes les variations du matériau. L'effet de la température est ensuite introduit dans un modèle via le comportement de la résine. En utilisant les résultats expérimentaux obtenus sur les éprouvettes composites, ce modèle est finalement validé.

Le septième chapitre s'intéresse à la simulation numérique du réservoir composite. Les objectifs visent à prédire la pression d'éclatement du réservoir ainsi que sa raideur, (à savoir le déplacement global axial et radial du réservoir). Le calcul d'éclatement par éléments finis est réalisé en introduisant plusieurs modèles d'endommagement : (i) le critère d'amorçage du délaminage aux interfaces composites, (ii) la dégradation par fissuration transverse, (iii) la dégradation par le modèle probabiliste de rupture des fibres, (iv) le critère de décollement de l'interface embase-liner et (v) la plastification de l'embase. L'évolution de l'angle des couches composites due au procédé d'enroulement filamentaire dans le dôme, est également pris en compte. La rupture des fibres étant considérée comme le mode prépondérant dans l'éclatement du réservoir, la rupture des fibres sera considérée comme le mécanisme d'endommagement dimensionnant pour simuler l'éclatement du réservoir. Les jeux entre les interfaces des matériaux dans les zones du dôme, considérés comme des défauts de fabrication, sont pris en compte afin d'expliquer les non linéarités du début de mise en pression. Enfin, la comparaison entre le modèle probabiliste et le critère déterministe d'Hashin montre que le modèle progressif probabiliste donne une pression d'éclatement du réservoir composite très voisine de son homologue.

Après la mise en place d'outils numériques fiables capables de prédire l'éclatement du réservoir composite, Le huitième chapitre porte sur l'application de ces outils numériques. Il présente l'utilisation des outils numériques permettant de donner des recommandations pour les différentes parties du réservoir: embase et coque composite. Le but principal des recommandations est d'améliorer les performances du réservoir en minimisant les valeurs des variables d'endommagement et de diminuer la masse du composite liée directement au coût de réservoir. Un des problèmes est le choix de la géométrie et du matériau de l'embase. L'embase ne doit pas être plastifiée pour assurer la durabilité de la liaison embase liner d'un point de vue mécanique et éviter les fuites. La configuration de la coque composite issue d'une technique d'optimisation, est proposée afin de minimiser la masse de la coque composite tout en conservant la pression d'éclatement. Une démarche d'optimisation « déterministe-probabiliste » est introduite en bénéficiant de l'avantage de chacune des approches. Parmi toutes les solutions, un réservoir optimisé est finalement retenu.

Pour terminer, on mentionnera que cette étude a été réalisée dans le cadre projet ENDEMAT (ENdommagement DEs MATériaux constitutifs des réservoirs de stockage gazeux de type IV), financé par l'ANR (réseau ANR-08-PANH-007), associant les industriels AIR LIQUIDE, le CEA et la société RAIGI, ainsi que des laboratoires de recherche : l'ENSAM et le Centre des Matériaux de l'Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris.

Chapitre I

Contexte Industriel de la thèse

Dans ce chapitre, nous présentons brièvement la conception des réservoirs en composites puis les problèmes et les objectifs industriels de l'étude.

Sommaire

- I.1 Conception des réservoirs en composites**
 - I.2 Problèmes et objectifs de l'étude**
-

I.1 Conception des réservoirs en composites

Aujourd'hui un « moteur dit propre à rejet d'eau » est réalisé grâce à de l'hydrogène comprimé stocké dans un réservoir hyperbare en composite. Son utilisation associée à des convertisseurs efficaces comme les piles à combustible (PAC), constitue un vecteur énergétique prometteur dans une optique de construire des véhicules dits propres (ZEV : Zero Emission Vehicle). La molécule d'hydrogène que nous utilisons le plus couramment a l'avantage d'être particulièrement énergétique : 1 kg d'hydrogène libère environ 3 fois plus d'énergie qu'1 kg d'essence (soit 120 MJ/kg contre 45 MJ/kg pour l'essence). Cependant, comme l'hydrogène est le plus léger des éléments, il occupe à poids égal, beaucoup plus de volume qu'un autre gaz. Ainsi, pour produire autant d'énergie qu'avec 1 litre d'essence, il faut 4.6 litres d'hydrogène comprimé à 700 bar (la pression optimisée en termes de masse par volume pour l'hydrogène comprimé [Chapelle et Perreux, 2006]). Ces volumes importants représentent une contrainte pour le transport et le stockage embarqué sous forme gazeuse.

L'avantage des réservoirs composites est leur légèreté. Une comparaison des masses par unité de volume montre qu'un réservoir en composite présente une masse inférieure de 25 à 75% à celle d'un réservoir en acier du même volume. De même, un réservoir en fibres de carbone à liner polymère permet de gagner 4% de masse par rapport à son homologue à liner aluminium.

Les réservoirs composites de type IV à liner polymère sont de plus en plus légers, moins chers et ont des durées de vie supérieures (absence de fatigue et de fluage du liner) que les réservoirs à liner aluminium. Des progrès sont surtout recherchés dans le composite (tenue à la pression) et le liner polymère (barrière d'hydrogène). Ces deux éléments sont essentiels dans les réservoirs de type IV, le troisième étant constitué par les embases permettant la connexion de remplissage.

L'assemblage du liner polymère avec les embases métalliques est réalisé en premier lieu par rotomoulage réactif. La coque composite externe est ensuite déposée sur l'intégralité de la surface du liner par enroulement filamentaire (Figure I.1). La couche imprégnée de résine est appliquée sur le liner par un mouvement d'aller-retour qui permet d'obtenir suivant les différents types d'enroulements nécessaires, le bobinage complet du réservoir. La séquence d'empilement retenue pour le composite dans le cas d'un bobinage complet peut varier jusqu'à 90° par rapport à l'axe du réservoir selon la géométrie souhaitée. Dans le cadre d'une optimisation du réservoir, la séquence d'empilement joue un rôle important au niveau de la coque composite. Cet élément est majeur en termes de masse et de coût.

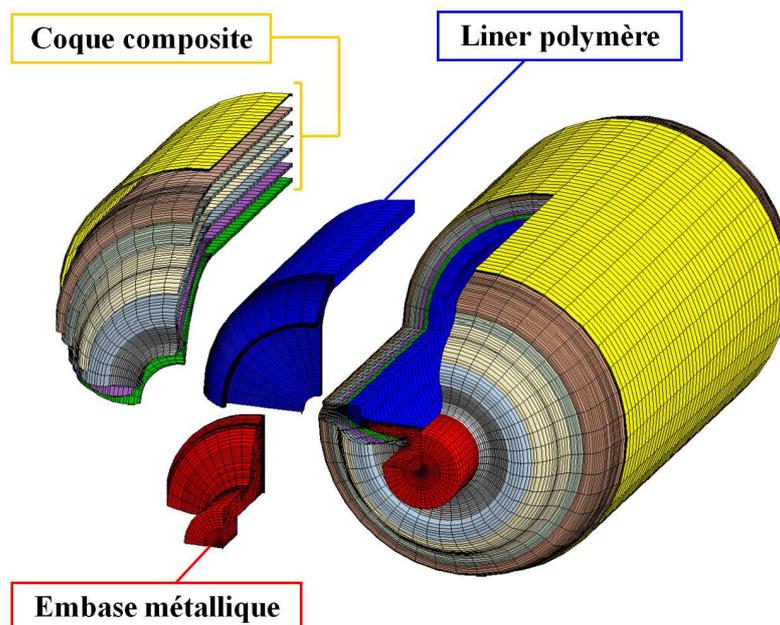


Figure I.1 - Schéma des composants d'un réservoir de type IV

I.2 Problème et objectifs de l'étude

A l'heure actuelle, le stockage de l'hydrogène gazeux sous très haute pression dans les réservoirs de type IV est la technologie la plus mature. Les développements menés par le CEA depuis 1998 ont déjà obtenu des résultats prometteurs [Nony et al., 2008], [Nony et al., 2009]. Cependant le frein majeur qui s'oppose au développement à grande échelle des piles à combustibles (PAC) reste le prix de ces réservoirs, encore très élevé et par conséquent pénalisant pour tout déploiement commercial.

Traditionnellement, la conception, la fabrication, la qualification et l'exploitation des systèmes de stockage du gaz comprimé sont aujourd'hui principalement réalisées selon des méthodes empiriques basées sur des retours d'expérience du gaz naturel (GN) avec des pressions de service pour la très grande majorité de moins de 300bar. Par ailleurs, la superposition de plusieurs coefficients ou marges de sécurité lors de la conception ou de l'élaboration des réservoirs à très haute pression, le manque de consensus et de recherche sur une procédure de qualification et/ou de ré-épreuve adaptée aux réservoirs composites sont autant de facteurs qui témoignent des lacunes de connaissances relatives à l'endommagement et à la durabilité des matériaux constitutifs des réservoirs composites. L'étude des trois composants principaux est nécessaire (la coque composite, le liner polymère et l'embase métallique) aussi bien que l'étude des interfaces des matériaux et de l'ensemble du réservoir complet (Figure I.2).

L'objet de ce travail de thèse est d'abord de caractériser le comportement mécanique et physique des matériaux de l'étude et d'analyser leurs endommagements au cours de chargements quasi-statiques ainsi que leur durabilité pour des températures d'utilisation extrême (-40°C à 85°C). Enfin, nous allons proposer un critère d'endommagement fiable, adapté aux réservoirs de stockage hyperbare de l'hydrogène de type IV en effectuant des simulations multiéchelles en accord avec les propriétés physiques des matériaux.

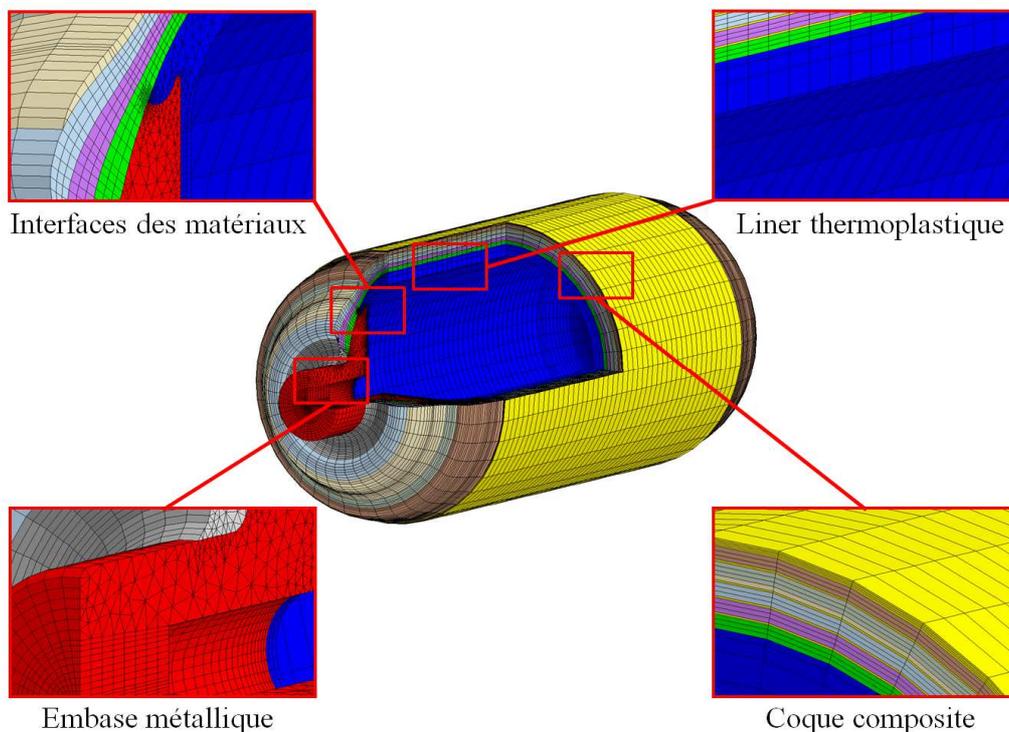


Figure I.2 - Schéma de présentation de l'étude

Chapitre II

Présentation du matériau et du réservoir

Dans ce chapitre, nous présentons le matériau composite à matrice thermodurcissable et également le réservoir de l'étude avec ses trois composants principaux.

Sommaire

II.1 Les matériaux composites en général

II.1.1 Les fibres de carbone

II.1.2 Les matrices époxy

II.1.3 Les composites stratifiés

II.1.3.1 Les échelles usuelles de travail

II.1.3.2 Les différents repères liés aux stratifiés

II.1.3.3 Comportement mécanique du pli unidirectionnel

II.1.3.4 Endommagement et mécanismes d'endommagement

II.2 Les réservoirs bobinés en composite

II.2.1 Enroulement filamentaire

II.2.2 Endommagement dans les réservoirs composites

II.2.3 Fabrication du réservoir dans le cadre de l'étude

II.2.3.1 Description du procédé de fabrication

II.2.3.2 Contrôle de réservoir fabriqué

II.2.3.3 Les matériaux composites représentatifs

II.1 Les matériaux composites en général

Un matériau composite peut être défini comme un assemblage de plusieurs matériaux de natures différentes [Berthelot, 2012], [Bunsell et Renard, 2005], [Renard, 2005], en général une matrice et un renfort fibreux. Le renfort apporte au matériau composite ses performances mécaniques élevées (module et limite d'élasticité, résistance mécanique...) alors que la matrice a pour rôle de transmettre aux fibres les sollicitations mécaniques extérieures et de les protéger vis-à-vis des agressions extérieures.

II.1.1 Les fibres de carbone

Les fibres de carbone utilisées comme renfort présentent un comportement élastique linéaire avec une très bonne tenue thermique et un très faible coefficient de dilation. Elles sont fabriquées à partir du précurseur polyacrylonitrile (PAN) par carbonisation en atmosphère inerte. On trouve deux principales classes de fibres, selon leurs caractéristiques mécaniques qui découlent directement de leur mode d'élaboration :

- les fibres haut module (HM) ayant typiquement un module compris entre 300 à 600 GPa pour une résistance à la rupture comprise entre 3500 et 5000 MPa ;
- les fibres haute résistance ou ténacité (HR ou HT) ayant typiquement une résistance comprise entre 3000 et 7500 MPa avec un module généralement compris entre 200 et 300 GPa.

Dans le cadre de cette étude nous utilisons des fibres haute résistance de type T700SC de chez Toray™. Cette fibre est reconnue comme celle ayant le meilleur rapport « *performance mécanique/prix* » pour les réservoirs de stockage embarqué de l'hydrogène gazeux haute pression (700 bar). Les propriétés physiques et les caractéristiques mécaniques moyennes (données fabricant) sont présentées dans le Tableau II.1.

Propriétés physiques	
Masse volumique (g/cm ³)	1,80
Diamètre des filaments (µm)	7
Propriétés mécaniques	
Module d'Young (GPa)	230
Contrainte à rupture (MPa)	4961
Allongement à rupture (%)	1,80

Tableau II.1 - Propriétés de la fibre de carbone T700SC

La fibre de carbone a la particularité de présenter des valeurs assez dispersées à rupture. La résistance à rupture tend à diminuer avec des longueurs de fibres croissantes. Ceci s'explique par la présence de défauts le long de la fibre, lesquels entraînent que plus la longueur de la fibre augmente plus la possibilité que la fibre contienne un défaut qui l'affaiblisse augmente aussi. La rupture de la fibre est par conséquent contrôlée par la distribution aléatoire de défauts. L'effet d'une distribution aléatoire d'un seul type de défaut sur la résistance d'un solide a été décrit de manière statique par le modèle de Weibull [Weibull, 1951] qui compare la rupture d'un solide à la rupture d'une chaîne dans lequel le maillon le plus faible est déterminant. L'expérimentation sur une fibre unitaire est donc nécessaire pour connaître précisément la fonction de distribution des défauts [Baxevanakis et al., 1995].

II.1.2 Les matrices époxy

Les matrices utilisées dans les matériaux composites ont pour rôle de transférer les sollicitations mécaniques aux fibres et de les protéger de l'environnement extérieur. Elles doivent en conséquence s'adapter aux fibres qu'elles entourent en étant assez déformables et présenter une bonne compatibilité avec elles. Les matrices organiques se divisent en deux grandes familles :

- les matrices thermoplastiques constituées de polymères à chaînes linéaires. Elles sont mises en forme par changement d'état, chauffage et durcissent au cours du refroidissement suivant une transformation réversible.
- les résines thermodurcissables à structure réticulée sans point de fusion. Elles passent de manière irréversible de l'état liquide à l'état solide. Leur mise en œuvre résulte d'une réaction chimique entre une résine de base et un durcisseur ou catalyseur.

Nous utilisons dans notre étude un composite à matrice époxyde. Cette matrice appartient à la classe des polymères thermodurcissables, elle présente un bon accrochage sur les fibres, un faible retrait lors du moulage (de l'ordre de 0.5%) et de bonnes propriétés mécaniques [Barrau et Laroze, 1987]. Les caractéristiques générales de cette résine époxy sont présentées dans le tableau II.2.

Propriétés physiques	
Masse volumique (g/cm ³)	1,18
Propriétés thermiques	
Température de transition vitreuse (°C)	117
Température de transition vitreuse (°C) après 24-Hr faire bouillir dans l'eau	67
Propriétés mécaniques	
Module d'élasticité en traction (GPa)	2,83
Contrainte à rupture en traction (MPa)	68,90
Allongement à rupture (%)	5,30

Tableau II.2 - Propriétés de la résine époxy UF3369

II.1.3 Les composites stratifiés

II.1.3.1 Les échelles usuelles de travail

Généralement, on définit trois échelles de travail (Figure II.1) :

- l'échelle microscopique qui distingue les fibres de la matrice et voit les hétérogénéités les plus fines au sein du matériau ;
- l'échelle mésoscopique qui ne distingue plus les fibres de la matrice mais voit chacun des plis comme étant constitué d'un matériau homogène ;
- l'échelle macroscopique qui ne distingue pas les couches de la séquence d'empilement et voit la stratification dans sa globalité comme une entité homogène.

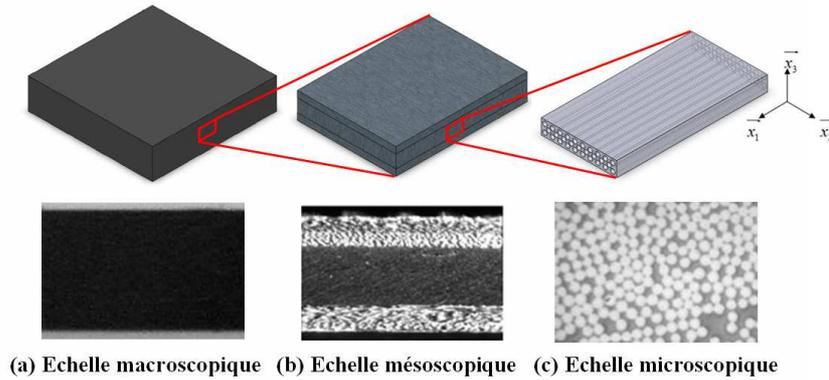


Figure II.1 - Echelle de travail d'un composite stratifié

II.1.3.2 Les différents repères liés aux stratifiés

De manière générale, les stratifiés pour applications structurales, sont constitués de plis composites unidirectionnels (UD). Afin de préciser l'orientation de chacun des plis, on a pour habitude de définir en premier lieu un repère orthonormé de référence associé au stratifié. Ce repère est noté $R = (O, \vec{x}_1, \vec{x}_2, \vec{x}_3)$. Le vecteur \vec{x}_1 définit la direction à partir de laquelle on compte les angles des différents plis. Le vecteur \vec{x}_3 définit la direction perpendiculaire au plan du stratifié (Figure II.2)

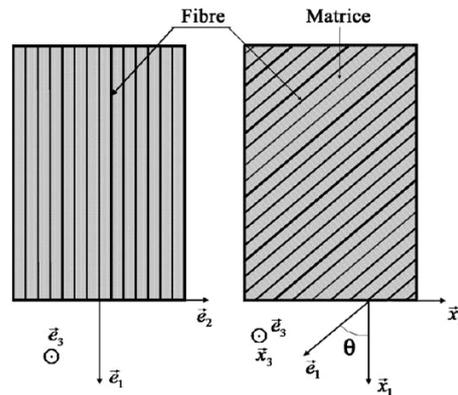


Figure II.2 - Repère global d'un stratifié et repère local d'un pli unidirectionnel

On définit ensuite un repère orthonormé local associé à chacun des plis du stratifié. On considère l'indice i définit le i -ième pli en partant du bas de la stratification. On note ce repère local de la couche i : $R_{loc}^i = (O', \vec{e}_1^i, \vec{e}_2^i, \vec{e}_3^i)$. Le vecteur \vec{e}_1^i définit la direction des fibres et on pose : $\theta_i = (\vec{x}_1, \vec{e}_1^i)$. Enfin, le repère local du pli hors d'une stratification est noté $R_{loc} = (O', \vec{e}_1, \vec{e}_2, \vec{e}_3)$. La direction des fibres est définie par le vecteur \vec{e}_1 et \vec{e}_3 définit la direction orthogonale au plan moyen. La description d'un stratifié constitué par l'empilement de n plis identiques mais désorientés dont les angles sont (en partant du bas) $\theta_1, \theta_2, \dots, \theta_p, \dots, \theta_n$ est usuellement réalisée en écrivant la séquence d'empilement des couches au travers de leurs angles de désorientation de la manière suivante : $(\theta_1^\circ, \theta_2^\circ, \dots, \theta_p^\circ, \dots, \theta_n^\circ)$.

II.1.3.3 Comportement mécanique du pli unidirectionnel

A l'échelle mésoscopique, chacun des plis est considéré comme un matériau homogène qui présente trois plans de symétrie orthogonaux. On suppose que le comportement du matériau composite non endommagé est généralement de type élastique linéaire, orthotrope. Ce comportement peut être

décrit par des constantes de rigidité C_{ij} ou de souplesse S_{ij} (avec $i, j = 1, 2, 3$). La loi de Hooke s'écrit alors avec la notation de Voigt dont 9 coefficients indépendants sous la forme matricielle suivante:

$$\begin{bmatrix} \sigma_{11} \\ \sigma_{22} \\ \sigma_{33} \\ \tau_{23} \\ \tau_{31} \\ \tau_{12} \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} C_{11} & C_{12} & C_{13} & 0 & 0 & 0 \\ C_{12} & C_{22} & C_{23} & 0 & 0 & 0 \\ C_{13} & C_{23} & C_{33} & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & C_{44} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & C_{55} & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & C_{66} \end{bmatrix} \begin{bmatrix} \varepsilon_{11} \\ \varepsilon_{22} \\ \varepsilon_{33} \\ \gamma_{23} \\ \gamma_{31} \\ \gamma_{12} \end{bmatrix} \Leftrightarrow \begin{bmatrix} \varepsilon_{11} \\ \varepsilon_{22} \\ \varepsilon_{33} \\ \gamma_{23} \\ \gamma_{31} \\ \gamma_{12} \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} S_{11} & S_{12} & S_{13} & 0 & 0 & 0 \\ S_{12} & S_{22} & S_{23} & 0 & 0 & 0 \\ S_{13} & S_{23} & S_{33} & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & S_{44} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & S_{55} & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & S_{66} \end{bmatrix} \begin{bmatrix} \sigma_{11} \\ \sigma_{22} \\ \sigma_{33} \\ \tau_{23} \\ \tau_{31} \\ \tau_{12} \end{bmatrix} \quad (\text{II.1})$$

Par définition, les coefficients S_{ij} de la matrice des souplesses peuvent s'exprimer en fonction des propriétés mécaniques du matériau de trois modules d'élasticité (E_1, E_2, E_3), trois coefficients de Poisson ($\nu_{12}, \nu_{13}, \nu_{23}$) et trois modules de cisaillement (G_{12}, G_{13}, G_{23}).

Le pli de base utilisé dans cette étude est un composite unidirectionnel. Ce type de matériau est considéré comme isotrope transverse selon l'axe des fibres. En d'autres termes, on considère qu'il a un comportement isotrope dans le plan perpendiculaire à l'axe des fibres. Cela se traduit au niveau de la relation contrainte-déformation par $S_{22} = S_{33}$ et $S_{12} = S_{13}$ et $S_{55} = S_{66}$ (en termes des propriétés mécaniques : $E_2 = E_3$ et $\nu_{12} = \nu_{13}$ et $G_{12} = G_{13}$). Finalement, dans le cas d'un pli unidirectionnel isotrope transverse, la loi de Hooke généralisée s'écrit :

$$\begin{bmatrix} \varepsilon_{11} \\ \varepsilon_{22} \\ \varepsilon_{33} \\ \gamma_{23} \\ \gamma_{31} \\ \gamma_{12} \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} \frac{1}{E_1} & -\frac{\nu_{12}}{E_1} & -\frac{\nu_{12}}{E_1} & 0 & 0 & 0 \\ -\frac{\nu_{12}}{E_1} & \frac{1}{E_2} & -\frac{\nu_{23}}{E_2} & 0 & 0 & 0 \\ -\frac{\nu_{12}}{E_1} & -\frac{\nu_{23}}{E_2} & \frac{1}{E_2} & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & \frac{2(1+\nu_{23})}{E_2} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & \frac{1}{G_{12}} & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & \frac{1}{G_{12}} \end{bmatrix} \begin{bmatrix} \sigma_{11} \\ \sigma_{22} \\ \sigma_{33} \\ \tau_{23} \\ \tau_{31} \\ \tau_{12} \end{bmatrix} \quad (\text{II.2})$$

Pour déterminer expérimentalement l'ensemble de ces modules, des essais de traction monotones sur des éprouvettes parallélépipédiques découpées à 0° , 90° et 45° dans une plaque composite unidirectionnelle ont été réalisés.

II.1.3.4 Endommagement et mécanismes d'endommagement

La ruine des matériaux ou d'une structure composite n'est pas initiée par un unique mécanisme d'endommagement, mais elle est la conséquence de l'accumulation de plusieurs modes de dégradations. Ces dégradations sont des processus irréversibles qui conduisent à l'apparition de défauts locaux. Il existe plusieurs types d'endommagement dans un composite qui se révèlent selon les échelles d'observation (Figure II.3). On distingue:

- A l'échelle microscopique des ruptures d'adhérence entre les fibres et la matrice, c'est le phénomène de décohésion fibre/matrice ;

II. Présentation du matériau et du réservoir

- A l'échelle mésoscopique, on observe l'apparition de nombreuses fissures intra-laminaires mais également des ruptures de fibres qui interviennent en stade ultime de la ruine du matériau ;
- A l'échelle macroscopique, on observe le phénomène de délaminage qui correspond à une séparation locale entre deux couches s'amorçant généralement aux bords libres de la structure.

Ces endommagements ne sont pas présents uniformément dans la structure. Ils dépendent notamment du type de sollicitation, de l'architecture des renforts mais aussi de l'orientation des plis.

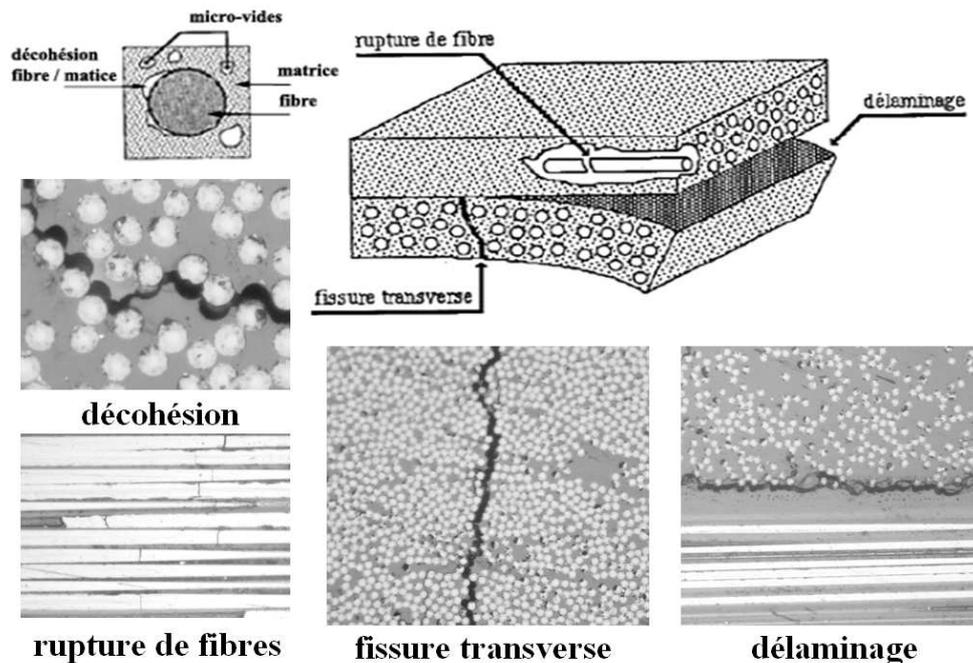


Figure II.3 - Représentation des différents endommagements dans un composite stratifié à plis unidirectionnels [Thionnet et al., 2003]

II.2 Les réservoirs bobinés en composites

Les réservoirs bobinés dans le cadre de cette étude se limitent aux réservoirs de type IV constitué, d'une part d'un liner en polymère assurant la fonction d'étanchéité et, d'autre part, d'un matériau composite assurant la fonction structuration à la pression interne. Ce type de réservoir est fabriqué par enroulement filamentaire, technique très employée industriellement pour la fabrication de tubes et de réservoir destinés à des applications pour des tenues à de hautes pressions.

II.2.1 Enroulement filamentaire

Ce procédé consiste à bobiner une nappe constituée de fibres de renfort imprégnées de résine sur le liner polymère qui joue le rôle d'un mandrin en rotation autour d'un axe fixe à l'aide d'une tête de dépose (Figure II.4). Un mouvement d'aller-retour permet d'obtenir des couches composites complètes avec différents types d'enroulement selon la vitesse de rotation du mandrin, de l'orientation et de la vitesse de bras.

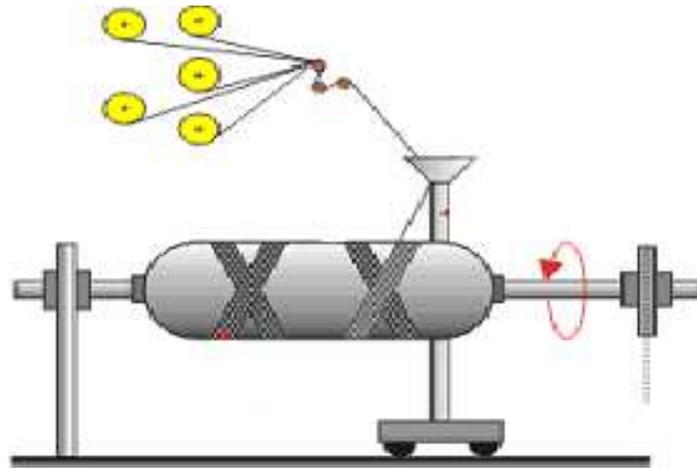


Figure II.4 - Procédé de fabrication des réservoirs composites par enroulement filamentaire [Thomas, 2011]

On distingue trois types d'enroulement pour les réservoirs de stockage (Figure II.5) : l'enroulement « *circonférentiel* », pour lequel le renfort fait un angle d'environ 90° avec l'axe de rotation du mandrin, l'enroulement « *polaire* » utilisé pour le bobinage de sphère et de réservoirs et enfin l'enroulement « *hélicoïdal* ou *hélicoïdal croisé* ». Ce dernier permet d'ajuster l'angle des renforts par rapport à l'axe de la structure en fonction des caractéristiques mécaniques désirée.

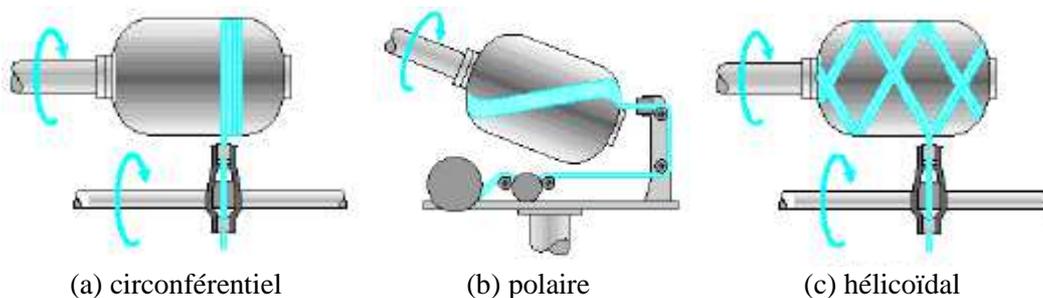


Figure II.5 - Différents types de dépose de la nappe par enroulement filamentaire [Blassiau, 2005]

Ce bobinage conduit à une structure composite stratifiée équilibrée du type $90^\circ/\pm\theta$ par rapport à l'axe du réservoir. Les couches à 90° sont destinées à reprendre les efforts transversaux induits par la pression interne sur les parois tubulaires alors que les couches croisées reprennent principalement les efforts longitudinaux induits par la pression sur les dômes et les embases du réservoir.

II.2.2 Endommagement dans les réservoirs composites

La partie composite du réservoir s'apparente à un composite stratifié. Pour chaque orientation de l'enroulement filamentaire, la fibre est positionnée suivant une courbe géodésique. Les mèches de fibres sont bobinées sous tension ce qui implique que l'angle de bobinage correspond à un positionnement naturel de la fibre pour reprendre les efforts induits par la pression interne les mettant en traction uniaxiale suivant leur axe. Par conséquent, les différents plis du réservoir étant sollicités en traction uniaxiale, le mode principal d'endommagement est la rupture des fibres. Les autres modes d'endommagement de composite à eux seuls, ne peuvent conduire à la rupture de la structure mais ils jouent néanmoins un rôle complémentaire important dans la cinétique de dégradation de la structure. La fissuration des plis aura pour conséquence d'accélérer les autres types d'endommagement (délaminage et ruptures de fibres). Tandis que le délaminage conduit à une baisse de la tenue mécanique de composite.

II. Présentation du matériau et du réservoir

Concernant la partie non composite, le liner polymère est constitué de deux fonds munis chacun d'une embase métallique pour la connectique. Le gonflement du liner est contenu par la coque composite limitant ainsi les déformations locales qui restent faibles. Par conséquent, l'endommagement au sein du liner lui-même peut-être négligé. Les modes d'endommagement considéré dans cette partie sont la plasticité dans l'embase métallique et le décollement d'interface au niveau de la liaison embase-liner. La plasticité dans l'embase entraîne une dégradation de l'étanchéité au niveau de la liaison embase-liner et se traduit par une perte des propriétés mécaniques aux interfaces des différents matériaux. Cette perte au niveau des propriétés conduit à une baisse des propriétés de perméation.

II.2.3 Fabrication du réservoir dans le cadre de l'étude

Le réservoir de l'étude dans le cadre du projet ENDEMAT reste limité à une bouteille 2L fabriquée par le CEA. Le liner du réservoir est en thermoplastique (PA6, polyamide 6 modifié ou polyuréthane). L'embase métallique est en inox 316L. Les matériaux de ces deux éléments sont compatibles avec l'environnement hydrogène car ils sont directement exposés à ce gaz pour les parties internes. Enfin, le matériau utilisé pour la fabrication de la coque composite est un pré-imprégné fibres de carbone/matrice époxy (TCR T700SC/UF3369).

II.2.3.1 Description du procédé de fabrication

La fabrication du réservoir commence par celle du liner qui assumera la fonction de mandrin pour l'enroulement filamentaire. Le liner du réservoir est fabriqué par rotomoulage réactif (Figure II.6), technique traditionnelle de mise en forme des polymères avec les deux fonds munis chacun d'une embase. Les plans du liner et de l'embase sont présentés sur les Figures II.7 et II.8. La connectique des embases est celle de type 17^E (ISO 11363-1, bouteilles à gaz).

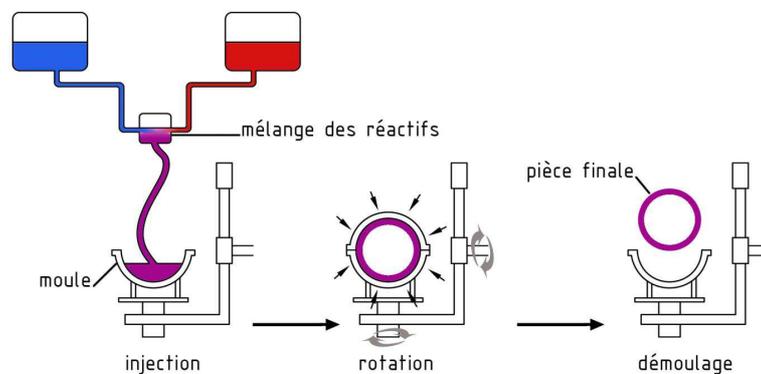


Figure II.6 - Schéma décrivant le procédé de rotomoulage réactif [Rivière, 2012]

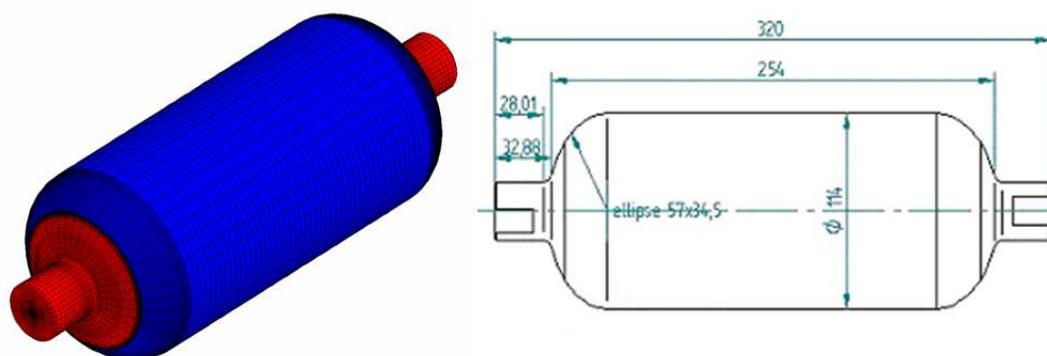


Figure II.7 - Plan du liner

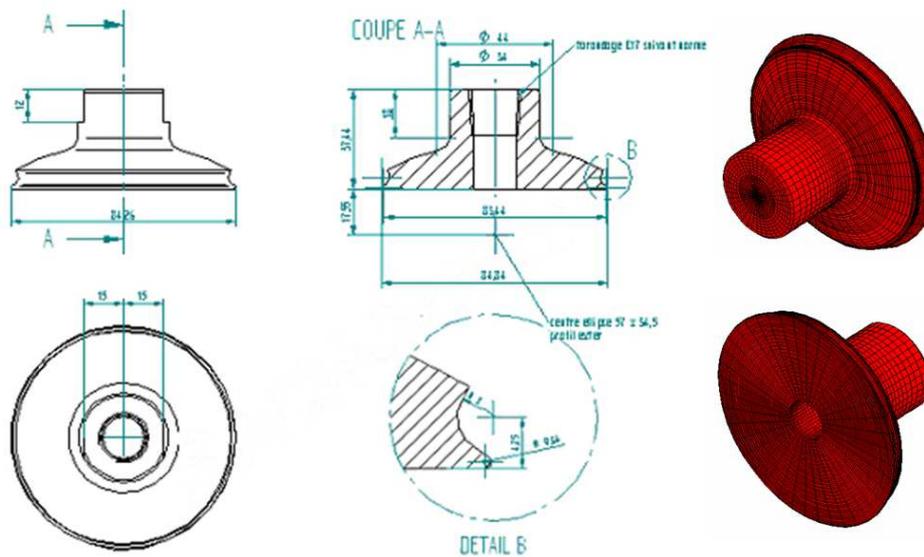


Figure II.8 - Plan d'une embase à connectique 17^E

La coque composite est réalisée par enroulement filamentaire directement sur le liner en suivant une trajectoire géodésique au niveau du dôme. Le liner est mis sous une pression de 0,5 bar pendant cette phase. La largeur de la bande d'enroulement est de l'ordre de 7mm soumis à une tension de 40N appliquée sur la fibre pendant le bobinage.

L'architecture composite se compose en 24 couches dont 8 circonférentielles et 16 hélicoïdales. Les couches hélicoïdales sont déposées de l'angle le plus faible à l'angle le plus élevé. Les couches circonférentielles sont intercalées afin de compacter les couches hélicoïdes sur le cylindre. La séquence d'empilement sur le cylindre est présentée sur le Tableau II.3.

couche	angle	épaisseur de couche programmée (mm)
C1	20	0,56
C2	20	0,56
C3	20	0,56
C4	90	0,23
C5	22	0,56
C6	22	0,56
C7	22	0,56
C8	90	0,23
C9	28	0,55
C10	28	0,55
C11	28	0,55
C12	90	0,23

couche	angle	épaisseur de couche programmée (mm)
C13	40	0,54
C14	56	0,53
C15	56	0,53
C16	56	0,53
C17	90	0,23
C18	62	0,52
C19	62	0,52
C20	62	0,52
C21	90	0,23
C22	90	0,23
C23	90	0,23
C24	90	0,23

Tableau II.3 - Architecture composite du réservoir 2L

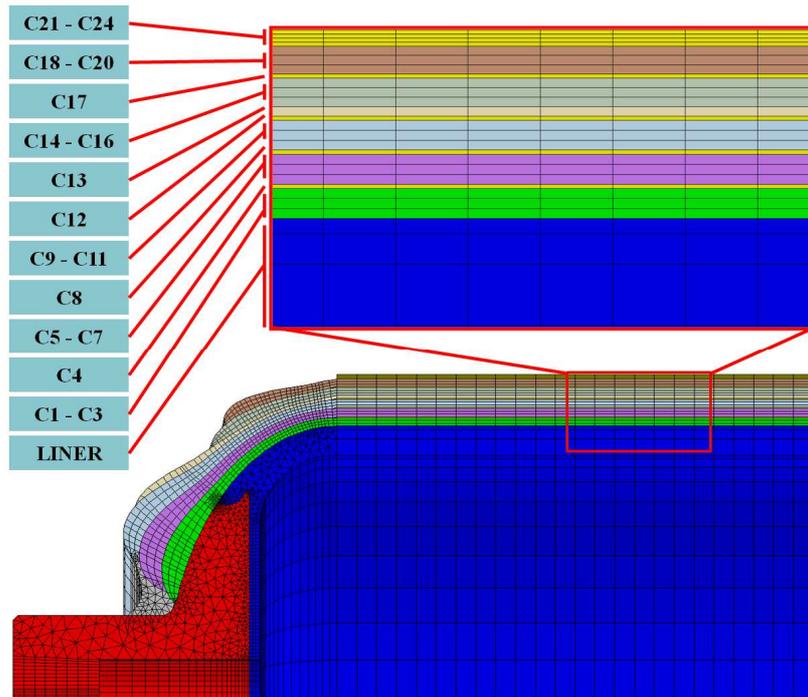


Figure II.9 - Cycle de polymérisation du réservoir 2L

Le réservoir est ensuite polymérisé dans une étuve. Notons qu'il reste toujours sous pression de 0,5 bar au cours du passage à l'étuve. Il est également mis en rotation au cours du cycle de température. Le cycle de cuisson utilisé pour ce réservoir est un maintien en palier de 6h à 110°C avec une rampe de 1,1°C/min. La Figure II.9 présente le cycle de polymérisation du réservoir de l'étude.

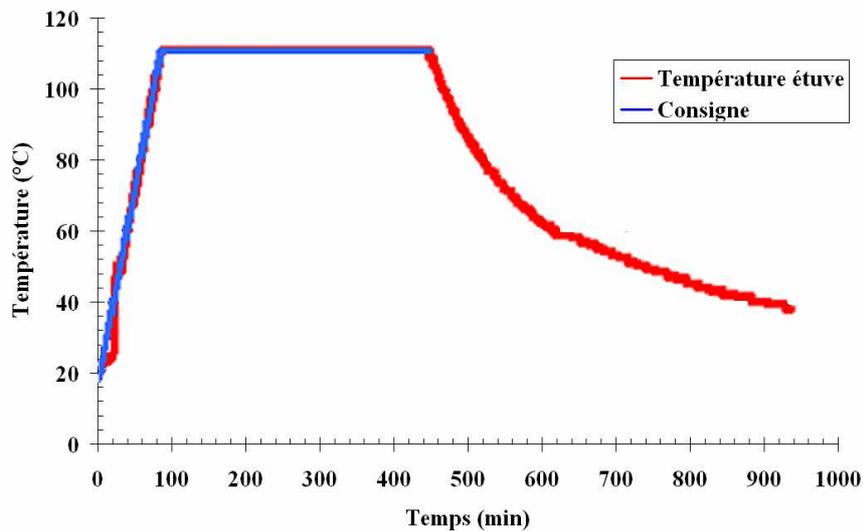


Figure II.9 - Cycle de polymérisation du réservoir 2L

II.2.3.2 Contrôle de réservoir fabriqué

En termes de contrôle de la fabrication des réservoirs, différentes mesures sont effectuées au cours de cette fabrication. La mesure du diamètre de l'ensemble embase-liner est effectuée en plusieurs points avant le bobinage. La mesure du diamètre du réservoir est effectuée après la dépose de chaque couche circumférentielles au cours du bobinage. Une série de mesures est également effectuée après la polymérisation du réservoir afin d'obtenir le diamètre externe final du réservoir. La mesure de la masse de l'ensemble embase-liner et du réservoir est également réalisée. L'ensemble embases-liner est pesé avant le bobinage et le réservoir final est pesé après polymérisation. La différence des deux mesures donne la masse de composite. La dernière méthode de contrôle de réservoir « radiographie X » est effectuée après polymérisation. Ces radiographies permettent de visualiser les différents éléments du réservoir ainsi que leur épaisseur. Elles permettent également de valider la tenue des interfaces des matériaux traduisant à la présence de jeu de chaque interface. La Figure II.9 montre la présence d'un jeu sur le réservoir polymérisé allant d'environ 0,1mm à 1mm. Il serait intéressant de regarder l'influence de la présence ou l'absence de jeu sur les résultats des calculs numériques et d'étudier également le contact entre les matériaux.

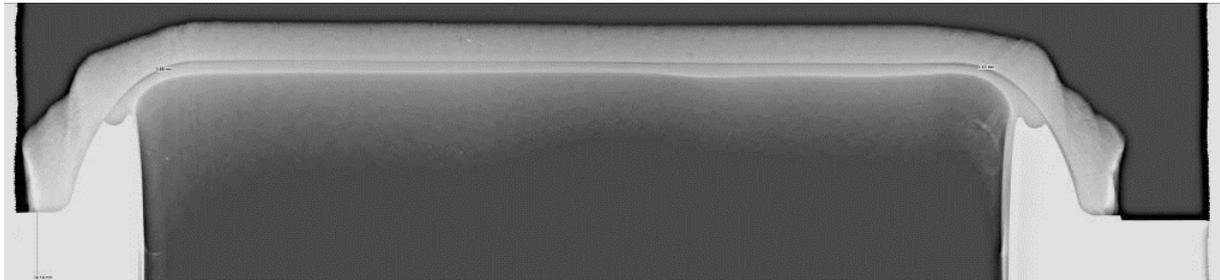


Figure II.10 - Radiographie du réservoir 2L

II.2.3.3 Les matériaux composites représentatifs

Afin d'obtenir un comportement du composite représentatif de la coque du réservoir, la plaque composite à caractériser est fabriquée selon le même processus que le réservoir. Un enroulement filamentaire en utilisant un pré-imprégné à 90° sur un cylindre de grand diamètre est effectué. Notons que l'angle à 90° sur le cylindre équivaut à 0° de la plaque unidirectionnelle. La remise à plat du composite et le découpage selon les angles souhaités du stratifié sont ensuite effectués. La mise sous poche à vide et la polymérisation à l'autoclave sont réalisées comme la dernière étape. Dans le cas de plaques stratifiées à plis croisés, l'enroulement filamentaire donne un phénomène très particulier qualifié « d'entrecroisement » des plis (Figure II.11).

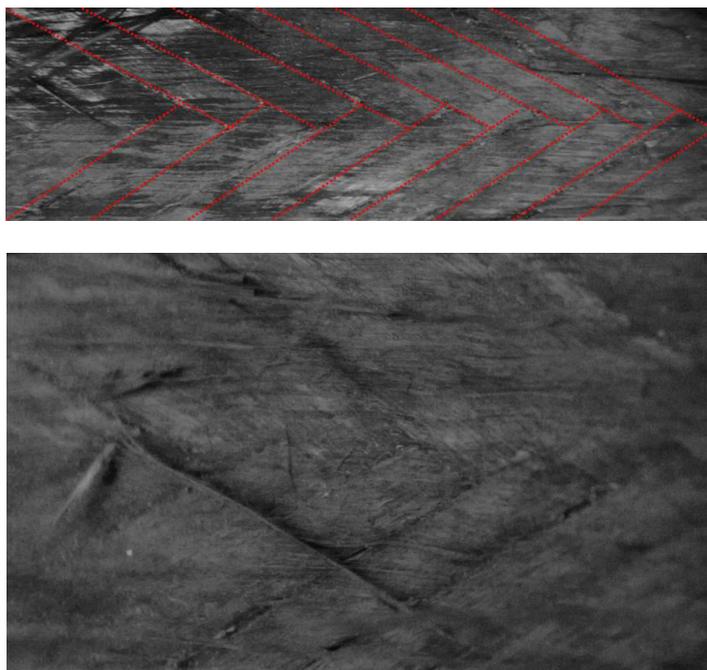


Figure II.11 - Phénomène « entrecroisement » sur les plis stratifiés croisés

Différents points de contrôle sont mis en place lors de la fabrication des plaques afin de mesurer l'épaisseur moyenne et l'écart type associé (Figure II.12). La mesure de densité, de taux de porosité sont également effectués sur les plaques fabriquées. Le taux volumique de fibres est calculé à partir des données matériaux et de l'épaisseur des plaques fabriquées.

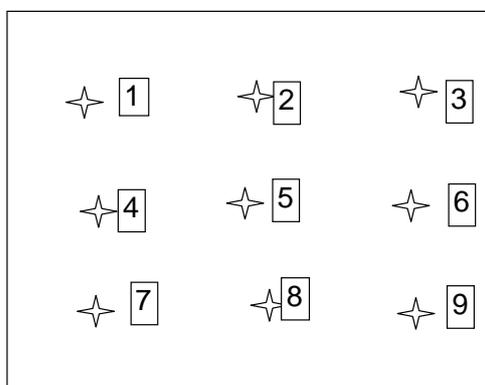


Figure II.12 - Points du contrôle des épaisseurs des plaques composites

Chapitre III

Caractérisation du composite

Ce chapitre a pour objectif de présenter les résultats de la caractérisation mécanique du composite, préambule nécessaire à tout dimensionnement du réservoir.

Sommaire

III.1 Introduction

III.2 Essais de traction sur fibre unitaire

III.2.1 Objectifs

III.2.2 Eprouvettes et moyens d'essais

III.2.3 Résultats expérimentaux

III.3 Essais de traction sur composite carbone/époxy

III.3.1 Objectifs

III.3.2 Eprouvettes et moyens d'essais

III.3.3 Méthode d'observation de l'endommagement

III.3.3.1 Microscope optique

III.3.3.2 Emission acoustique

III.3.4 Résultats expérimentaux

III.3.4.1 Caractérisation du comportement

III.3.4.2 Endommagement et mécanismes d'endommagement

III.3.4.2.1 Rupture de fibres

III.3.4.2.2 Fissuration transverse

III.3.4.2.3 Délaminage

III.4 Analyse de la température de transition vitreuse du composite

III.4.1 Objectifs

III.4.2 Analyse thermomécanique DMTA

III.5 Analyse la fraction volumique de fibres du composite

III.5.1 Objectifs

III.5.2 Analyse d'images

III.5.3 Analyse par pyrolyse

III.5.4 Comparaison des résultats locaux et globaux

III.1 Introduction

Ce chapitre présente le comportement du matériau composite, élément majeure quant à la tenue en pression des réservoirs de type IV. L'objectif est de déterminer les propriétés mécaniques et physiques de ce matériau. Nous allons mener cette compréhension aux différentes échelles qui le compose. Tout d'abord, nous allons nous intéresser aux fibres par un essai sur fibre unitaire afin de caractériser la statistique à rupture des fibres de carbone utilisées. Ensuite des essais de caractérisation seront réalisés à différentes températures sur le pli composite unidirectionnel découpé selon trois séquences : (0°_8) , (90°_8) et (45°_8) . Ces essais servent notamment à l'identification de la matrice de rigidité. Puis, trois modes d'endommagement seront étudiés en utilisant les séquences (0°_8) , $(0^{\circ}_2, 90^{\circ}_2)_8$ et $(0^{\circ}_2, \pm 30^{\circ}_2)_8$ dédié respectivement à la rupture de fibres, la fissuration matricielle et le délaminage. Puis, nous passerons à l'identification de la température de transition vitreuse à l'aide de l'analyse thermique DMTA. Enfin, nous finirons par l'identification de propriétés physiques comme la fraction volumique des constituants. Pour cela nous utiliserons deux moyens d'identification : l'analyse d'images et la pyrolyse permettant d'avoir la distribution de la fraction volumique à différentes échelles, l'une dite « locale » et l'autre plus « globale ». Ces données expérimentales serviront en grande partie pour la partie numérique.

III.2 Essais de traction sur fibre unitaire

III.2.1 Objectifs

Afin déterminer la statistique à rupture des fibres de carbone, liée à la présence de défauts le long de la fibre, un nombre significatif d'essais de traction sur fibre unitaire ont été pratiqués jusqu'à rupture pour des longueurs de fibres définies.

III.2.2 Eprouvettes et moyens d'essais

Les éprouvettes de traction sont constituées d'un mono-filament extrait de mèches de fibres de carbones T700sc fournies par le CEA (Figure III.1). Ces mèches sont fixées sur deux cotés d'un papier bristol par l'intermédiaire d'une colle époxy (Figure III.2). Le bristol sert d'amarrage de la fibre sur les mors de la machine de traction (norme ASTM D3379-33 des essais sur monofilaments à haut module).



Figure III.1 - Mèche de fibres de carbone T700sc

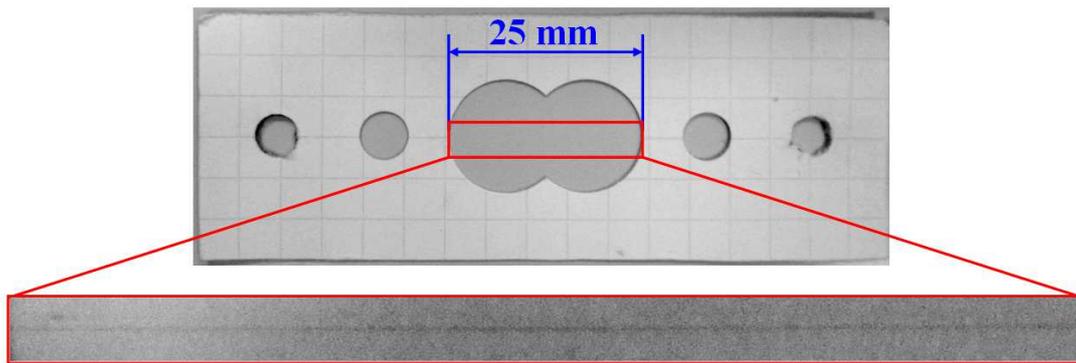


Figure III.2 - Eprouvette pour fibre unitaire

Les essais de traction sur fibre unitaire sont réalisés sur une machine spécifique développée au Centre des Matériaux [Bunsell et al., 1971] en pilotant le déplacement. Le déplacement est suivi par un capteur LVDT (Linear Voltage Displacement Transducer) de précision 50 μm . Pour la mesure de la charge appliquée, une cellule de charge Sensotec de 250g étalonnée de 0 à 100 g avec une précision de 0,01 g est utilisée.

Pour chaque essai de traction, nous avons mesuré le diamètre de la fibre avec une précision de $\pm 0,1\mu\text{m}$ à l'aide d'un faisceau laser Mitutoyo LSM-6000 (Figure III.3). L'ensemble des essais est réalisé à température et humidité relative contrôlées (21°C ($\pm 1^\circ\text{C}$) et 50% H.R. $\pm 5\%$).

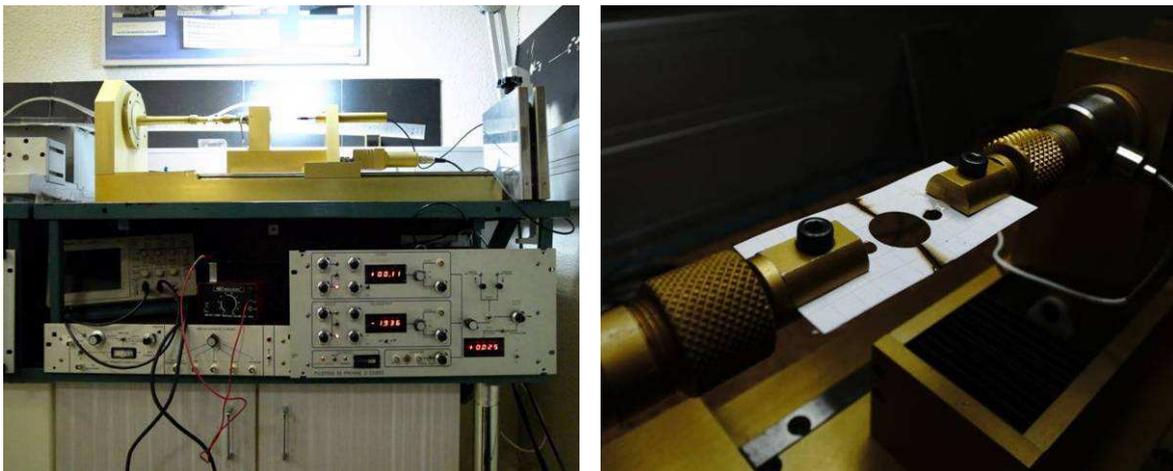


Figure III.3 - Dispositif expérimental de traction sur fibre unitaire

III.2.3 Résultats expérimentaux

Chaque essai est mené jusqu'à rupture de la fibre unitaire pour une longueur de jauge de 25 mm. Une série de 30 échantillons a été testée pour approcher un échantillonnage représentatif de l'ensemble des défauts critiques représentatifs. Pour chaque essai, les contraintes à rupture des fibres sont calculées à l'aide de la formule (III.1) moyennant la charge à rupture mesurée F_R et le diamètre initiale de fibre D_0 .

$$\sigma_R = \frac{4F_R}{\pi D_0^2} \quad (\text{III.1})$$

III. Caractérisation du composite

La rupture de la fibre présente un caractère aléatoire, contrôlé par une distribution de défauts inhérente au procédé d'élaboration. Cette distribution est obtenue quand on représente la probabilité de rupture des fibres en fonction de la contrainte à rupture. Les contraintes à rupture obtenues sont classées par ordre croissant et un rang i leur est attribué ($i=1,2,\dots, N$). A chaque contrainte à rupture est associée une probabilité de rupture $P_R(i)$ qui dépend du rang i et du nombre total d'échantillon N . Cette probabilité peut être calculée selon la formule suivante :

$$P_R(i) = \frac{i}{N+1} \quad (\text{III.2})$$

Pour modéliser cette distribution de défauts, on utilise une loi statistique de Weibull (III.3), qui s'interprète selon la théorie du maillon le plus faible (Annexe A). Cette théorie rend bien compte de la distribution de ce type de défauts.

$$P_R = 1 - e^{-\left(\frac{L}{L_0}\right)\left(\frac{\sigma}{\sigma_0}\right)^m} \quad (\text{III.3})$$

Avec σ_0 (MPa) qui représente le facteur d'échelle. m est le paramètre de forme, appelé module du Weibull caractéristique de la dispersion des contraintes à rupture. L_0 est la longueur de jauge de la fibre testée (mm). Le rapport L/L_0 correspond à l'effet de changement d'échelle, effet déjà mis en évidence par Blassiau [Blassiau, 2005] dans son travail sur l'effet des changements d'échelle. Selon ce travail, une longueur de jauge de 25 mm a été recommandée pour identifier des deux paramètres de Weibull, σ_0 et m .

Les paramètres de Weibull obtenus à l'aide du logiciel ORIGIN 7 sont résumés dans le Tableau III.1. La Figure III.4 présente la courbe de probabilité à rupture, en fonction de cette contrainte à rupture sur l'ensemble des résultats expérimentaux et l'estimation par la loi de Weibull pour la fibre de carbone de type T700sc. Il existe une bonne corrélation entre les points expérimentaux et la courbe statistique de Weibull. Cela conforte le choix de l'hypothèse d'une mise en jeu essentielle des défauts les plus critiques.

Paramètres de Weibull	
σ_0 (MPa)	4465,6
m	6,03
Identification sur une longueur de jauge de 25 mm	

Tableau III.1 - Paramètres de Weibull identifiés

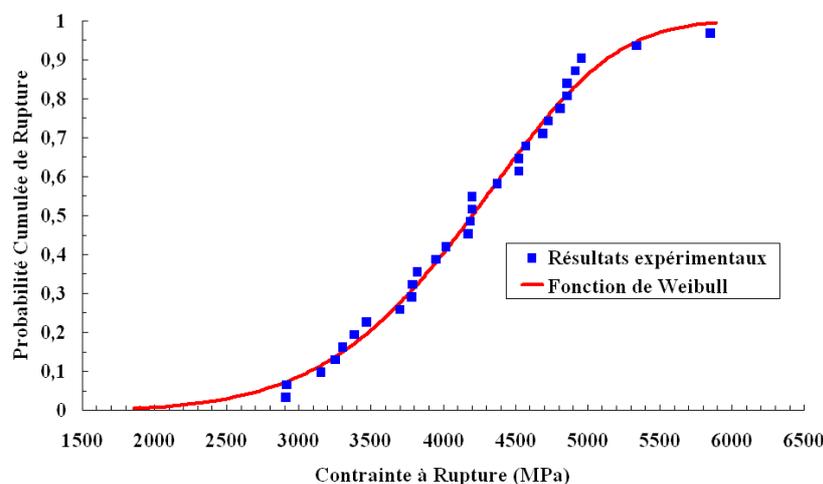


Figure III.4 - Distribution de contraintes à rupture pour la fibre T700sc

III.3 Essais de traction sur composite carbone/époxy

III.3.1 Objectifs

Pour déterminer les caractéristiques mécaniques du composite et l'évolution des endommagements à différentes températures (-40°C , 25°C et 85°C), plusieurs essais ont été réalisés, la vitesse de sollicitation restant dans le domaine quasi-statique :

- des essais de traction jusqu'à rupture, afin de déterminer les modules du matériau ainsi que les propriétés à rupture ;
- des essais de charge-décharge en traction avec des niveaux de plus en plus élevés, afin d'apprécier les phénomènes endommagements au sein du matériau.

III.3.2 Eprouvettes et moyens d'essais

Les plaques en composite fibre de carbone/ matrice époxy de dimensions $300\text{mm} \times 300\text{mm}$, dans lesquelles les éprouvettes ont été découpées, correspondent à un empilement de huit plis pour (0°_8) et $(0^{\circ}_2, 90^{\circ}_2)_S$ et de douze plis pour $(0^{\circ}_2, \pm 30^{\circ}_2)_S$. Les éprouvettes sont découpées selon différentes directions par rapport aux fibres de façon à caractériser l'anisotropie du comportement (Figure III.5).

En accord avec la norme NF EN 2561, des éprouvettes de géométries rectangulaires ont été découpées à l'aide d'une meule diamantée refroidie à l'eau. Ces éprouvettes ont pour dimensions : $260\text{ mm} \times 17,5\text{ mm}$ pour la séquence (0°_8) , $(0^{\circ}_2, 90^{\circ}_2)_S$ et $(0^{\circ}_2, \pm 30^{\circ}_2)_S$ et $230 \times 17,5\text{ mm}^2$ pour la séquence (90°_8) et (45°_8) (Tableau III.2). Pour éviter tout endommagement par serrage dans les mors de la machine de traction, des talons en verre-résine ou en aluminium servant aussi pour les enregistrements acoustiques, ont été collés aux extrémités de l'éprouvette au moyen d'un adhésif époxy (Araldite 2011 pour les basses températures et Araldite 2014-1 pour les hautes températures). Pour garantir un contact constant entre l'éprouvette et le talon tout au long de l'essai, toutes les surfaces en contact ont été poncées au papier de verre (grain 600) et dégraissées à l'acétone.

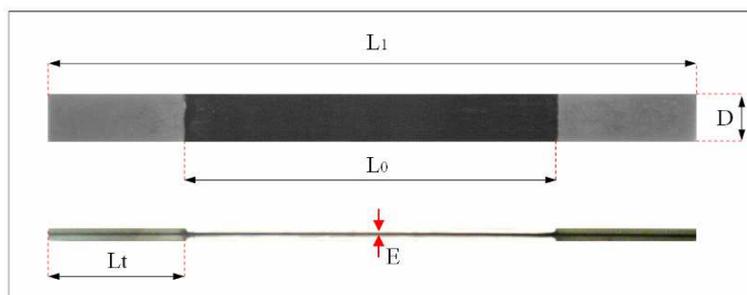
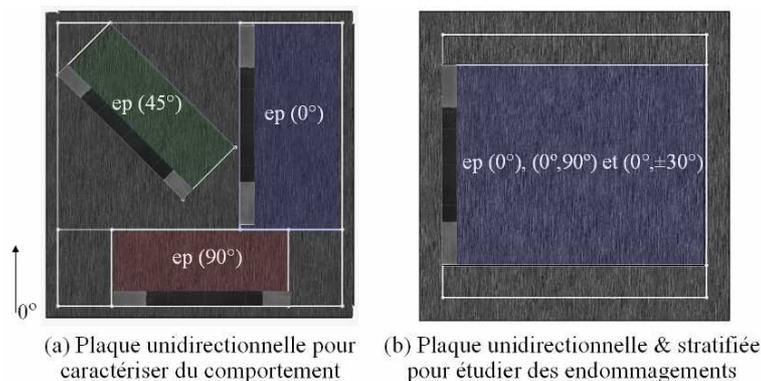


Figure III.5 - Plan de découpe et géométrie des éprouvettes

III. Caractérisation du composite

Longueur de référence	Eprouvettes à (0°_8) , $(0^{\circ}_2, 90^{\circ}_2)_S$ et $(0^{\circ}_2, \pm 30^{\circ}_2)_S$ (mm)	Eprouvettes à (90°_8) et (45°_8) (mm)
L_1	260	230
L_0	150	150
L_t	55	40
D	17,5 +/- 0,3	17,5 +/- 0,3
E	2 +/- 0,1	2 +/- 0,1

Tableau III.2 - Dimensions des éprouvettes

La machine utilisée pour réaliser les essais quasi-statiques à différentes températures est une machine INSTRON® de capacité 10000 daN, équipée d'une étuve électrique et d'une cuve de stockage d'azote liquide (Figure III.6). Cet ensemble permet d'obtenir la température d'essais souhaitée (-40°C et 85°C). Le pilotage d'un essai se fait en contrôle de déplacement pour l'essai de traction et en contrôle de charge pour l'essai de charge-décharge.

Pour chaque essai, l'éprouvette est équipée de différentes techniques de suivi des déformations : un extensomètre mécanique dans le sens longitudinal, une jauge de déformation dans le sens transversal et d'un suivi par vidéo (technique de suivi des points) pour les deux sens de déformations. Pour les températures élevées, l'éprouvette dispose d'un extensomètre transversal à la place d'une jauge qui ne tiendrait pas en température. L'utilisation d'un extensomètre par vidéo est le plus pratique pour travailler en température. La température d'essai est contrôlée par des thermocouples collés à la surface de l'éprouvette (Figure III.7). Lors d'observation d'évolution d'endommagement, tous les moyens de suivi de déformations par contact à la surface des éprouvettes ont été enlevés afin de tout observer par la caméra optique et éviter des bruits qui seraient enregistrés par émission acoustique.



Figure III.6 - Dispositif expérimental de traction



Figure III.7 - Thermocouples à la surface des éprouvettes

III.3.3 Méthode d'observation de l'endommagement

III.3.3.1 Microscope optique

La technique consiste à observer et à photographier une zone de l'échantillon (dans notre cas le bord libre de l'éprouvette) à l'aide d'une caméra numérique. L'évolution des endommagements est répertoriée en cours d'essais.

Un montage spécifique d'observation est constitué d'une caméra CCD munie d'un système de grossissement optique permettant d'accéder aux détails de la micro-structure (Figure III.8). En préambule de chaque essai, le bord libre de l'éprouvette doit être poli afin de faciliter l'observation. Afin d'éviter les fermetures de fissures après décharge, chaque palier d'observation doit être maintenu à une certaine charge inférieure au seuil d'endommagement (figure III.9).

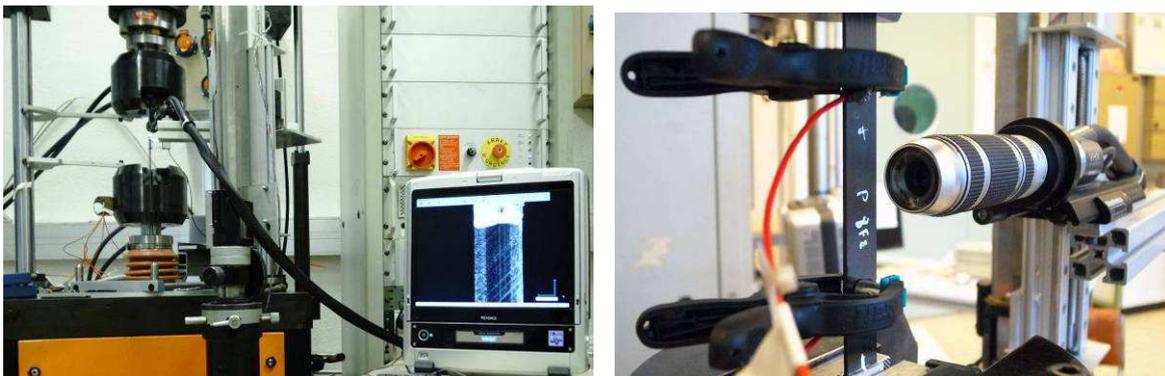


Figure III.8 - Moyens d'observation de l'endommagement par microscope optique

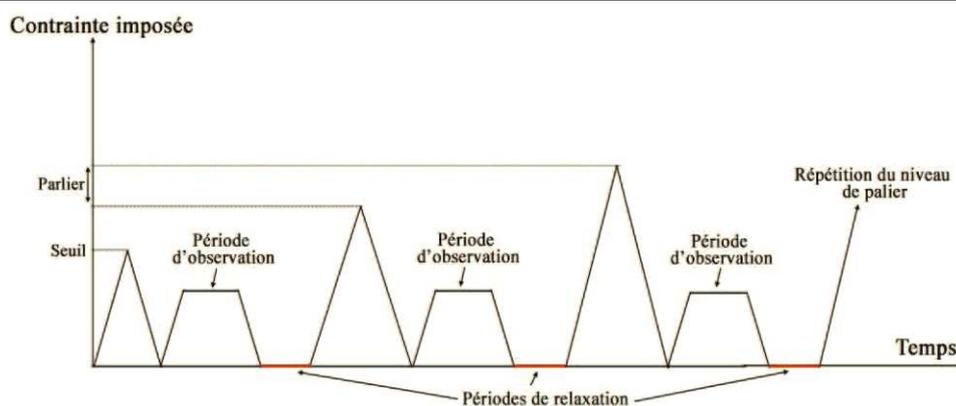


Figure III.9 - Schéma du chargement imposé pour les essais de charge-décharge

III.3.3.2 Emission acoustique

On utilise cette technique avec comme objectif d'étudier les mécanismes d'endommagement au sein du matériau. Cette méthode de contrôle non destructif consiste à analyser la libération d'énergie sous forme d'ondes élastique transitoires au sein du matériau lorsque ce dernier s'endommage. Les ondes ultrasonores émises lors de l'évolution d'une dégradation sont détectées, enregistrées par un capteur piézoélectrique puis amplifiées pour fournir le signal acoustique émis (Figure III.10).

Pour les matériaux composites, les sources d'émissions acoustiques sont diverses : la fissuration transverse, la rupture de fibres, le délaminage, etc. Mais elles résultent toutes de phénomènes irréversibles qui constituent un endommagement pour le matériau. L'émission acoustique va permettre de les classifier [Blassiau, 2005], [Huguet, 2002] et [Nimdum et Rernard, 2009].

L'acquisition des événements par émission acoustique est effectuée à l'aide du système MISTRAS (Euro Physical Acoustics SA) permettant la localisation de sources d'émissions. La chaîne de mesure inclut deux cartes d'acquisition numérique, deux pré-amplificateurs de 40 dB et deux capteurs piézoélectriques micro 80 (ayant une fréquence de résonance aux alentours de 300 KHz et une plage d'utilisation entre 200 kHz et 1 MHz). L'acquisition des signaux est réalisée à l'aide du logiciel Mistras 2001. Le traitement est quant à lui effectué avec l'aide du logiciel Noesis.

Les deux capteurs fixés à la surface du composite sont maintenus à l'aide de pinces crocodiles plastiques ou métalliques en cas d'essais à chaud. Le couplage entre la surface et le capteur est assuré par un gel ou une colle silicone. La qualité du couplage est contrôlée par un test de pulse qui consiste à faire émettre les capteurs l'un après l'autre. L'amplitude et le temps de parcours des ondes émises et reçues donnent une idée de la qualité du couplage.

Préalablement à l'essai, un réglage du système est effectué à l'aide de sources acoustiques produites par des ruptures de mines de crayons. Cette technique a été développée par Hsu-Nielsen [Nielsen, 1974] pour créer une source étalon artificielle d'ondes élastiques simulant l'émission acoustique. La rupture de mines est réalisée avec un embout approprié recommandé par le groupe européen d'émission acoustique (Figure III.11). Les PDT (Peak Definition), HDT (Hit Definition Time), HLT (Hit Lockout Time) ont été déterminés. Ce sont les trois fenêtres temporelles glissantes fixées pendant l'essai pour sélectionner une onde :

- Peak Definition Time (PDT) : cette fenêtre sert à mesurer le temps de montée à l'amplitude maximum. Elle est activée dès le dépassement du seuil de détection fixé et permet d'éviter de prendre en compte des mesures faites sur des propagations rapides de faibles amplitudes, non représentatives d'un événement ;
- Hit Definition Time (HDT) : cette fenêtre permet d'individualiser et séparer les échos des salves. Elle est déclenchée pour tout dépassement de seuil du signal et ré-déclenchée par tout autre dépassement survenant avant son terme ;
- Hit Lockout Time (HLT) : cette fenêtre détermine la durée d'inhibition de l'acquisition afin de ne pas détecter d'éventuels échos. Elle est déclenchée lorsque la condition HDT est remplie.

Ces valeurs régissent la manière dont seront calculés les paramètres des signaux et dépendent en particulier des propriétés du matériau. Le Tableau III.3 présente les valeurs utilisées dans notre étude. Le seuil d'acquisition (40 dB) est l'amplitude minimale pour laquelle un signal a été enregistré. La vitesse de propagation des ondes a été déterminée à l'aide des sources émises par la rupture des mines. La vitesse est calculée grâce au rapport entre la distance source d'émission-capteur et le temps auquel l'évènement est détecté.

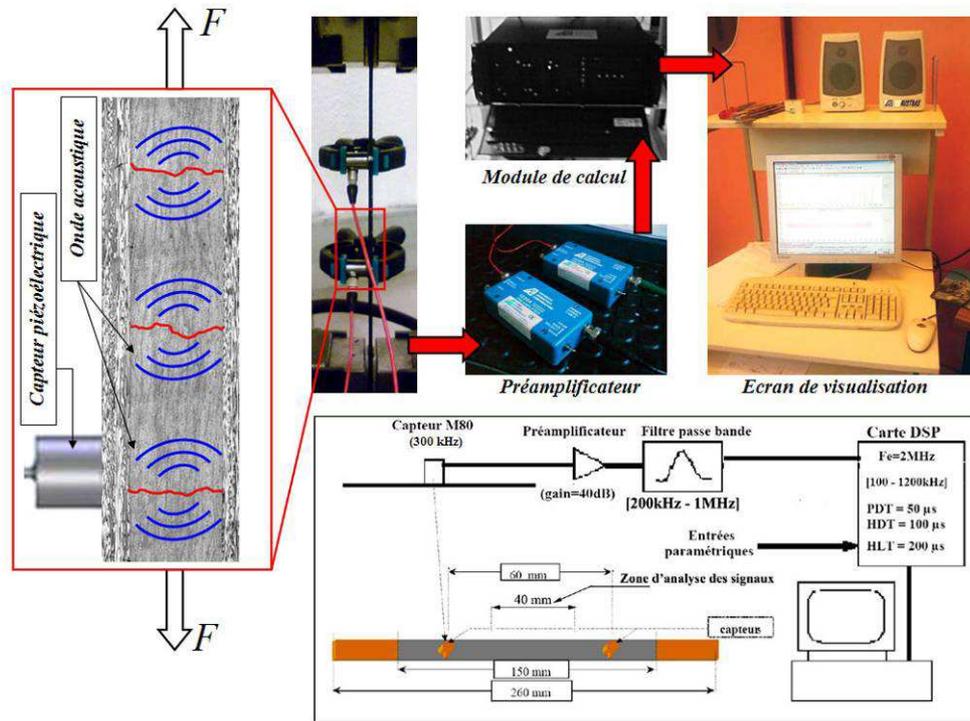


Figure III.10 - Moyens d'observation de l'endommagement : émission acoustique

PDT (μs)	50
HDT (μs)	100
HLT (μs)	200

Tableau III.3 - Paramètres utilisés pour l'acquisition des évènements acoustiques

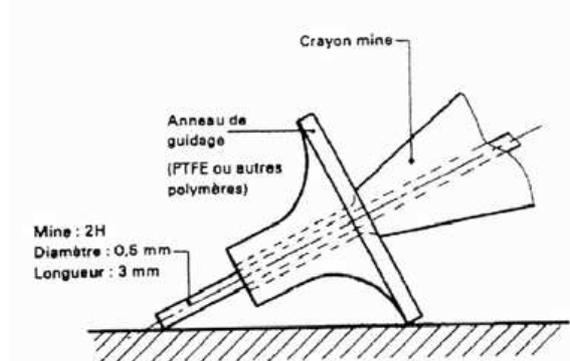


Figure III.11 - Dispositif expérimental développé par Hsu-Nielsen pour la génération de source étalon artificiel d'ondes vibratoires élastiques

III.3.4 Résultats expérimentaux

III.3.4.1 Caractérisation du comportement

Plusieurs essais de traction ont été réalisés afin de déterminer les différents modules d'élasticité du pli unidirectionnel. Compte tenu des faibles allongements longitudinaux enregistrés lors des essais par rapport à la base de mesure initiale du capteur, l'hypothèse des petites perturbations reste valide.

A partir des résultats d'essais de traction (charge F et allongement Δl mesurés) moyennant la section initiale de l'éprouvette S_0 et la base de mesure initiale du capteur l_0 , la contrainte σ et la déformation ε peuvent être définies par les relations suivantes :

$$\sigma = \frac{F}{S_0} \quad (\text{III.4}) \quad \text{et} \quad \varepsilon = \frac{\Delta l}{l_0} \quad (\text{III.5})$$

Rappelons que le comportement du composite à pli unidirectionnel est du type isotrope transverse selon l'axe des fibres, la matrice d'élasticité s'écrit alors dans l'équation (II.2). Le module d'élasticité longitudinal E_1 et le coefficient de Poisson ν_{12} sont obtenus par un essai de traction sur une séquence (0°_8). Pour le module d'élasticité longitudinale E_1 , nous avons considéré une pente moyenne sur la totalité de l'essai. Le module d'élasticité transverse E_2 est déterminé ensuite, à partir d'un essai de traction sur une séquence (90°_8). Puis, le module de cisaillement G_{12} est calculé à partir du module E_{45° obtenu par un essai de traction sur une séquence (45°_8) en utilisant la formule (III.6).

$$\frac{1}{G_{12}} = \frac{4}{E_{45^\circ}} - \frac{1}{E_1} - \frac{1}{E_2} + 2\frac{\nu_{12}}{E_1} \quad (\text{III.6})$$

Notons que la non-linéarité des courbes de traction pour les séquences (90°_8) et (45°_8) peut être observée pour certains essais, notamment à chaud en raison des propriétés de la résine époxy. Pour déterminer les modules E_2 et E_{45° , nous avons choisi la pente initiale en début de courbe qui reste quasiment linéaire.

Enfin, le module de cisaillement transverse G_{23} est calculé à l'aide de la formule (III.7) considérant l'isotropie transversalement à l'axe des fibres. Le coefficient de Poisson transverse ν_{23} est fourni également par cette relation.

$$G_{23} = \frac{E_2}{2(1 + \nu_{23})} \quad (\text{III.7})$$

Les courbes de traction (contrainte axiale en fonction des déformations axiale et latérale) obtenues pour chacune des séquences d'empilement aux trois températures et les courbes moyennes associées sont présentées respectivement sur les Figures III.12, III.13 et III.14. Les comportements pour chaque température sont résumés dans le Tableau III.4. Selon ces résultats, nous pouvons faire les observations suivantes :

- (0°_8) : le comportement du matériau est quasi linéaire aux trois températures. Le comportement longitudinal est fortement reproductible à température ambiante et à -40°C . La déformation transversale est par contre plus dispersée, notamment à 85°C . On n'observe pratiquement pas de différence entre -40°C et 25°C en terme de rigidité et de contrainte à rupture avec un léger abattement à 85°C . Ces observations confirment la faible influence de la température sur le comportement en traction des fibres ;

- $(90^\circ)_8$: nous observons une bonne reproductibilité des essais à -40°C et $+25^\circ\text{C}$, tant sur la mesure de la déformation longitudinale que transversale. A 85°C , l'influence de la résine se traduit par un comportement longitudinal non linéaire avec une forte dispersion. Contrairement à ce qui est observé sur la séquence $(0^\circ)_8$, la rigidité diminue très fortement à 85°C ;
- $(45^\circ)_8$: le comportement de l'éprouvette est non linéaire à 25°C et à 85°C , mettant en évidence le caractère visqueux de la résine. Cette non linéarité disparaît à -40°C . A l'instar de la séquence $(90^\circ)_8$, on note une forte augmentation de la souplesse à 85°C .

En comparant l'ensemble des courbes, nous pouvons constater que la température n'a que peu d'influence sur les fibres et on n'observe globalement que peu de différences entre le comportement à -40°C et à température ambiante. A 85°C , par contre, la rigidité transversale, les modules de cisaillement et la contrainte à rupture transversale sont fortement diminués, alors que la déformation à rupture transversale augmente considérablement.

Concernant le coefficient de Poisson transverse ν_{23} à 25°C , nous l'avons pris égal à celui de la matrice époxy : 0,38 [Ishikawa et al., 1977]. Pour la température de 85°C , nous avons adopté 0,49 [O'Brien et al., 2007] car cette température est proche de la température de transition vitreuse (T_g) de notre matrice. Enfin à la température de -40°C , nous avons calculé le coefficient de Poisson de la matrice à l'aide de la loi des mélanges.

Conformément à des études précédentes [Barker et Vangerko, 1983],[Vangerko et Barker, 1985], le comportement de la séquence $(0^\circ)_8$ à 85°C ne subi pas d'abatement. Les plaques étudiées étaient fabriquées par enroulement filamentaire sur un mandrin à plat en utilisant des mèches imprégnées. Les fibres étaient par conséquent bien alignées. Aucune chute du comportement mécanique dans la direction des fibres n'était observée même si la température testée atteignait la température de transition vitreuse T_g de la matrice (170°C).

Notre cas se différencie de cette littérature. Nous observons des fibres ondulées (Figure III.15) sur les faciès à ruptures de nos éprouvettes. Ceci est dû au procédé de fabrication des plaques. Elles sont fabriquées par enroulement filamentaire sur un mandrin cylindrique de grand diamètre. Pendant la phase bobinée, les fibres sont enroulées et tendues car soumises à une pression pour les aligner. Mais après remise à plat et découpage, les fibres s'ondulent en l'absence de cette tension. Notons que les fibres ondulées se situent aux plis les plus intérieurs et peuvent uniquement être observées lors de la ruine de l'éprouvette. Comme les fibres ne sont pas impactées par la température [Feih et Mouritz, 2012], la matrice époxy est la seule à être affectée par la température. Lors d'essais à chaud, la température est proche à la température de T_g de la matrice conduisant à la viscosité de la matrice. Elle devient donc plus souple laissant les fibres se désorienter d'où un abatement de la rigidité et de la contrainte à rupture ainsi que des déformations transverses très dispersées. Si l'on fait le parallèle entre ces ondulations et les composites à plis croisés, [Reis et al., 2012] ont montré que des chutes de comportement et de contrainte à rupture étaient observées pour des composites fibres de verre matrice époxy à plis croisés et en température (dont les fibres ondulées).

En outre le chute de comportement que nous obtenons pour la séquence $(90^\circ)_8$ à 85°C apparaît comme plus sévère que dans littérature [Koyanagi et al., 2010]. Ceci peut s'expliquer par le type de résine utilisé. Ceci rejoint l'avertissement du CEA qualifiant cette résine, d'une résine de qualité industrielle (non liée à la qualité de celle d'un laboratoire comme dans la plupart des études académiques) afin d'approcher au plus près le matériau réel du réservoir.

III. Caractérisation du composite

Température	à -40°C	à 25°C, ambiante	à 85°C
E_1 (GPa)	136,85 (3,67)	134,22 (2,91)	115,06 (7,37)
E_2 (GPa)	9,596	8,175	1,182
E_3 (GPa)	9,596	8,175	1,182
ν_{12}	0,292	0,362	0,759
ν_{13}	0,292	0,362	0,759
ν_{23}	0,307	0,38	0,49
G_{12} (GPa)	5,526	4,697	0,540
G_{13} (GPa)	5,526	4,697	0,540
G_{23} (GPa)	3,671	2,962	0,394
σ_{11}^R (MPa)	2134,76 (69,31)	2104,22 (210,78)	1880,92 (168,69)
ε_{11}^R (%)	1,592 (0,057)	1,568 (0,130)	1,676 (0,046)
σ_{22}^R (MPa)	55,37 (1,64)	48,18 (1,48)	10,15 (1,16)
ε_{22}^R (%)	0,582 (0,022)	0,599 (0,043)	1,096 (0,091)

Tableau III.4 - Bilan des comportements en températures : (*) est l'écarte type des valeurs

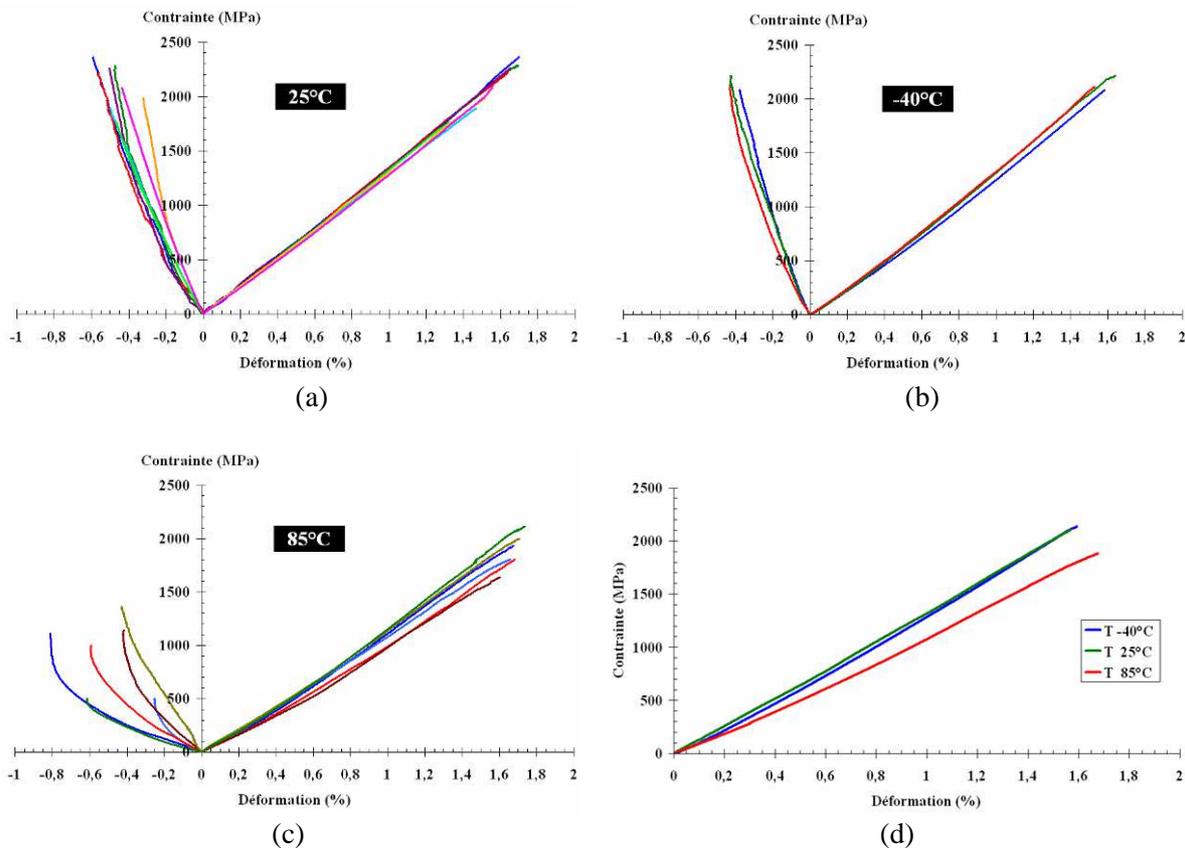


Figure III.12 - Courbes d'essais de traction uniaxiale sur les éprouvettes $(0^\circ)_8$: (a) à 25°C (b) à -40°C (c) à 85°C et (d) ensemble des moyennes pour chaque température

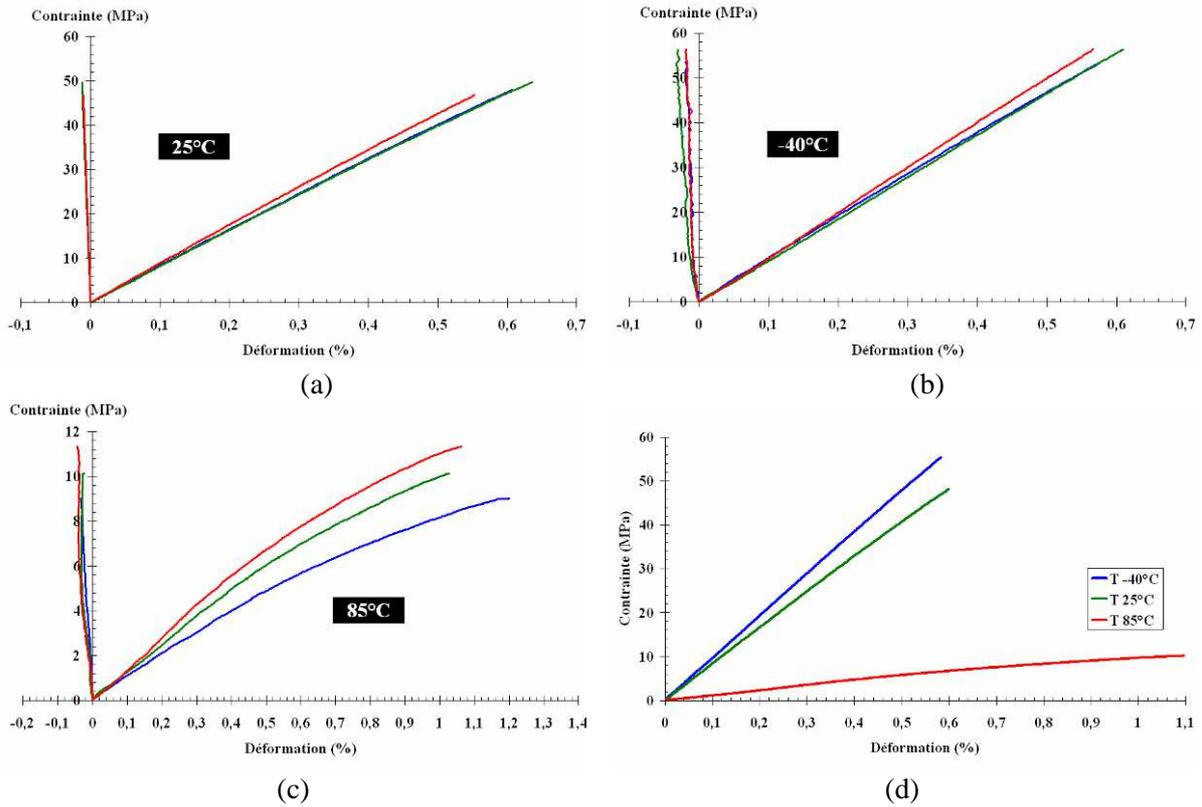


Figure III.13 - Courbes de traction uniaxiale sur les éprouvettes $(90^\circ)_8$: (a) à 25°C (b) à -40°C (c) à 85°C et (d) ensemble des moyennes de chaque température

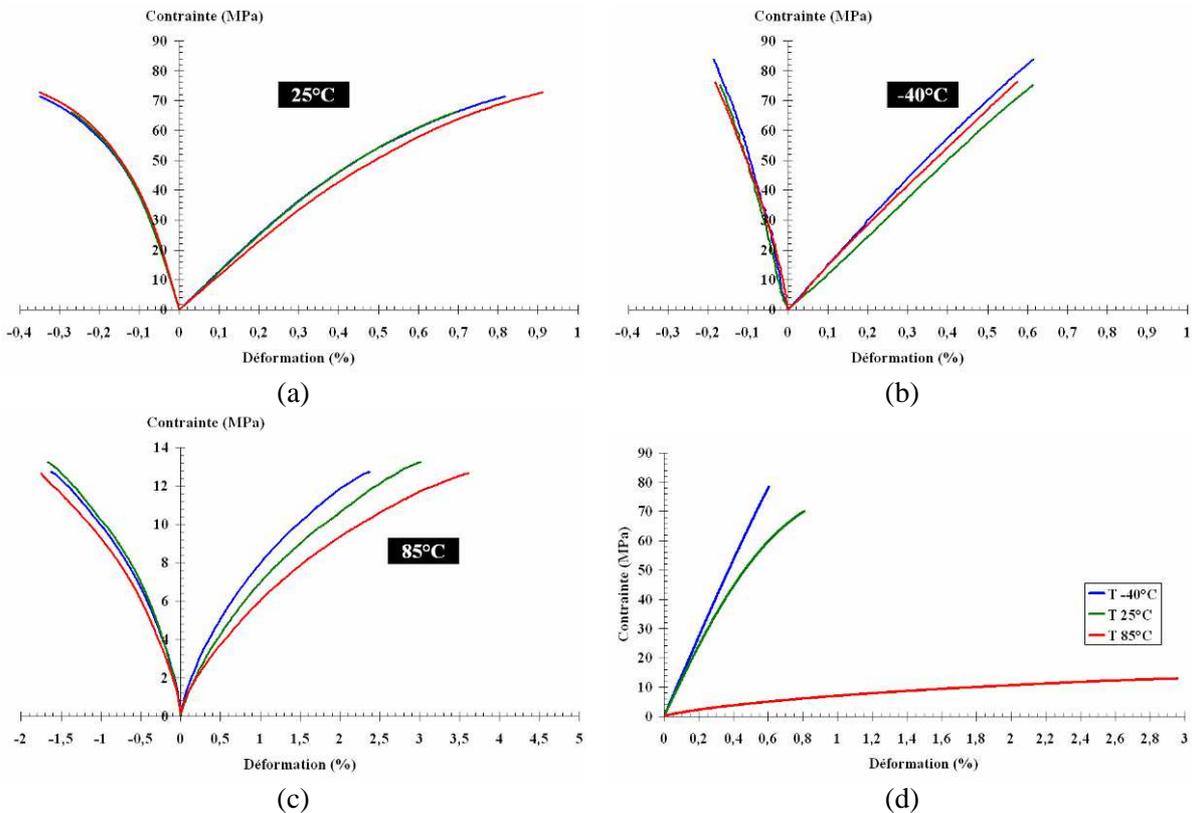


Figure III.14 - Tractions uniaxiales sur les éprouvettes $(45^\circ)_8$: (a) à 25°C (b) à -40°C (c) à 85°C et (d) ensemble des moyennes pour chaque température



Figure III.15 - Fibres ondulées

III.3.4.2 Endommagement et mécanismes d'endommagement

Cette partie se propose d'étudier les différents types d'endommagement : la rupture des fibres, la fissuration transverse et le délaminage. Afin d'étudier ces endommagements, trois séquences d'empilement différentes : (0°_8) , $(0^\circ_2, 90^\circ_2)_S$ et $(0^\circ_2, \pm 30^\circ_2)_S$ ont été utilisées, correspondant chacune à chaque mode d'endommagement. Le suivi des essais s'est fait avec deux moyens d'observation : la microscopie optique et l'émission acoustique. La séquence (0°_8) a uniquement été observée par émission acoustique au cours de l'essai de traction monotone jusqu'à rupture tandis que les séquences $(0^\circ_2, 90^\circ_2)_S$ et $(0^\circ_2, \pm 30^\circ_2)_S$ ont été observées par les deux moyens conjoints lors des chargements de charge-décharge. Notons que ces essais ont été réalisés pour trois températures (-40°C , 25°C et 85°C) tout comme les essais de caractérisation des matériaux décrits précédemment.

Les enregistrements des émissions acoustiques ont été réalisés grâce au savoir et à la collaboration de Pongsak Nimdum, attaché de recherche au Centre des Matériaux. L'analyse des paramètres acoustiques est effectuée par un dépouillement multivariable des paramètres comme la forme des ondes, le diagramme FFT, la puissance maximale, le barycentre fréquentiel, l'énergie absolue, fréquence moyenne, pic de fréquence, la durée ainsi que l'amplitude pour discriminer les endommagements permettant de faire une corrélation avec les mécanismes d'endommagement : la rupture de fibres, la fissuration transverse et le délaminage [Nimdum et Renard, 2009], [Nimdum et Renard, 2012a] et [Nimdum et Renard, 2012b].

III.3.4.2.1 Rupture de fibres

L'endommagement par rupture de fibres est étudié grâce à des essais de traction monotone jusqu'à rupture sur des éprouvettes de plis orientés à 0° . Afin d'éviter les signaux parasites, une zone de localisation (l'espacement entre deux capteurs, ici 60 mm) a été choisie pour analyser les signaux acoustique. L'évolution de la cinétique d'endommagement par suivi des enregistrements acoustiques, montre une augmentation exponentielle en cours d'essais (Figure III.16). Cette évolution est cohérente avec des études précédentes telles que Blassiau [Blassiau, 2005].

Concernant l'effet de la température, on montre sur la courbe de la Figure III.16, que la rupture des fibres évolue assez tôt et rapidement dès l'augmentation de la température (85°C) comparée à la cinétique d'évolution à température ambiante, alors que cet endommagement est peu sensible à la diminution de température (-40°C). Ces phénomènes sont bien cohérents avec les caractéristiques mécaniques précédentes.

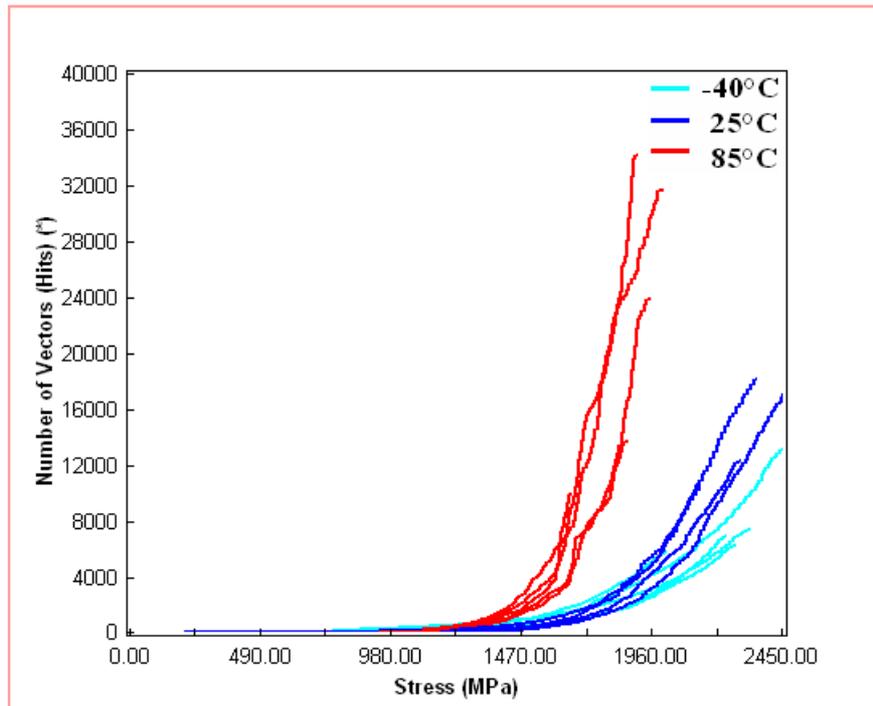


Figure III.16 - Accumulation des événements acoustiques pour différentes températures (Ruptures de fibres)

III.3.4.2.2 Fissuration transverse

Nous avons ensuite étudié le deuxième type d'endommagement, la fissuration matricielle aussi appelée « fissuration transversale ». Pour cela nous avons utilisé les composites stratifiés croisés (0°_2 , 90°_2)_s. Parallèlement deux techniques de suivi, l'émission acoustique et l'observation au microscope optique ont été utilisées pour le suivi de l'endommagement. La zone utile d'observation et d'enregistrement acoustique est fixée à 80 mm. Ce choix permet de rencontrer encore plus des fissures mais reste assez loin des mors en évitant toute perturbation et signaux parasites.

Selon les observations par microscopie optique, les multiplications de fissures n'apparaissent que dans les plis à 90° perpendiculairement à la direction de sollicitation (Figure III.17). La majorité des fissures sont traversantes sur toute la largeur du pli à 90° . Néanmoins, leurs trajectoires peuvent être perturbées par des porosités ou des zones pauvres en matrice (Figure III.18). Sous l'effet d'un chargement monotone, la multiplication des fissures s'opère avec le chargement jusqu'à atteindre un état caractéristique à partir duquel le nombre de fissures n'évolue plus. Ce phénomène a déjà été bien décrit dans les études de Revest [Revest et al., 2009].

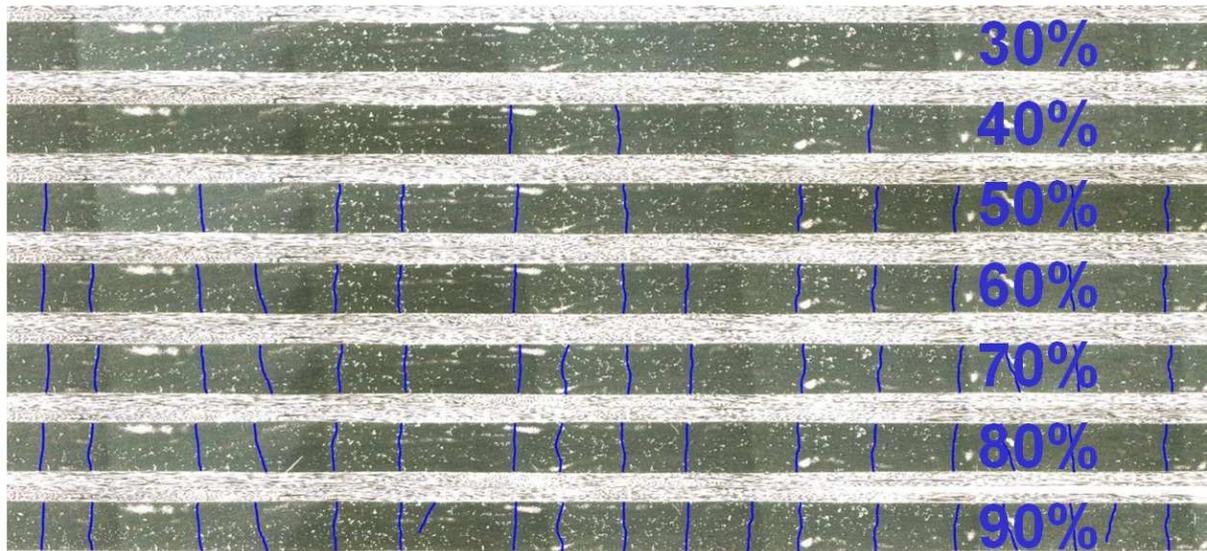


Figure III.17 - Evolution des fissures au cours du chargement pour un stratifié $(0^\circ, 90^\circ)_S$ à 25°C

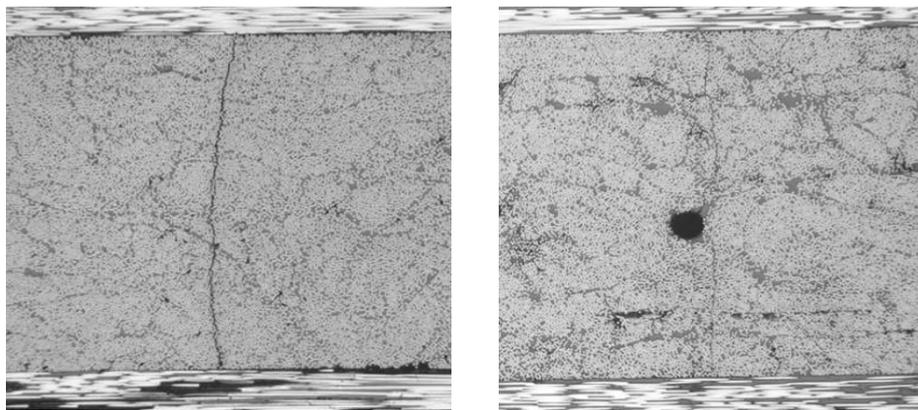


Figure III.18 - Orientation d'une fissure dans les plis à 90° sans obstacle et en présence d'une porosité

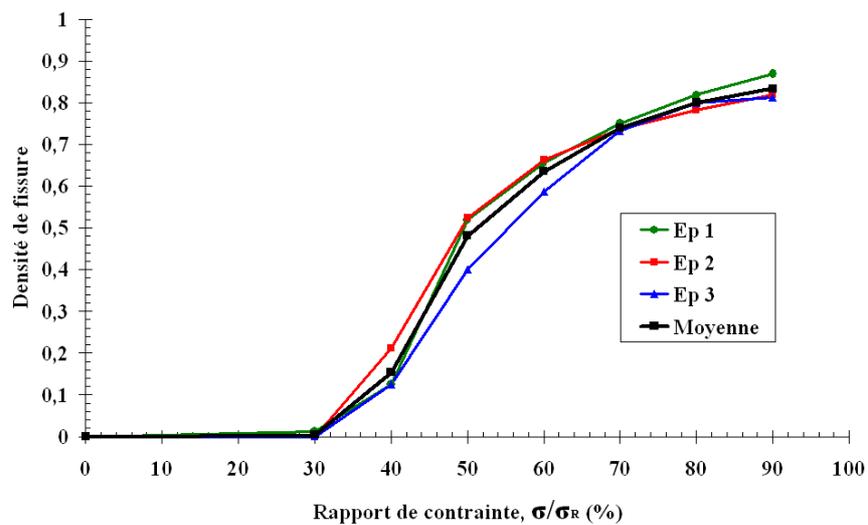


Figure III.19 - Courbes d'évolution de la densité de fissures pour un stratifié $(0^\circ, 90^\circ)_S$ à 25°C

La densité de fissures a été déterminée comme le rapport entre le nombre de fissures observées et la distance d'observation. La Figure III.19 montre l'évolution de la densité de fissures en fonction du niveau de contrainte appliqué d'allure sigmoïdale. La Figure III.20 présente la rigidité résiduelle pour le matériau fissuré soumis au chargement de charge-décharge. Comme la rigidité de cette séquence $(0^{\circ}_2, 90^{\circ}_2)_S$ est dominée par le pli à 0° , globalement au niveau du stratifié aucune évolution de la rigidité macroscopique n'est observée quand bien même le pli à 90° est fissuré. Cependant, la chute de rigidité du pli à 90° peut être obtenue à l'aide d'une simulation numérique. Ce travail sera présenté dans la prochaine partie. Le suivi de l'activité acoustique et son analyse seront traités par la méthode du multiparamétrage mentionnée précédemment. Cette analyse de la fissuration transverse est cohérente avec l'observation au microscope optique (Figure III.21).

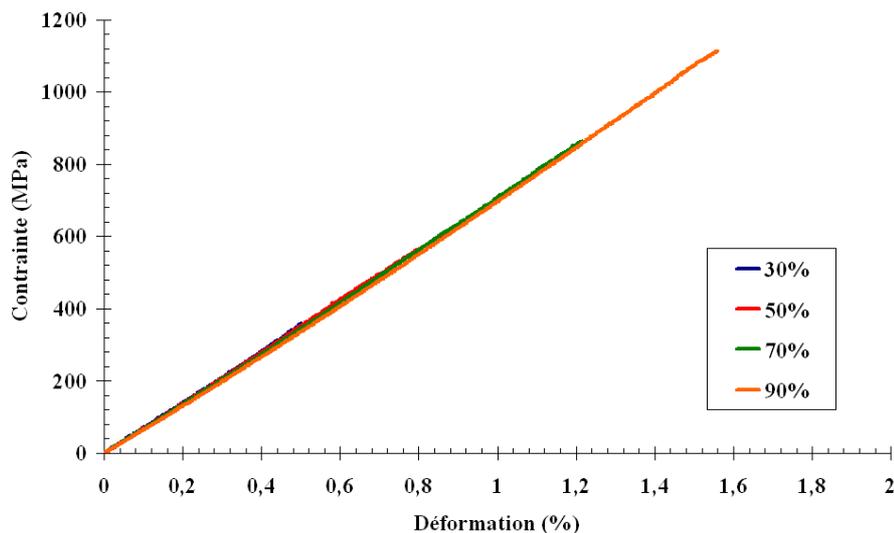


Figure III.20 - Courbes d'essai de charge-décharge sur le stratifié $(0^{\circ}_2, 90^{\circ}_2)_S$

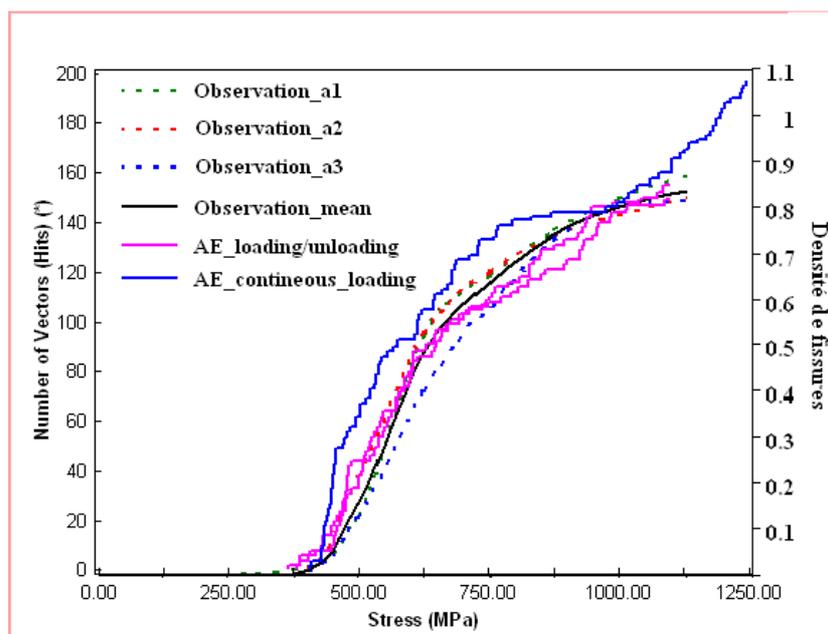


Figure III.21 - Suivi de l'activité acoustique : la densité de fissures à 25°C

III. Caractérisation du composite

Pour les essais à 85°C et -40°C, l'observation au microscope optique ne peut se faire en cours d'essais du fait que ces essais sont effectués dans une étuve fermée. Néanmoins, l'observation par le microscope optique ZEISS a été faite au dernier palier (90% de contrainte à rupture (σ_R)) en arrêtant l'essai. Les observations aux trois températures à 90% de σ_R sont présentées sur la Figure III. Le suivi de l'activité acoustique effectué en cours d'essais est présenté sur la Figure III.23. Ces accumulations acoustiques (la fissuration longitudinale) correspondent bien aux observations. La densité de fissures augmente quand la température diminue. Ce phénomène est directement lié au comportement mécanique de la matrice époxy. Dès que la température augmente la matrice devient plus souple et ductile. Les contraintes se relaxent et la matrice se fissure plus difficilement. Au contraire quand la température diminue, la matrice est plus rigide et fragile occasionnant davantage de fissures. Malgré quelques fissures longitudinales dans les plis à 0°, nous observons que la majorité de microfissures puis de fissures se créent de manière prépondérante dans le pli à 90°. Ces endommagements se caractérisent par des signaux acoustiques de faible énergie.

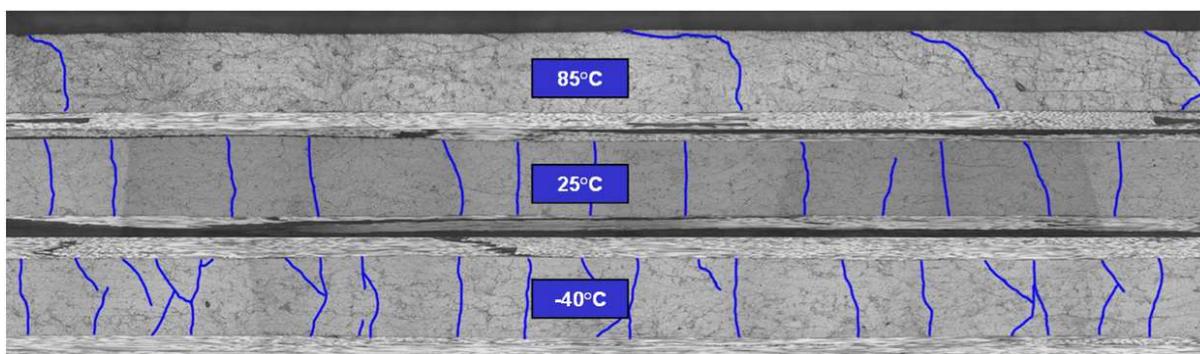


Figure III.22 - Comparaison du nombre de fissures pour un stratifié $(0^\circ_2, 90^\circ_2)_s$ à -40°C, 25°C et 85°C

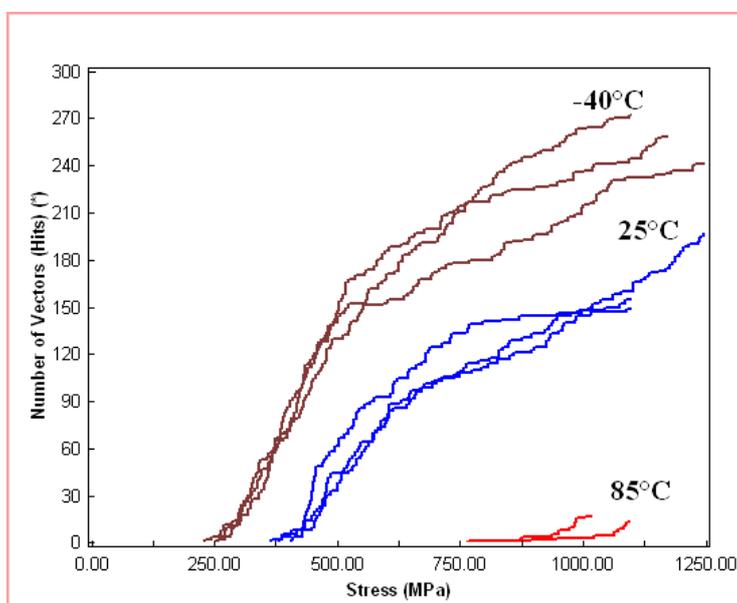


Figure III.23 - Suivi de l'activité acoustique : densité de fissures à -40°C, 25°C et 85°C

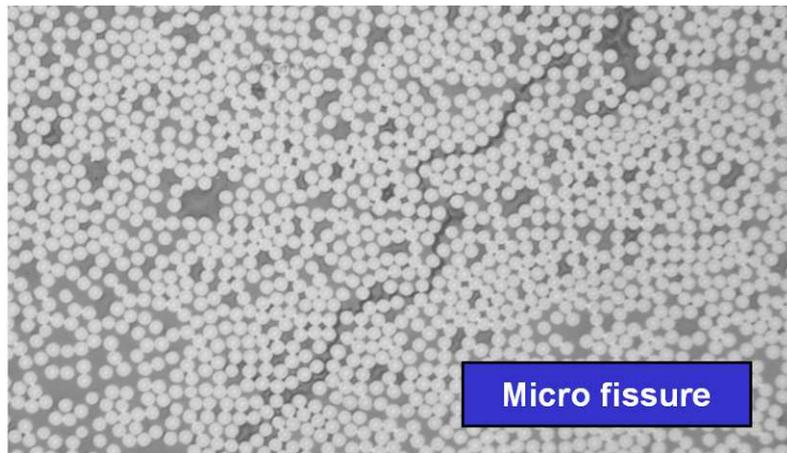


Figure III.24 - Micro fissures (épreuve à 85°C)

III.3.4.2.3 Délaminage

Le dernier type d'endommagement auquel nous nous sommes intéressés est le délaminage en mode de cisaillement (mode II et III). L'essai de charge-décharge équipé de moyens d'observation a été réalisé sur le composite $(0^{\circ}_2, \pm 30^{\circ}_2)_S$ car cette séquence favorise ce type de dégradation en raison de la singularité de contrainte en cisaillement. Comme nous avons déjà souligné, la séquence du composite stratifié $(0^{\circ}_2, \pm 30^{\circ}_2)_S$ est réalisée par enroulement filamentaire. Cette séquence représente l'entrecroisement des fils de séquence $\pm \Theta$ au sein du réservoir. La ligne d'entrecroisement se situe au milieu de l'éprouvette (Figure III.25). La zone d'observation et de localisation a été fixée à 80 mm tout comme précédemment.

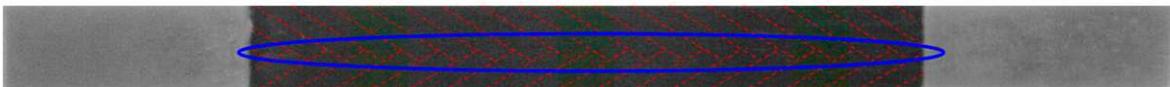


Figure III.25 - Epreuve $(0^{\circ}_2, \pm 30^{\circ}_2)_S$ et son entrecroisement

Selon les observations, le délaminage apparaît d'abord à l'interface des plis, puis il continue à progresser à l'intérieur du pli pour éventuellement rejoindre un autre délaminage (Figure III.26). Le mode d'ouverture de ces délaminages reste fermé pour les interfaces considérées du fait d'un mode de cisaillement prépondérant (mode II et III).

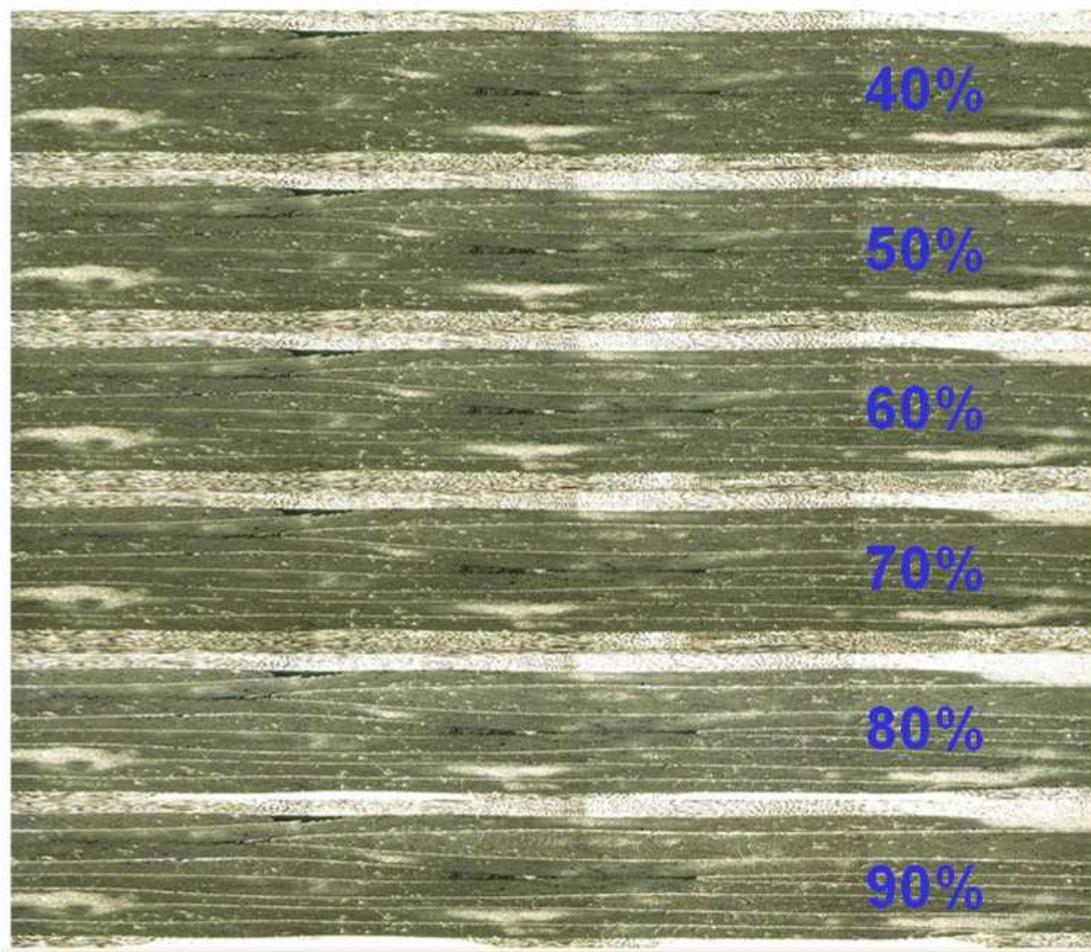


Figure III.26 - Propagation du délaminage au cours du chargement imposé.
Stratifié $(0^{\circ}_2, \pm 30^{\circ}_2)_s$ à 25°C

Dans le cas des stratifiés croisés, on constate que le délaminage commence habituellement par une coalescence des décohésions fibre/matrice. Il continue par une progression brutale sur toute la largeur du pli conduisant ainsi à accélérer la ruine de l'éprouvette. Dans notre cas, la présence d'entrecroisement des fils au sein des plis, empêche la propagation des délaminages à travers toute la largeur du pli. La ruine de l'éprouvette est ainsi moins influencée par la présence de délaminage que par la rupture des fibres dans le pli 0° lorsque celle-ci devient importante. Pour cette raison, nous sommes énormément focalisés sur la rupture des fibres dans les plis à 0° . Les plis entrecroisés se décolent par délaminage sans pour autant s'ouvrir jusqu'à la ruine de l'éprouvette (Figure III.27). C'est pour cette même raison qu'aucune évolution de la rigidité n'est observée en cours d'essais (Figure III.28).

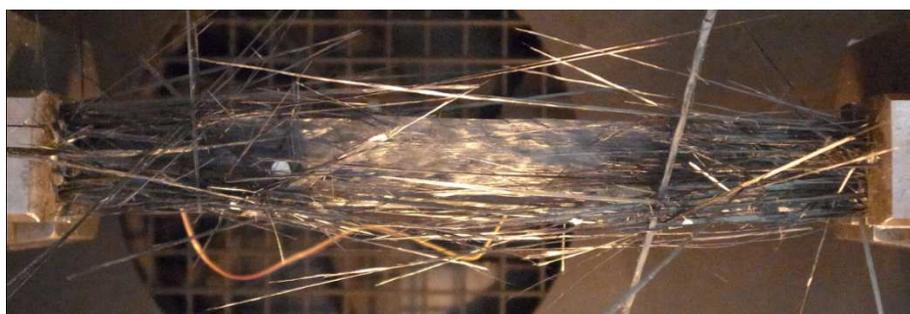


Figure III.27 - Eprouvette cassée

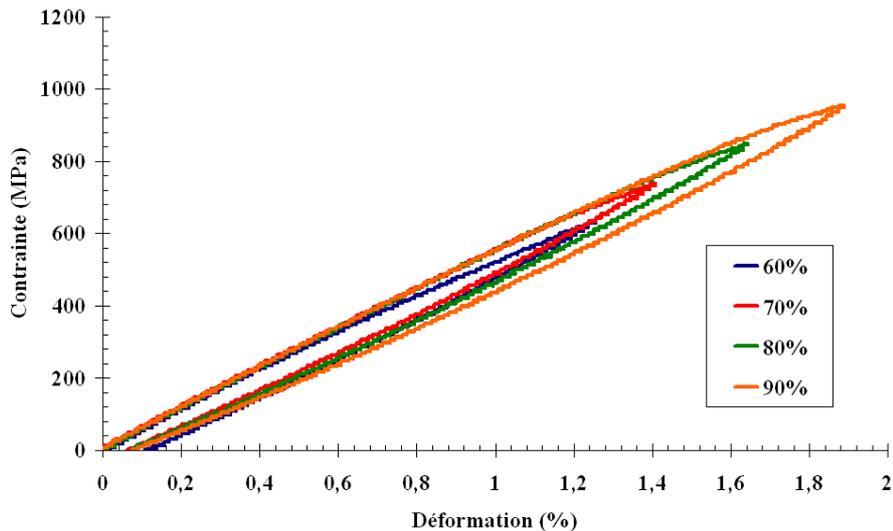


Figure III.28 - Courbes d'essai de charge-décharge sur le stratifié ($0^\circ, \pm 30^\circ$)_s

Afin d'appréhender l'effet de la température (85°C et -40°C) sur l'apparition du délaminage, la seule technique utilisée a été l'activité acoustique. Bien que la matrice devienne plus ductile en température, l'écart de comportement entre les couches à 0° et 30° augmente si bien que les contraintes de cisaillement aux interfaces augmentent. L'accumulation des signaux acoustiques montre que le délaminage est accéléré avec la température (Figure III.29).

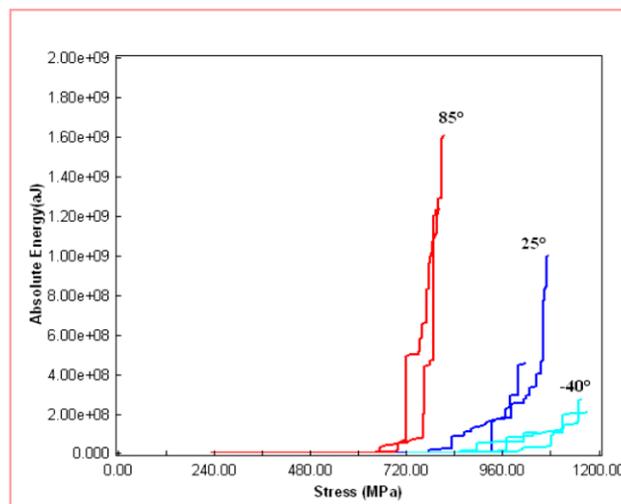


Figure III.29 - Suivi de l'activité acoustique : délaminage à -40°C , 25°C et 85°C

III.4 Analyse de la température de transition vitreuse du composite

III.4.1 Objectifs

Afin de déterminer la température de transition vitreuse (T_g) du composite, des essais d'analyse thermomécanique dynamique (DMTA : Dynamic Mechanical Thermal Analysis) ont été réalisés. Cette technique permet de déterminer l'évolution des composantes élastiques et viscoélastiques en fonction de la température ou de la fréquence de sollicitation. Remarquons que la T_g obtenue par cette technique est la T_g dynamique du matériau. Elle est légèrement différente à la T_g réel du matériau mais assez reproductible [Lee-Sullivan et Dykeman, 2000].

III.4.2 Analyse thermomécanique DMTA

Le principe de la DMTA consiste à solliciter mécaniquement le matériau par des déformations périodiques en vibrations forcées. Avec la déformation sinusoïdale imposée, il est possible de décrire le comportement du matériau par une composante purement élastique et une composante purement visqueuse suivant :

$$\sigma = \varepsilon_0 E' \sin(\omega t) + \varepsilon_0 E'' \omega \cos(\omega t) \quad (\text{III.8})$$

E' représente le module de conservation et E'' correspond un module de perte. $\tan(\delta) = E'' / E'$ est un tangente de l'angle de perte représentant le rapport entre l'énergie dissipée par amortissement et l'énergie élastique stockée.

Des essais ont été effectués sur la machine DMTA de la société Métravib VA 4000 utilisée avec le logiciel Dynatest (Figure III.30). On effectue une flexion trois points moyennant une distance entre appuis de 45mm sur un échantillon de 60mm x 6,5mm x 2mm de composite unidirectionnel (0°_8) et (90°_8) (Figure III.30).

La déformation imposée est égale de 0.02% pour une fréquence vibratoire de 1Hz. Le rapport entre la force statique (F_{st}) et la force dynamique (F_d) est de 150%. La force statique appliquée est choisie supérieure à la force dynamique de manière à ce que l'éprouvette reste toujours en contact avec les mors au cours de l'essai (Figure III.31). La force est mesurée par un capteur de force dynamique piézoélectrique placé dans l'excitateur électrodynamique pour la gamme de fréquences (5Hz ; 1000Hz), ou par un capteur piézorésistif dit « statique » car il permet la mesure des forces statiques et dynamiques pour des fréquences faibles (0,01Hz ; 100Hz).



Figure III.30 - Dispositif de la DMTA et géométrie des éprouvettes

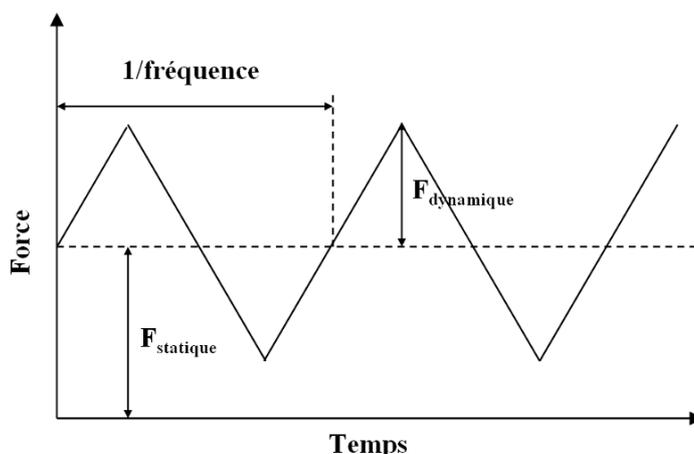


Figure III.31 - Schéma des forces (dynamique et statique) lors de l'essai de DMTA

Les résultats d'essais de DMTA sont présentés sur la Figure III.32 et III.33 correspondant respectivement à la séquence (0°_8) et (90°_8). Selon ces résultats, la température de Tg dynamique est définie par le pic de $\tan(\delta)$, égal de 105°C pour les deux séquences testées. Ces résultats sont proches à donnée fabricant de 117°C (Tableau II.2). L'augmentation du module de conservation au début en fonction de la température (Figure III.32) peut être due à la résine mal polymérisé. Quand la température augment, la résine commence à ré-polymériser conduisant à l'augmentation de rigidité de la résine. Malgré la même tendance observée au niveau de l'évolution des rigidités, la chute de module à 85°C de la séquence (90°_8) est très marquée comparée à des études de la bibliographie ([Deng et al., 2007]). Cette remarque est cohérente avec la chute des propriétés mécaniques précédemment enregistrée (§III.3.3.1).

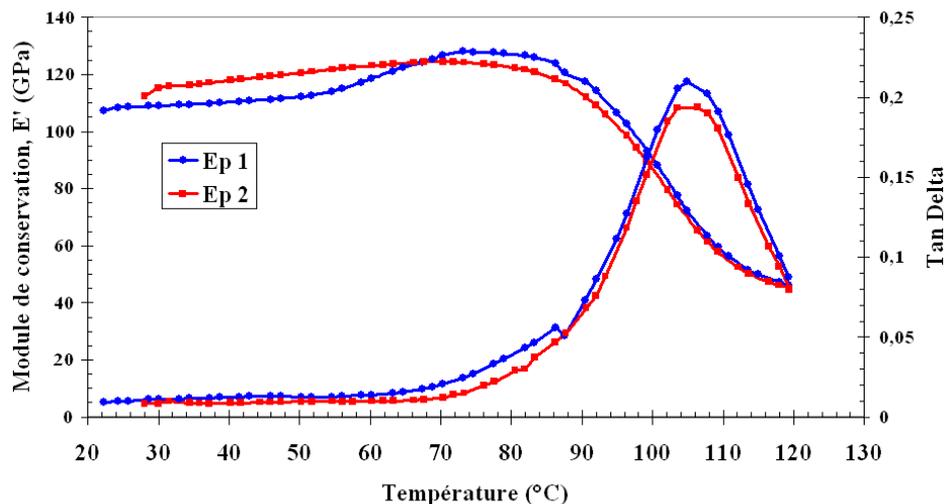


Figure III.32 - Courbes de DMTA obtenue sur une éprouvette 0°

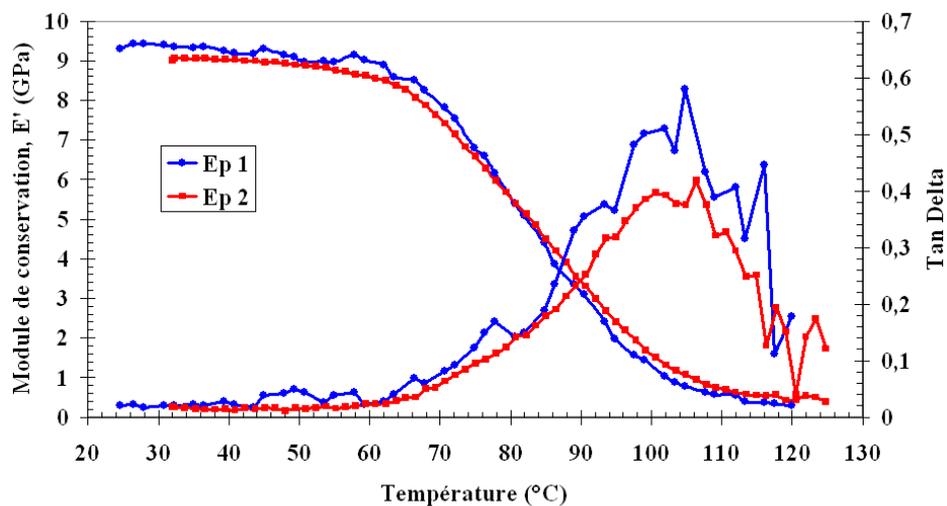


Figure III.33 - Courbes de DMTA obtenue sur une éprouvette 90°

III.5 Analyse la fraction volumique de fibres du composite

III.5.1 Objectifs

Le but de cette partie consiste à identifier la fraction volumique de fibres ainsi que sa dispersion sur une plaque composite unidirectionnelle étudiée. Cette dispersion est principalement due

III. Caractérisation du composite

au procédé de fabrication des plaques composites. Deux techniques ont été employées, l'analyse d'images permettant d'obtenir une fraction volumique à une échelle assez fine dite « locale » et la pyrolyse, technique qui donne une fraction volumique à une échelle dite plus « globale ». Ces données statistiques seront introduites dans notre approche multiéchelle du composite.

III.5.2 Analyse d'images

L'analyse d'images a été employée pour déterminer une fraction volumique locale à l'échelle microscopique. Cette technique consiste à évaluer certaines caractéristiques spécifiques des matériaux telles que : la taille des hétérogénéités, la taille des porosités, la fraction volumique etc... Pour servir l'étude numérique, on cherche à déterminer les dispersions de fractions volumiques dans une zone qui correspond à celle du VER.

Pour ce faire, de nombreuses images (4800 images) binaires obtenue par microscopie optique ZEISS sur 256 niveaux de gris (8 bits) ont été sélectionnées. Les fibres correspondent à des pixels de 1 (blancs), la résine aux pixels 0 (noirs). Cette opération permet d'isoler les fibres de la résine (Figure III.34). Le taux volumique de fibres se calcule selon le rapport entre les pixels blancs et noirs.

Les résultats obtenus pour les distributions de V_f sont présentés sur la Figure III.35 et dans le Tableau III.5. Notons que cette technique présente des difficultés, notamment sur l'objectivité optique due au discernement des niveaux de gris.

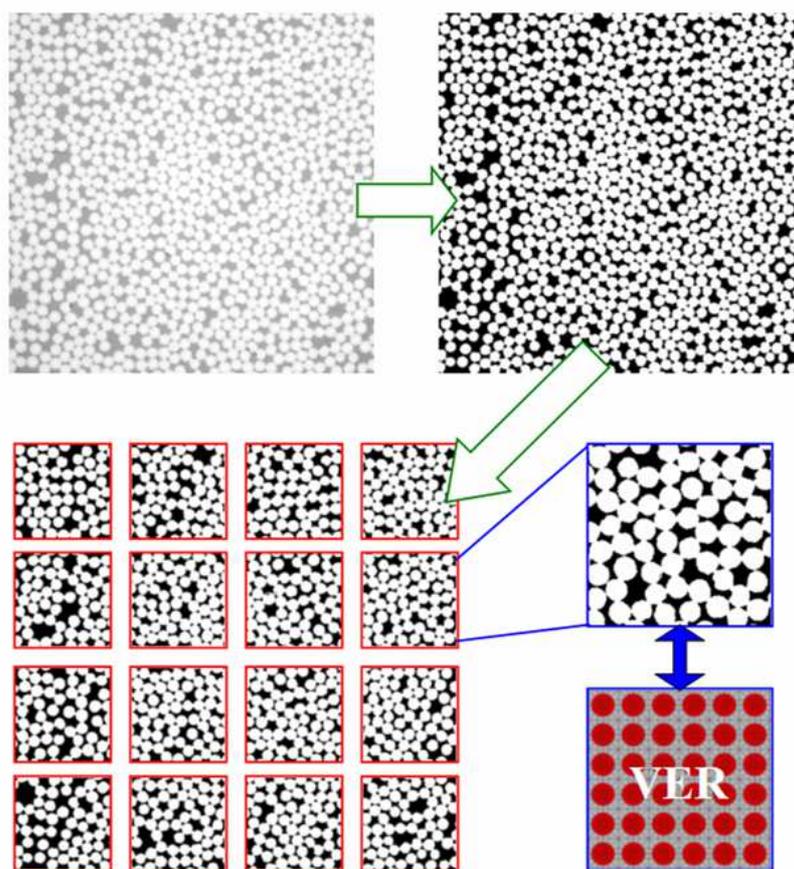


Figure III.34 - Procédé d'analyse d'images

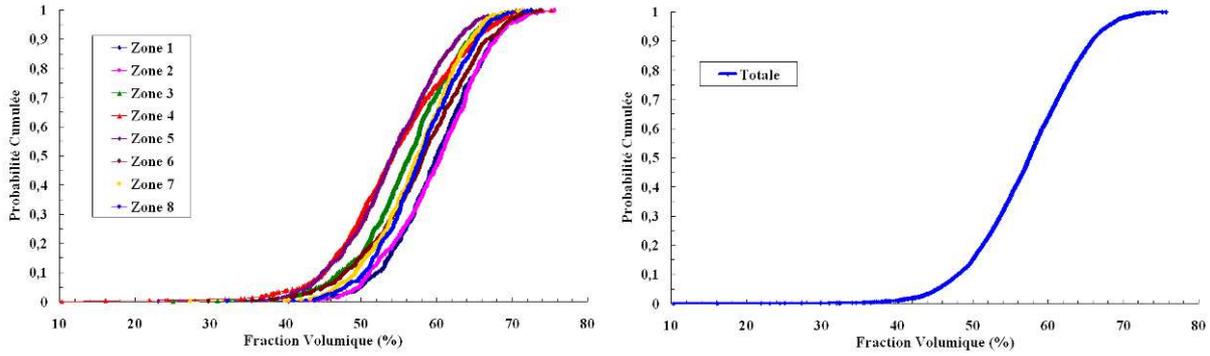


Figure III.35 - Dispersion des fractions volumiques locales de fibres

Fraction volumique locale par analyse d'images (%)	
Zone 1	59,94 (6,00)
Zone 2	60,07 (6,28)
Zone 3	55,93 (6,68)
Zone 4	54,31 (8,24)
Zone 5	54,10 (6,79)
Zone 6	57,87 (7,29)
Zone 7	57,17 (5,92)
Zone 8	57,87 (5,84)
Moyenne	57,16 (7,00)

Tableau III.5 - Bilan des fractions volumiques de fibres obtenues par analyses d'images (écart type entre parenthèse)

III.5.3 Analyse par pyrolyse

Comme nous avons indiqué précédemment, la pyrolyse a été employée pour déterminer la fraction volumique des fibres à l'échelle globale sur une plaque. Les échantillons ont été découpés dans plusieurs zones sur une plaque composite. La taille des échantillons correspond à celle du VER. Ces échantillons ont été pesés avant et après pyrolyse. Pour cela ils sont passés dans un four à 500 C° pendant une heure et demi afin de s'assurer de la disparition de toute résine (Figure III.36). Notons que la perte de masse des fibres de carbone dû à l'oxydation est encore faible à cette température [Feih et Mouritz, 2012]. Moyennant le poids des fibres, celui de la résine par différence entre le composite et les fibres, les fractions volumiques et les densités du composite ont été déterminées à partir des formules suivantes :

$$V_f = \frac{\frac{P_f}{P_c} \rho_m}{\rho_f - \left(\frac{P_f}{P_c}\right)(\rho_f - \rho_m)} \quad (\text{III.9}) \quad \text{et} \quad \rho_c = \frac{\rho_f \rho_m}{\rho_f - \left(\frac{P_f}{P_c}\right)(\rho_f - \rho_m)} \quad (\text{III.10})$$

avec P_c et P_f les poids du composite et des fibres

ρ_c, ρ_f et ρ_m les densités du composite, des fibres et de la résine

V_f la fraction volumique de fibres

III. Caractérisation du composite

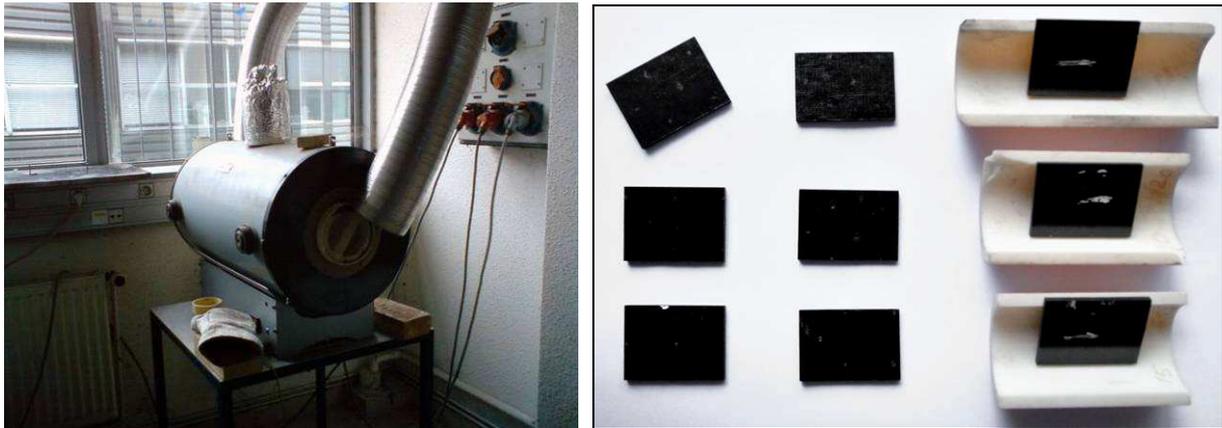


Figure III.36 - Four électrique à pyrolyse et géométrie des éprouvettes

Les résultats des pyrolyses sont présentés dans le Tableau III.6 et la Figure III.36 :

Masse volumique de résine époxy (g/cm^3), donnée	1,18
Masse volumique des fibres T700sc (g/cm^3), donnée	1,8
Masse volumique du composite (g/cm^3)	1,55
Vf moyenne du composite (%)	58,69 (2,96)

Tableau III.6 - Récapitulatif des résultats de pyrolyse, écart-type entre parenthèse

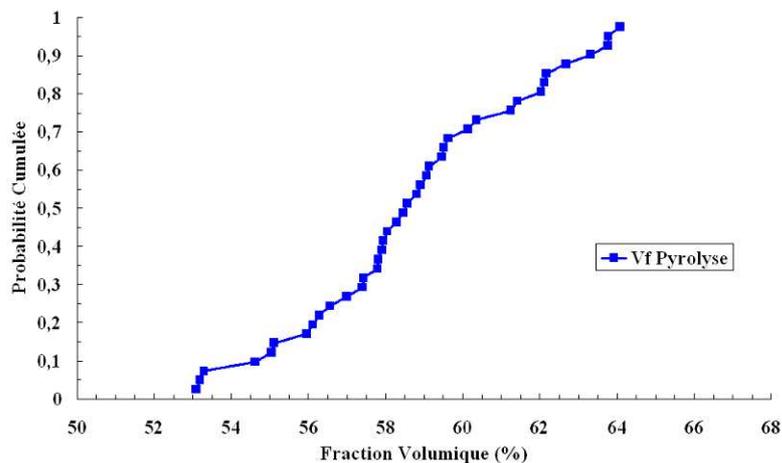


Figure III.37 - Dispersion des fractions volumiques globales de fibres

III.5.4 Comparaison des résultats locaux et globaux

Les résultats des taux volumiques de fibres moyens donnés par les deux méthodes sont quasiment identiques, 57,16% par analyse d'images contre 58,69% par pyrolyse (Figure III.38). Par contre les dispersions obtenues par les deux méthodes sont notablement différentes (7% par analyse d'images pour 2,96% par pyrolyse). Rappelons que la dispersion par analyse d'images représente une

donnée locale par rapport à la pyrolyse. Cette dispersion est directement liée à la taille d'échantillon analysé et sera employée dans la partie simulation numérique (Chapitre VI) pour prendre en compte les changements d'échelle des critères proposés.

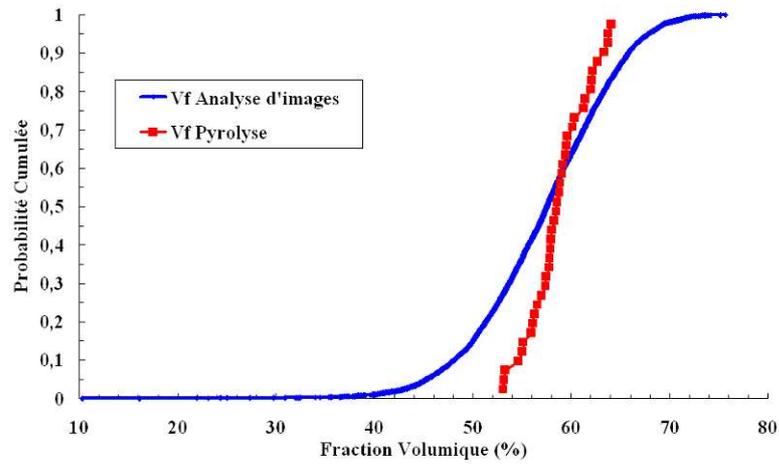


Figure III.38 - Comparaison des dispersions locales et globales

Chapitre IV

Caractérisation de l'embase et du liner

Dans ce chapitre, nous présentons les résultats de l'étude expérimentale du matériau de l'embase et du liner ainsi que de la liaison embase-liner nécessaire au dimensionnement du réservoir.

Sommaire

IV.1 Introduction

IV.2 Essais de traction sur embase

IV.2.1 Objectifs

IV.2.2 Eprouvettes et moyens d'essais

IV.2.3 Résultats expérimentaux

IV.3 Essais de traction sur liner

IV.3.1 Objectifs

IV.3.2 Eprouvettes et moyens d'essais

IV.3.3 Résultats expérimentaux

IV.4 Essais Arcan-Mines sur la liaison embase-liner

IV.4.1 Objectifs

IV.4.2 Eprouvettes, dispositif Arcan-Mines et moyens d'essais

IV.4.3 Résultats expérimentaux

IV.1 Introduction

Dans ce chapitre, nous nous sommes focalisés sur les deux derniers éléments importants d'un réservoir, l'embase et le liner. Ces deux éléments gèrent majoritairement à eux seuls l'étanchéité du réservoir à l'hydrogène. L'objectif est de déterminer leur comportement mécanique ainsi que la tenue mécanique au niveau de leur liaison, zone tout aussi cruciale en termes de performance et d'étanchéité du réservoir.

En premier lieu, nous allons analyser les essais de traction sur embase afin de caractériser son comportement mécanique. Comme un éventuel risque de fonctionnement en service lié à la température de 85° reste faible pour un matériau métallique, cet essai a été uniquement effectué à la température ambiante. En revanche, comme le matériau du liner est très sensible à la température, des essais de traction aux trois températures ont été effectués dans le but de caractériser le comportement en température. Enfin, la caractérisation de la tenue mécanique de la liaison embase-liner a été réalisée à l'aide du dispositif expérimentale « Arcan-Mines », particulièrement bien adapté à la caractérisation des interfaces. Ces données expérimentales ont servi de base de données à la partie simulation numérique.

IV.2 Essais de traction sur embase

Selon les conditions d'utilisation du réservoir, le matériau de l'embase doit être capable de tenir à l'hydrogène, de créer une bonne interface avec le polymère pour pallier des besoins d'étanchéité et si possible, se situer dans une gamme de prix économiquement raisonnable. L'inox 316L, acier inoxydable AISI 316 L (en désignation européenne X2CrNiMo 17-12-2) semble être ce bon candidat. Cette famille d'aciers inoxydables trouve depuis longtemps, pour ses propriétés mécaniques et sa tenue à l'hydrogène, de nombreuses applications auprès du CEA.

IV.2.1 Objectifs

Le but des essais étaient de déterminer les caractéristiques mécaniques de l'inox 316L en particulier sa limite d'élasticité, son comportement plastique au delà de cette limite et le potentiel de risques à fonctionner dans cette partie non linéaire. Afin de répondre à ces questions, un nombre significatif d'essais de traction sur l'éprouvette cylindrique ont été réalisés, la vitesse de sollicitation restant dans le domaine quasi-statique.

IV.2.2 Eprouvettes et moyens d'essais

Pour une bonne homogénéité des contraintes dans la zone utile de l'éprouvette, une éprouvette cylindrique a été choisie (Figure IV.1). Cette éprouvette en inox316L a été usinée moyennant un diamètre de 4 mm. La longueur totale et calibré sont de 57 mm et 25 mm respectivement.

La machine utilisée pour réaliser les essais est une machine INSTRON® de capacité 10000 daN (Figure IV.2). Le pilotage de l'essai se fait par contrôle du déplacement de la traverse. La mesure de la déformation s'effectue au moyen d'un capteur extensométrique dont la base de mesure avec pige est égale à 11,35 mm.



Figure IV.1 - Géométrie des éprouvettes

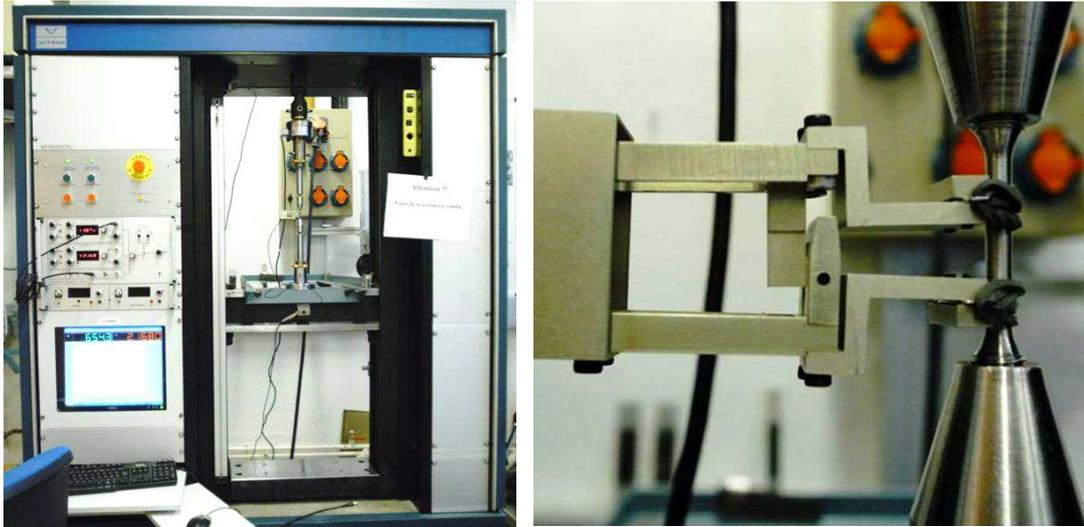


Figure IV.2 - Dispositif expérimental de traction

IV.2.3 Résultats expérimentaux

La zone de rupture de l'éprouvette est bien dans la zone homogène caractérisée par un blanchiment visible avant la rupture (Figure IV.3). Les dispersions obtenues au niveau du comportement restent très faibles, résultat courant dans le cadre des matériaux métalliques. Les résultats d'essais montrent un comportement élastique linéaire en début de courbe, puis un domaine plastique. La partie déformation élastique est très courte comparée à celle de la partie plastique (Figure IV.4). La Figure IV.4 (a) présente les résultats en termes de déformations d'ingénieur, calculée à partir des équations (III.4) et (III.5) alors que les courbes de la Figure IV.4 (b) sont tracées en déformations vraies calculées à partir des équations suivantes :

$$\sigma_{vraie} = F/S = Fl/(S_0l_0) = F(\Delta l + l_0)/(S_0l_0) = F/S_0(1 + \Delta l/l_0) = \sigma(1 + \varepsilon) \quad (IV.1)$$

$$\varepsilon_{vraie} = \int_{l_0}^l \delta l/l = \ln(l/l_0) = \ln((\Delta l + l_0)/l_0) = \ln(1 + \Delta l/l_0) = \ln(1 + \varepsilon) \quad (IV.2)$$

Avec la charge mesurée F , l'allongement mesuré Δl , S_0 la section initiale et l_0 la base de mesure initiale du capteur extensomètre. σ et ε représentent la contrainte et la déformation d'ingénieur ou autrement dit nominales obtenues par les équations (III.4) et (III.5) respectivement. Pour $\varepsilon < 5\%$, la différence entre « vraie » et « ingénieur » peut être négligé. On obtient donc un module d'Young, E de 217,83 GPa (Figure IV.5) et une contrainte d'ingénieur maximum d'environ 600 MPa. Ce comportement est cohérent avec d'autres études telles que celle de Choteau [Choteau, 1999].



Figure IV.3 - Eprouvettes saine et après rupture

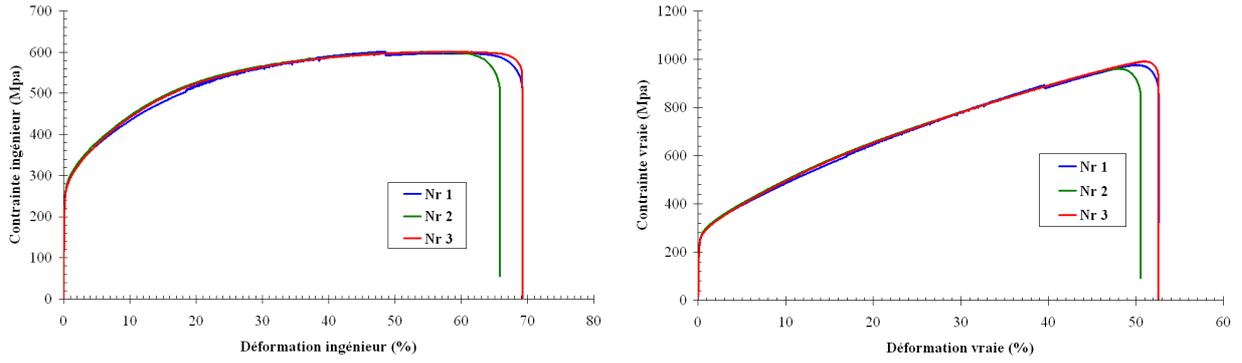


Figure IV.4 - Courbes de traction uniaxiale en contrainte-déformation ingénier (a) et vraie (b)

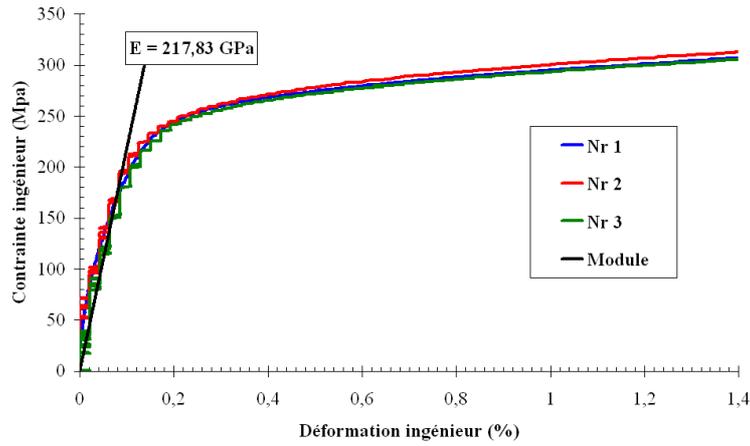


Figure IV.5 - Identification du module d'Young

Pour décrire le seuil de plasticité, nous utilisons le critère classique de Von Mises [Von Mises, 1913] d'équations (IV.3). Ce seuil de plasticité sera introduit lors des simulations numériques. L'écoulement plastique est décrit par un écrouissage cinématique non-linéaire (IV.4-IV.8) où $f(\tilde{\sigma}, \tilde{X})$ est la fonction de charge ou fonction seuil, σ_y représente la limite d'élasticité, C et D sont les coefficients caractéristiques du matériau et ε^P correspond à la déformation plastique. Dans le cas d'une traction simple, la courbe est modélisée par l'équation (IV.9) [Besson et al., 2001], [Lemaitre et Chaboche, 2004].

$$J = \sqrt{\frac{1}{2}((\sigma_{11} - \sigma_{22})^2 + (\sigma_{22} - \sigma_{33})^2 + (\sigma_{33} - \sigma_{11})^2 + 6(\sigma_{12}^2 + \sigma_{13}^2 + \sigma_{23}^2))} \quad (IV.3)$$

$$f(\tilde{\sigma}, \tilde{X}) = J(\tilde{\sigma} - \tilde{X}) - \sigma_y \quad (IV.4)$$

$$d\tilde{\alpha} = d\varepsilon^P - \frac{3D}{2C} \tilde{X} dp \quad (IV.5)$$

$$\tilde{X} = \frac{2}{3} C \tilde{\alpha} \quad (IV.6)$$

$$d\tilde{X} = \frac{2}{3} C d\tilde{\alpha} = \frac{2}{3} C d\varepsilon^P - D \tilde{X} dp \quad (IV.7)$$

$$dp = \sqrt{\frac{2}{3} d\varepsilon^P : d\varepsilon^P} \quad (IV.8)$$

$$\sigma = \sigma_y + \frac{C}{D}(1 - \exp(-D\varepsilon^p)) \quad (IV.9)$$

Avec $\varepsilon^p = \varepsilon - \varepsilon^E$ et $\varepsilon^E = \frac{\sigma}{E}$

Les paramètres du modèle ont été identifiés et sont résumés dans le tableau IV.1. Le coefficient de Poisson, ν est pris égal à 0.33, valeur typique pour un matériau métallique. La Figure IV.6 présente l'ensemble des courbes expérimentales et la courbe modèle construite avec les paramètres identifiés.

E (GPa)	217,83
ν	0,33
σ_y (MPa)	279,00
C	2525,00
D	7,50

Tableau IV.1 : Comportement de l'acier d'embase d'inox 316L

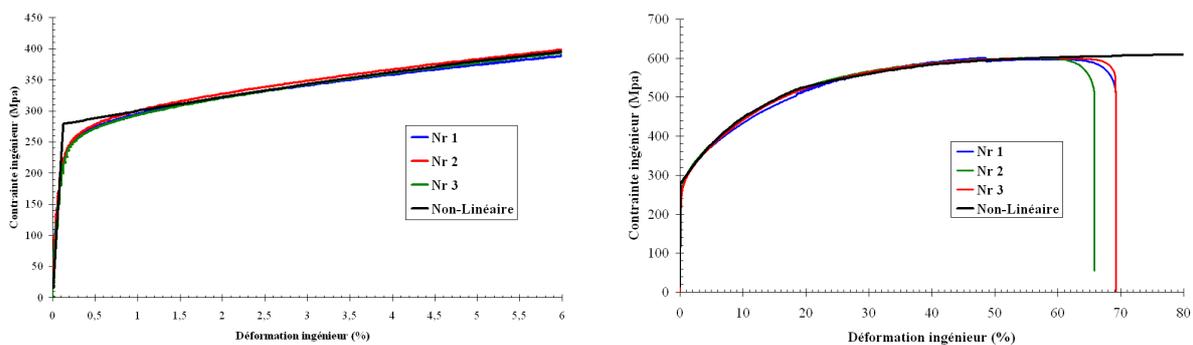


Figure IV.6 - Comparaison des courbes d'essais et d'un comportement plastique non-linéaire (en noir)

IV.3 Essais de traction sur liner

Pour le réservoir de type IV, le liner est en polymère (thermoplastique ou thermodurcissable) qui ne supporte pas la charge mais assure seulement l'étanchéité à l'hydrogène. Parmi les choix de matériaux, deux liners en polymère thermoplastique (PU et PA6 modifié) ont été choisis par le CEA. L'avantage important d'un polymère thermoplastique est son potentiel de recyclage et sa capacité de s'adapter au procédé de rotomoulage réactif. En revanche, son comportement mécanique est relativement plus faible comparé au polymère thermodurcissable.

Selon les expériences réalisées au cours du projet ENDEMAT, le liner PU montre une faible durabilité thermomécanique résultant de fuites du réservoir issues de fissuration du liner. En conséquence, le PA6 reste le bon candidat comme matériau du liner. Notons que le PA6 utilisé dans notre étude, est un PA6-modifié pour améliorer le comportement à la basse température.

Les essais de traction sur du PA6, ont été effectués pour différentes températures par notre partenaire de l'ENSAM responsable de cette tâche dans le contexte de ce projet.

IV.3.1 Objectifs

Pour déterminer les caractéristiques mécaniques pour différentes températures du PA6 modifié, un nombre significatif d'essais de traction en température ont été réalisés, la vitesse de sollicitation restant toujours dans le domaine quasi-statique.

IV.3.2 Eprouvettes et moyens d'essais

Les conditions d'essais sont conformes à la norme NF T 51-034. La géométrie des éprouvettes haltères est celle présentée sur la Figure IV.7. La machine utilisée pour réaliser ces essais quasi-statique à différentes températures est une machine INSTRON® de capacité 100 daN équipée d'une étuve électrique et une cuve de stockage d'azote liquide, l'ensemble permettant de maintenir à la température souhaitée (Figure IV.8). Le pilotage d'un essai se fait en contrôle de déplacement. Les éprouvettes sont équipées d'extensomètres afin de suivre les déformations.

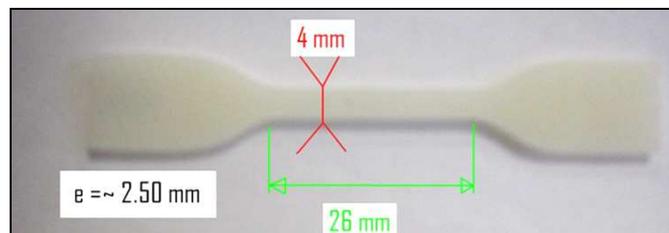


Figure IV.7 - Dimensions des éprouvettes testées



Figure IV.8 - Dispositif expérimental de traction

IV.3.3 Résultats expérimentaux

Les résultats sont présentés sur le Figure IV.9 et dans le Tableau IV.2. Comme nous l'avons indiqué, ce PA6 est modifié pour qu'il soit compatible avec le procédé de fabrication, le module d'Young (à température ambiante) est visiblement faible en comparaison avec certains travaux antérieurs [Trotignon et al., 1996], [Thomas, 2011]. L'essai à la plus haute température a été réalisé à

IV. Caractérisation de l'embase et du liner

65°C au lieu de 85 °C du fait qu'à cette dernière température, le matériau devient trop souple mettant l'essai en échec.

Le polymère soumis à des hautes températures présente naturellement un allongement plus grand [Courtney, 1990] et [Matsuoka, 1992], ce qui s'inverse pour les basses températures. Les résultats obtenus présentent une tendance cohérente avec ceux du pli composite à (90°₈), le comportement de cette séquence dépendant de celui de la résine polymère.

Les valeurs utilisées lors des simulations numériques sont les modules d'Young pour chaque température. Puisque le liner suit toujours la coque composite, il restera vraisemblablement dans son domaine d'élasticité. Le comportement plastique ainsi qu'un critère de plasticité ne sont pas nécessaire dans ce cas.

Température	à -40°C	à 25 °C, ambiante	à 65°C
σ_{\max} (MPa)	88	59	49
ε_{\max} (%)	31	463	478
E (MPa)	2059	968	234

Tableau IV.2 - Valeurs des caractéristiques mécaniques de PA6 modifié aux trois températures

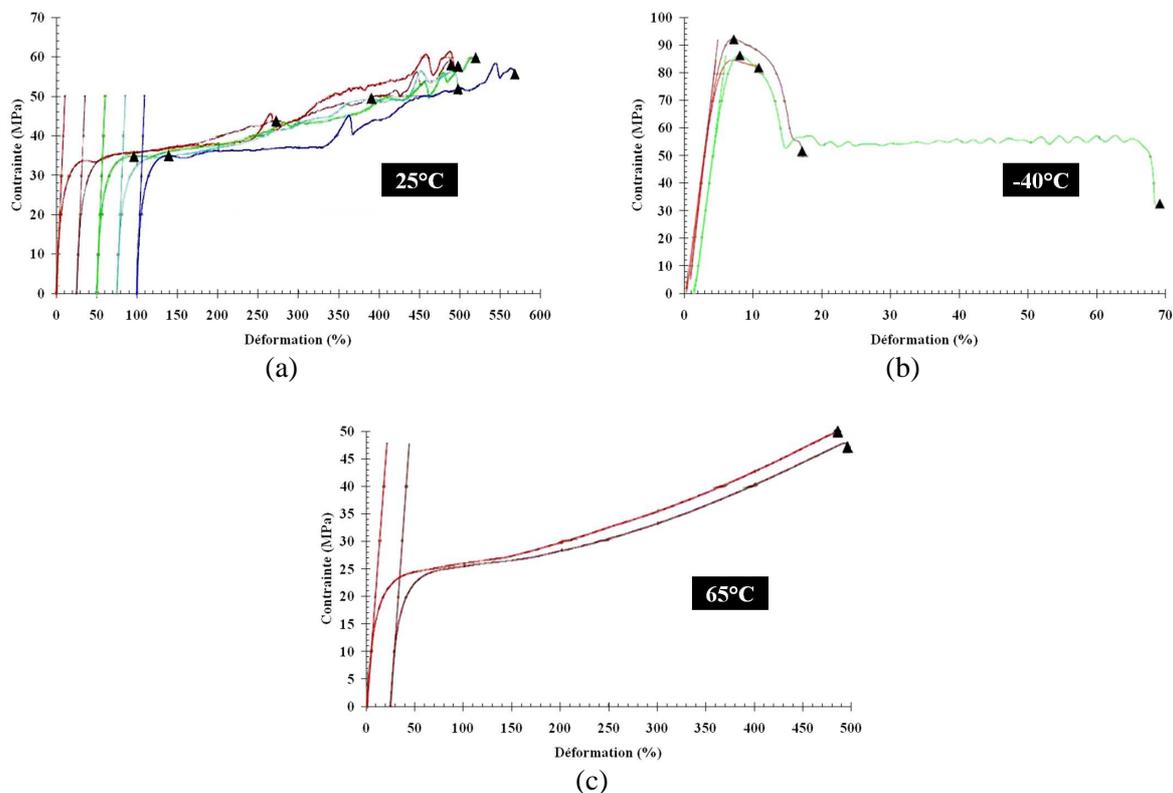


Figure IV.9 - Courbes de traction uniaxiale sur éprouvettes de PA6 à 25°C(a), -40°C (b) et 65°C (c)

IV.4 Essais Arcan-Mines sur la liaison embase-liner

Le but de cette partie est de présenter la méthode de caractérisation de la tenue mécanique de la liaison embase-liner, la dégradation de l'étanchéité au niveau de la liaison embase-liner étant un phénomène observé sur des réservoirs de type IV en service. Cette dégradation peut être due à une perte des propriétés mécaniques aux interfaces des différents matériaux et ainsi conduire à une baisse des propriétés de perméation. La liaison embase-liner testée dans cette partie est en PU-Inox, fabriquée par la société RAIGI, partenaire de ce projet. La réalisation des éprouvettes a été effectuée par

surmoulage sur le matériau acier de l'embase pour se conformer de manière aussi proche que possible du procédé de réalisation du réservoir. Comme nous l'avons indiqué précédemment, le liner retenu pour cette étude a principalement été le PA6 modifié. La liaison n'a pu être testée avec ce matériau en raison de difficultés à fabriquer des éprouvettes PA6-Inox. En conséquence toutes les données sur cette liaison PA6-Inox seront pour beaucoup issues de la littérature pour une utilisation lors des simulations numériques.

IV.4.1 Objectifs

Pour déterminer les caractéristiques mécaniques du comportement de la liaison embase-liner, un nombre significatif d'essai Arcan-Mines ont été réalisés, la vitesse de sollicitation restant dans le domaine quasi-statique.

IV.4.2 Eprouvettes, dispositif Arcan-Mines et moyens d'essais

Les éprouvettes ont été réalisées par surmoulage du polyuréthane (PU) sur le matériau acier de l'embase. Le film de ce surmoulage d'épaisseur 1,20 mm (environ) a été réalisé entre les deux embases en acier (Figure IV.10) créant ainsi la liaison embase/liner. Nous allons donc étudier le comportement mécanique d'un assemblage représentatif de la liaison embase/liner dans le réservoir. Notons que ces embases ne présentent pas de becs, des lèvres d'adaptation au niveau du joint de colle permettant de limiter de manière significative les singularités dues aux effets de bords [Cognard et al., 2004], [Cognard et al., 2005].

Dans le cas des embases qui nous ont été fournies les collages réalisés présentent un défaut qui doit être considéré lors des essais. Les plans des embases présentent un angle de flexion entre eux, défaut qui sera pris en compte dans le dépouillement des essais. L'angle entre les plans des deux embases, lorsque le montage est soumis à un torseur de force, introduit une composante de flexion dans l'état de contrainte normal. Nous avons pris en compte cette composante de flexion.



Figure IV.10 - Embases assemblées

Cette éprouvette est ensuite montée dans un montage Arcan-Mines, un dispositif particulier utilisé pour caractériser des interfaces des matériaux. Ce dispositif est une modification du dispositif d'origine sur les travaux de Arcan [Arcan et al., 1978], [Voloshin et Arcan, 1980], [Voloshin et Arcan, 1984] et [Arcan et al., 1987] où l'éprouvette en forme de papillon était homogène et massive. Il permet d'appliquer des sollicitations uniaxiales et multiaxiales sur l'éprouvette, pour une détermination intrinsèque de son comportement mécanique.

Ce montage expérimental est constitué de deux demi-disques en acier reliés l'un l'autre par l'éprouvette elle-même (Figure IV.11). Avec des trous sur sa circonférence, le dispositif peut tourner d'un angle de $7,5^\circ$ par le passage entre deux trous voisins. L'angle peut donc varier de 0 à 150° . Cette disposition des trous permet d'appliquer les sollicitations en fonction de la direction souhaitée. Les interfaces testées sont sollicitées suivant différentes orientations de la force F appliquée au montage. Lorsque cette force passe exactement par le centre de gravité du joint de colle elle peut se décomposer

IV. Caractérisation de l'embase et du liner

suivant deux composantes : une composante normale et une composante tangentielle au joint de colle. L'état de contraintes développé est donc une superposition d'un état de contraintes d'effort normal (traction ou compression) et d'un état de contraintes d'effort tranchant (cisaillement pur). Dans cette étude, nous appliquerons une force F pour des orientations 0° , 30° , 45° , 60° et 90° à la liaison embase-liner. Notons que la direction 0° correspond à un état quasi triaxial de traction, la direction 90° à un état de cisaillement pur et la direction 30° , 45° et 60° correspond à un état hors axes.

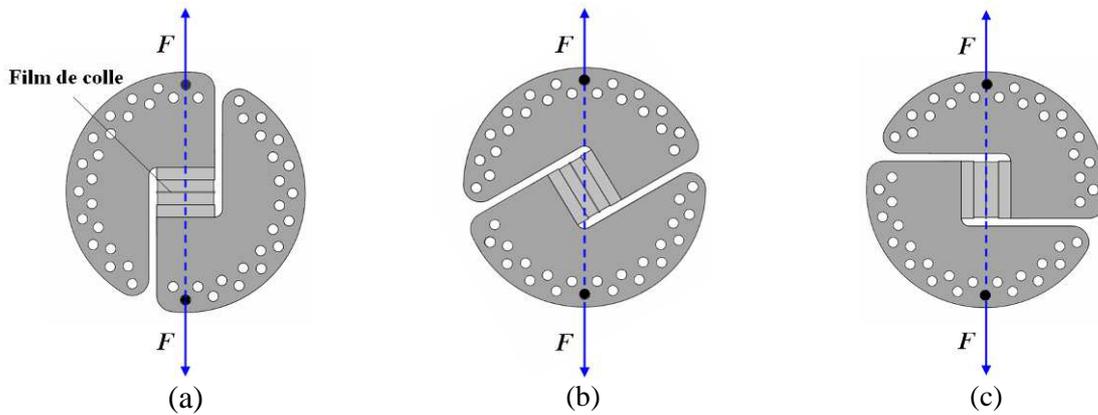


Figure IV.11 - Montage Arcan-Mines et son mode de sollicitations du joint assemblé :
(a) traction (b) mixte ou hors axes (c) cisaillement

La machine utilisée pour réaliser les essais est une machine INSTRON[®] de capacité 10000 daN (Figure IV.12). Le pilotage d'un essai se fait en contrôle de charge avec la vitesse de 7 daN/s afin d'être dans le domaine quasi-statique du matériau étudié. La mesure de la déformation s'effectue au moyen d'un extensomètre double permettant de mesurer la composante normale et le glissement du déplacement des lèvres du joint de colle. On utilise généralement deux extensomètres, un de chaque côté du joint assemblé pour apprécier toute flexion parasite.

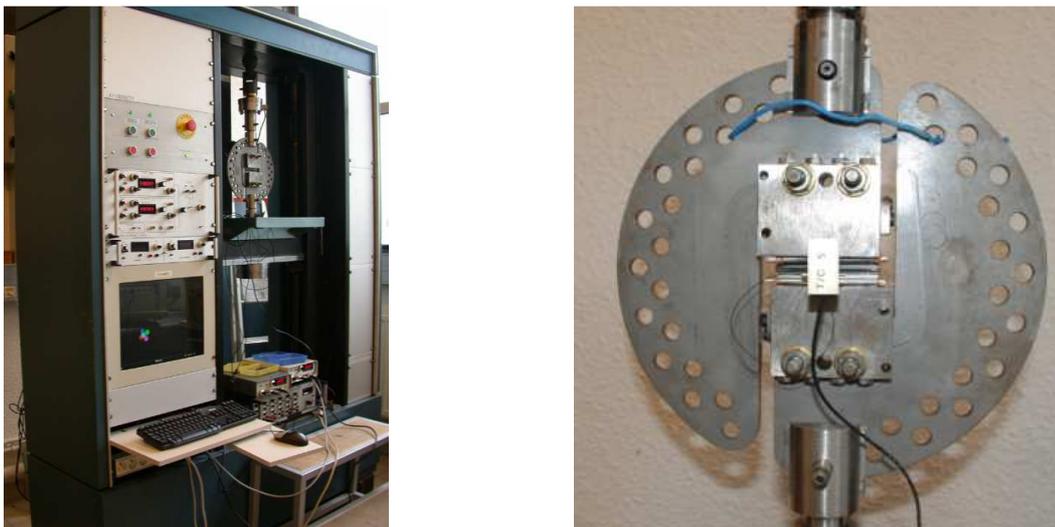


Figure IV.12 - Dispositif Arcan-Mines fixé à la machine INSTRON[®]

IV.4.3 Résultats expérimentaux

L'effet de l'éprouvette inclinée apparaît clairement dans la courbe d'essai présentée dans la Figure IV.13 (sollicitations de traction). Les déplacements enregistrés par les deux capteurs extensomètres partent en sens inverse, l'un en traction et l'autre en compression. Nous avons pris en compte ce phénomène en introduisant une composante de flexion dans l'état de contrainte normal. Notons que cette composante disparaît naturellement lors d'un essai en mode de cisaillement pur (direction 90°).

La Figure IV.14 présente les courbes moyennées entre deux capteurs, obtenues pour des essais en mode de traction (a), de cisaillement (b) et mixte traction-cisaillement (c). Notons que deux courbes apparaissent pour les sollicitations en mode mixte représentant les parties traction et cisaillement. Les faciès de rupture après essais montrent bien la décohésion entre l'acier et le matériau de surmoulage injecté (Figure IV.15).

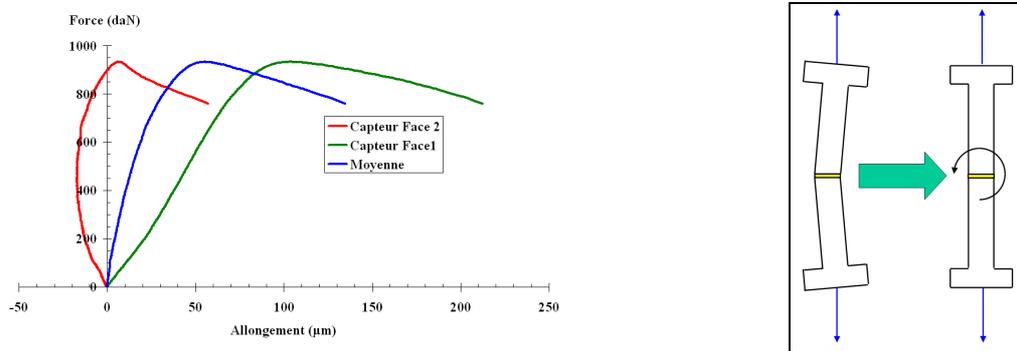


Figure IV.13 - Courbe expérimentale de l'essai Arcan-Mines pour la liaison embase-liner PU en présentant la flexion de l'éprouvette

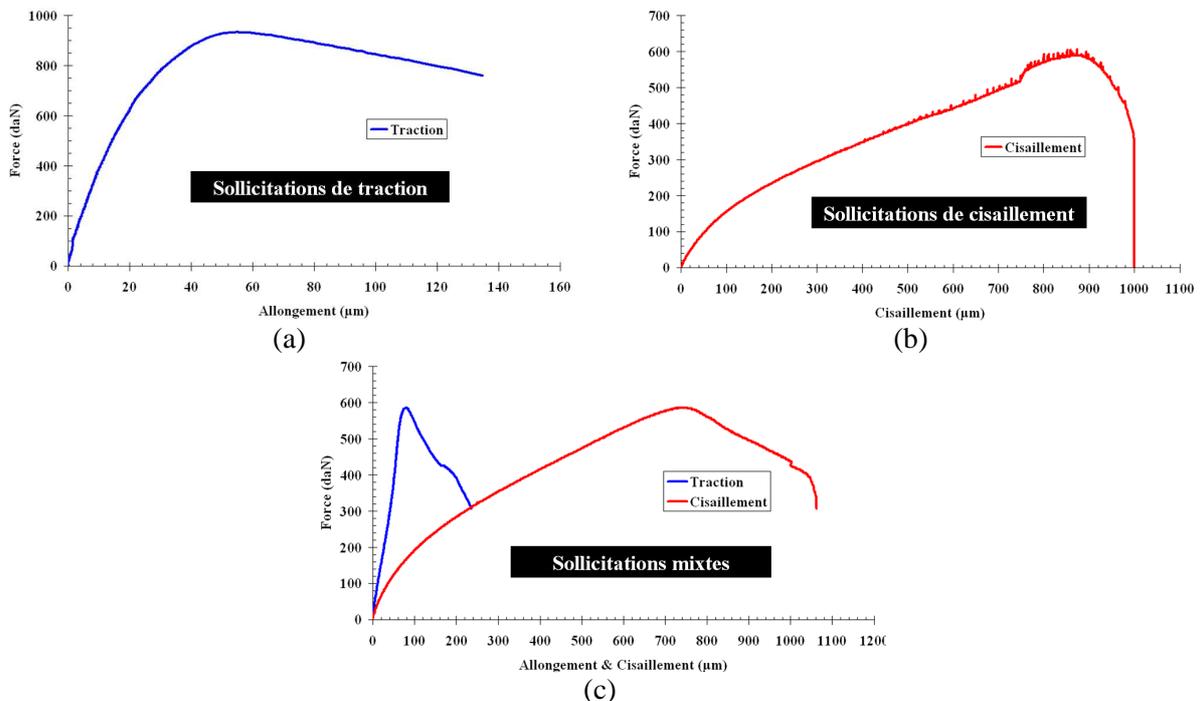


Figure IV.14 - Courbes expérimentales moyennées de l'essai Arcan-Mines pour différentes sollicitations : (a) traction, (b) cisaillement et (c) mixte traction-cisaillement ou hors axes



Figure IV.15 - Photographie des décohésions après essais

Pour chaque essai, nous nous intéressons à deux forces, la limite d'élasticité et la rupture de l'assemblage. Les résultats obtenus sont résumés sur le tableau (IV.3). Les contraintes associées sont calculées par la formule (IV.12-IV.15) pour F force à la limite d'élasticité et à la décohésion. Les mesures l , b et h sont toutes représentées sur la Figure IV.15.

Angle (θ)	Eprouvette	$F_{\text{élastique}}$ (N)	$F_{\text{décohésion}}$ (N)	l (mm)
0°	N°1	-	7000	2,45
0°	N°3	442	9339	1,56
0°	N°5	400	5226	2,88
30°	N°7	282	4806	3,261
45°	N°4	325	5808	2,69
60°	N°8	250	2954	3,734
90°	N°2	292	5873	-
90°	N°6	233	5827	-
S 560 mm ² , b 70 mm, h 8 mm				

Tableau IV.3 - Bilan des résultats nécessaires à l'établissement d'un critère

$$\sigma_n = \frac{F \cos \theta}{S} \text{ (IV.12)}, \sigma_t = \frac{F \sin \theta}{S} \text{ (IV.13)}, \sigma_{\text{flexion}} = \frac{6lF \cos \theta}{bh^2} \text{ (IV.14)} \text{ et } \sigma_{n,\text{totale}} = \sigma_n + \sigma_{\text{flexion}} \text{ (IV.15)}$$

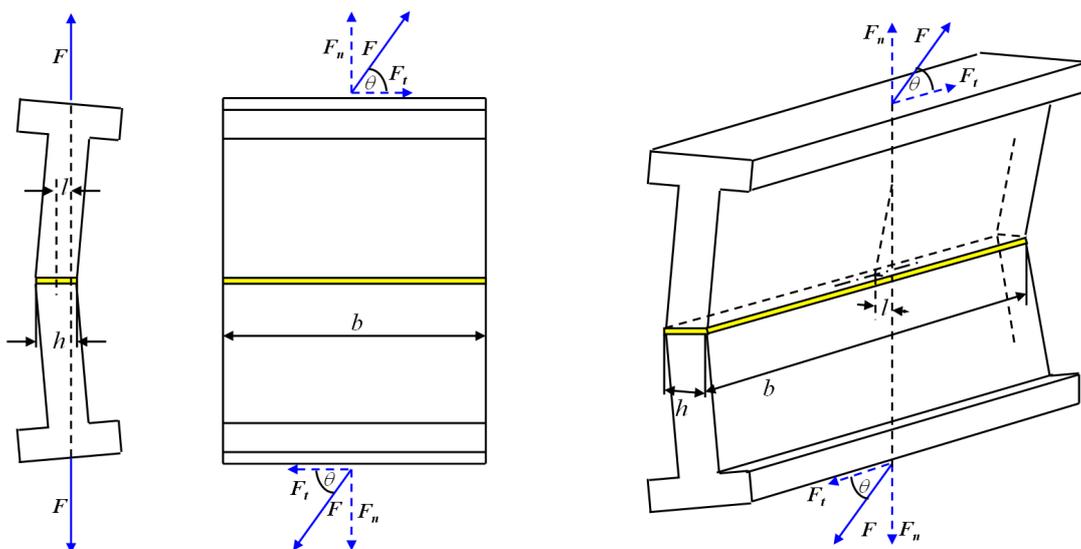


Figure IV.16 - Schéma de l'éprouvette inclinée en présentant les forces et les distances associées

On établit ensuite un critère de plasticité et de rupture par décohésion. Les invariants J et I_1 doivent être calculées en utilisant les formules (IV.3) et (IV.16). Les deux correspondent à la contrainte équivalent de Von Mises (J) et à la contrainte hydrostatique ou la contrainte moyenne ($\frac{I_1}{3}$).

$$I_1 = \sigma_{11} + \sigma_{22} + \sigma_{33} \quad (\text{IV.16})$$

Avec $\sigma_{11} = \sigma_{n, \text{totale}}$, $\sigma_{22} = \sigma_{33} = \frac{\nu}{1+\nu} \sigma_{11}$, $\sigma_{13} = \sigma_t$ et $\sigma_{12} = \sigma_{23} = 0$. La Figure IV.17 représente

J en fonction de I_1 au moment du seuil de plasticité ou au début de la rupture par décohésion. Nous avons finalement choisi le critère de Drucker-Prager généralisé [Joannès, 2007] (IV.17) comme étant le mieux adapté pour prédire la limite d'élasticité et le début de décohésion. Ce critère est une généralisation du critère d'origine de Drucker-Prager que l'on retrouve par linéarisation de notre expression avec $a = 1$ [Drucker et Prager, 1952]

$$J^a - \beta R_0^a + (\beta - 1) R_0^{a-1} I_1 = 0 \quad \text{avec } \beta \geq 0, a \geq 1 \quad (\text{IV.17})$$

L'analyse des essais nécessite la connaissance du coefficient de Poisson ν , mais on peut noter que son influence sur les résultats est faible. Nous avons effectué une mesure directe du coefficient de Poisson sur éprouvette haltère, en mesurant la déformation transversale et la déformation longitudinale. On peut noter que la valeur trouvée reste la même dans les domaines élastique et plastique, soit $\nu = 0,4743$. Enfin, le critère de décohésion identifié pour le liner PU est exprimé selon l'expression :

$$J^2 + 3,414I_1 - 327,61 = 0 \quad (\text{IV.18})$$

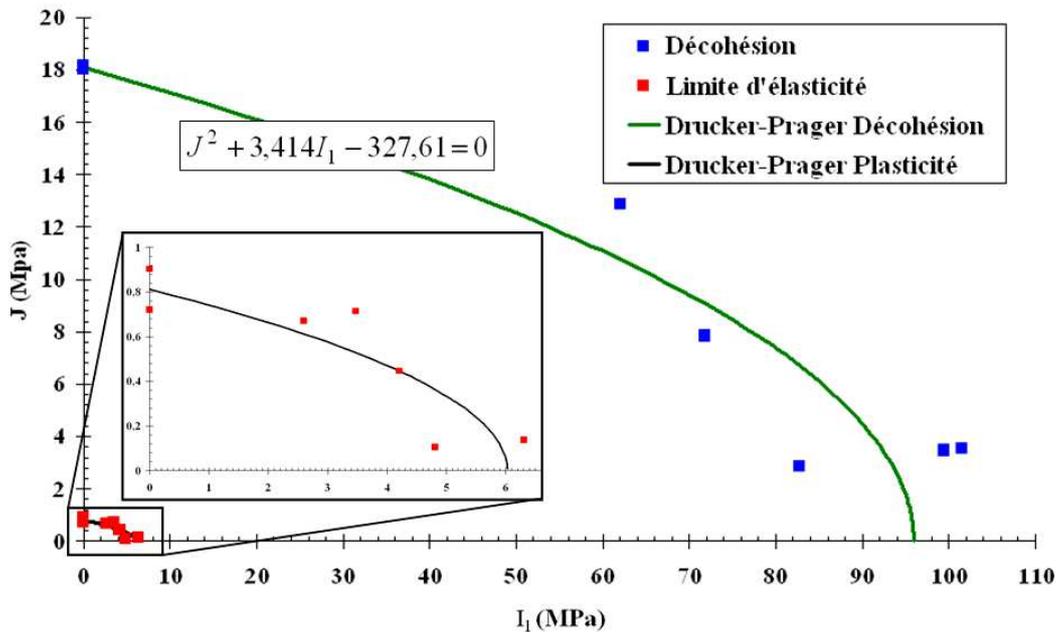


Figure IV.17 - Résultats d'essais correspondant à la décohésion de la liaison embase-liner PU

En raison des difficultés à fabriquer les mêmes types d'éprouvettes avec un liner PA6, l'essai Arcan-Mines n'a pu être réalisé pour caractériser la liaison embase-liner PA6. Néanmoins afin de pouvoir de simuler numériquement le réservoir dans son ensemble, nous avons adopté les résultats de caractérisation du PA6 dans un contexte de soudage laser où un critère identique à celui de Drucker-

IV. Caractérisation de l'embase et du liner

Prager a été étudié puis adopté [Oumarou Mairagouna, 2012] (IV.19). Nous avons fait le choix d'utiliser ce critère pour prédire la durabilité de la liaison embase-liner en PA6 dans le contexte de notre étude.

$$J^{2,59} + 691,12I_1 - 40555,68 = 0 \quad (\text{IV.19})$$

Chapitre V

Caractérisation du réservoir de l'étude

Ce chapitre présente le dispositif expérimental utilisé au cours de l'essai de pressurisation des réservoirs 2L étudiés ainsi que les résultats expérimentaux qui serviront à la validation des simulations numériques.

Sommaire

V.1 Introduction

V.2 Essais sur réservoirs 2L

V.2.1 Objectifs

V.2.2 Réservoirs 2L et moyens d'essais

V.2.3 Moyens de mesures de l'état de déformation

V.2.3.1 LVDT et jauges de déformation

V.2.3.2 Analyse d'images

V.2.4 Méthode d'observation de l'endommagement : émission acoustique

V.2.5 Résultats expérimentaux

V.2.5.1 Analyse de l'état de déformation

V.2.5.2 Analyse des signaux acoustiques

V.3 Analyse de la fraction volumique du réservoir

V.3.1 Objectifs

V.3.2 Analyse d'images

V.3.3 Analyse par pyrolyse

V.3.4 Comparaison des résultats

V.1 Introduction

Ce chapitre présente l'étude expérimentale effectuée sur les réservoirs 2L, étudiés dans le cadre de cette thèse. Deux campagnes d'essais de pressurisation distinctes ont été réalisées permettant de mettre en évidence l'état de déformation lors de la mise en pression des réservoirs. On y note la présence de phénomènes non linéaires en tout début d'essais d'éclatement sur les essais effectués au CEA (Figure V.1). Nous avons menés de notre côté des essais complémentaires afin d'apprécier ce phénomène. Nous avons essayé de le comprendre et de l'interpréter en analysant les champs de déformations locaux et globaux en plusieurs endroits du réservoir et aussi par l'utilisation de signaux acoustiques. Nous avons ensuite identifié la fraction volumique de fibres du réservoir afin de la comparer avec celle des plaques composites testées auparavant. Tout comme pour l'analyse des éprouvettes de laboratoire, nous avons utilisé deux techniques : l'analyse d'images et la pyrolyse. Ces données expérimentales sur réservoirs ont servies à valider les simulations numériques sur réservoirs.

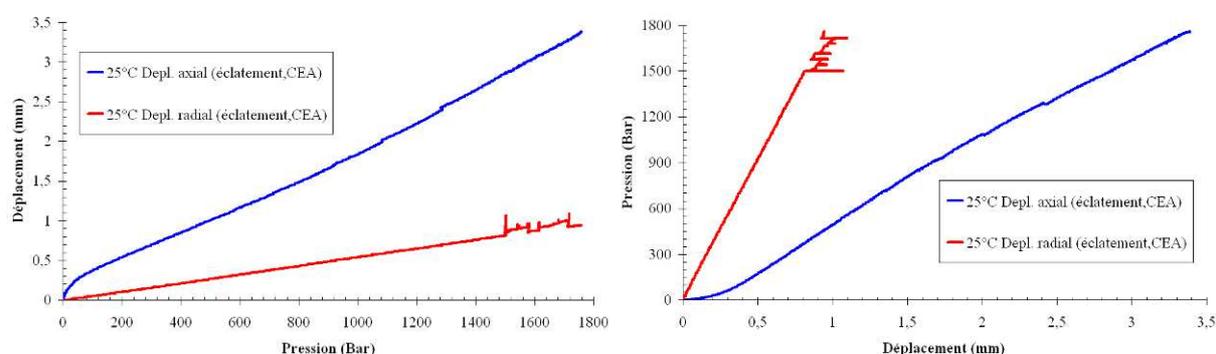


Figure V.1 - Résultats d'un essai d'éclatement sur réservoir (essai CEA)

V.2 Essais sur réservoir 2L

V.2.1 Objectifs

Pour comprendre et interpréter la non-linéarité de mise en pression des réservoirs ainsi que l'effet de la température sur le comportement non linéaire, deux campagnes d'essais de mise en pression ont été réalisées. La première a été effectuée pour des charges-décharges à température ambiante. La deuxième en fluage à 750 bar (légèrement au delà de la pression de service) pour une température de 85°C et ce pendant 24h. Notons que cet essai de fluage correspond au test d'épreuve pour certifier la tenue mécanique du réservoir en température.

V.2.2 Réservoirs 2L et moyens d'essais

Les réservoirs bobinés ont été fabriqués par le CEA par un procédé d'enroulement filamentaire (Figure V.2). La géométrie générale ainsi que l'architecture du composite a fait l'objet d'une présentation plus détaillée dans le chapitre 2. Dans le cadre de cette étude, nous avons obtenu deux familles de réservoirs. La première avec des réservoirs en composite fibre de carbone/époxy et un liner PA6 appelé « LSTP-11-77 » (Figure V.2) sur laquelle nous avons largement travaillé. La seconde avec un composite en carbone/PA6 et un liner en polyuréthane (PU). Cette dernière famille a seulement vu un réservoir sollicité en fluage.

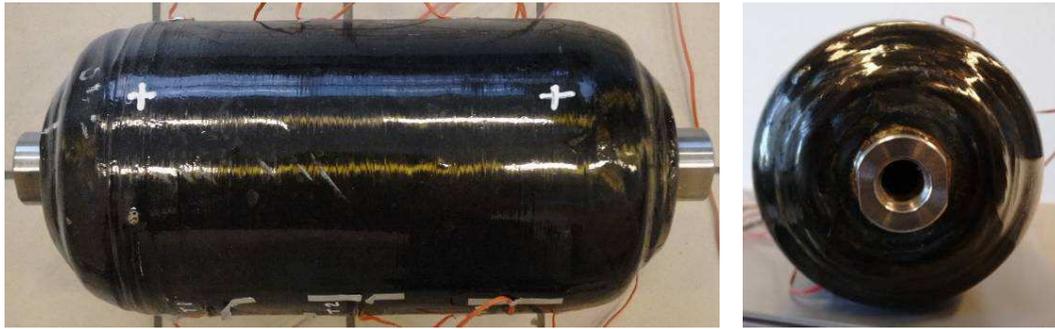


Figure V.2 - Réservoir 2L bobiné

Un système de pressurisation hydraulique a été utilisé ayant pour base un système Top industrie® muni d'une pompe hydraulique (Figure V.3). Cet ensemble est capable de monter en pression jusqu'à 1000 bar. Comme la pression appliquée au réservoir est dans le domaine des hyperbar, nous ne pouvions atteindre l'éclatement. Ceci explique en partie que les essais d'éclatement sur réservoirs ont principalement été réalisés au CEA. Nous nous sommes en contrepartie attaché à la phase de mise en charge, aux non-linéarités matériaux, ainsi qu'à l'état des déformations au dessous de la pression service (<700bar) et à la bonne modélisation comportementale du réservoir.



Figure V.3 - Système de pressurisation hydraulique

Concernant la première campagne d'essais à température ambiante, le réservoir (LSTP-10-77) a été équipé de différents moyens de mesures : (i) LVDT, (ii) jauges de déformation et (ii) la corrélation d'images. Par ailleurs des capteurs d'enregistrement acoustique ont également été positionnés au cours des essais afin de suivre les signaux acoustiques émis. La vitesse de montée en pression était égale à 6 bar/min. Pour la seconde campagne d'essais liée au fluage à la température de 85°C, chaque réservoir était préchauffé à 85°C en étuve pendant 6 heures permettant à l'ensemble du réservoir d'être à une température homogène. Ensuite, il était mis en pression jusqu'à 750 bar avec une rampe de vitesse de 60 bar/min pour être maintenu pendant 24h. Les systèmes de mesures étaient identiques à ceux de la première campagne.

V.2.3 Moyens de mesure de l'état de déformation

V.2.3.1 LVDT et jauges de déformation

Cette technique est un moyen classique de mesure des déformations. La Figure V.4 présente les dispositifs d'essais mis en place au centre des matériaux. Le capteur LVDT qui se situe en extrémité de bouteille servait à mesurer le déplacement global dans le sens axial du réservoir (Figure V.4(a)). Le réservoir était positionné verticalement avec un point fixe au niveau du bouchon bas. Le capteur LVDT

V. Caractérisation du réservoir de l'étude

a été positionné sur le bouchon haut permettant de mesurer la déformée de la bouteille dans le sens axial lors de la mise en pression.

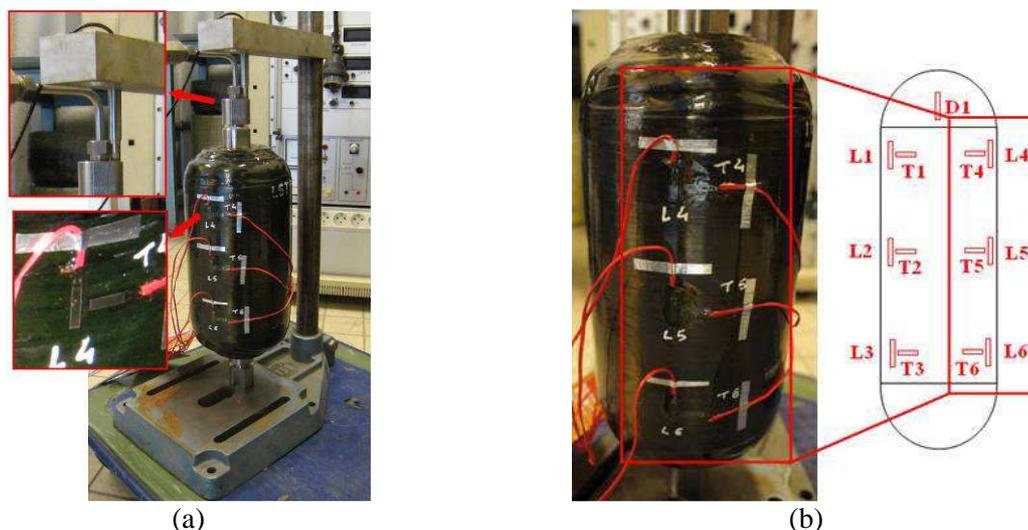
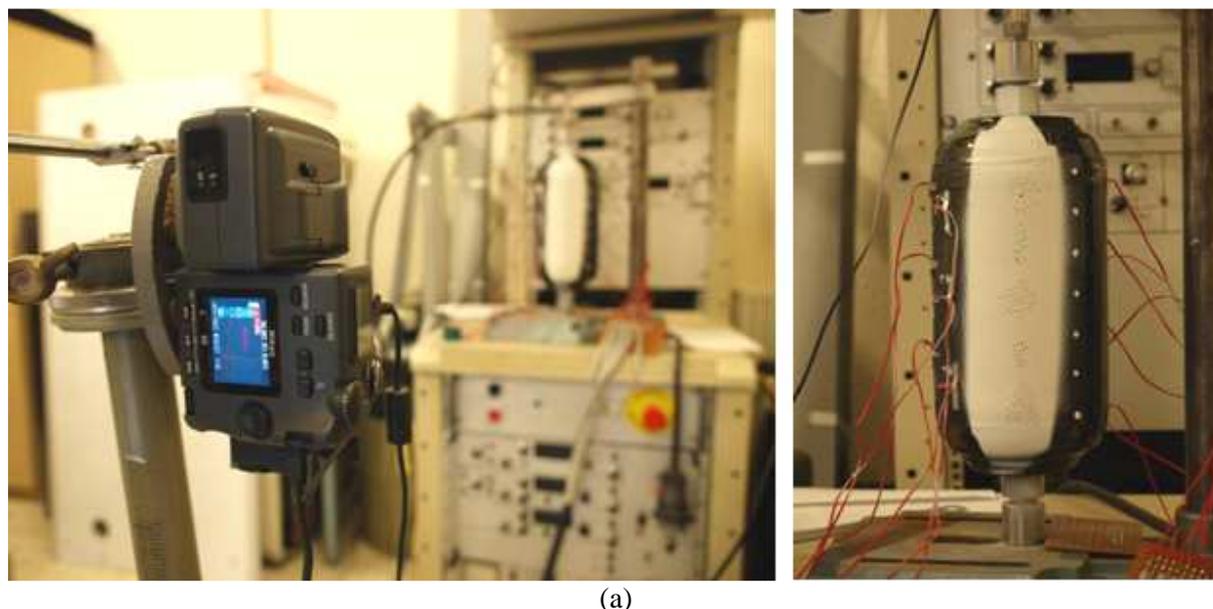


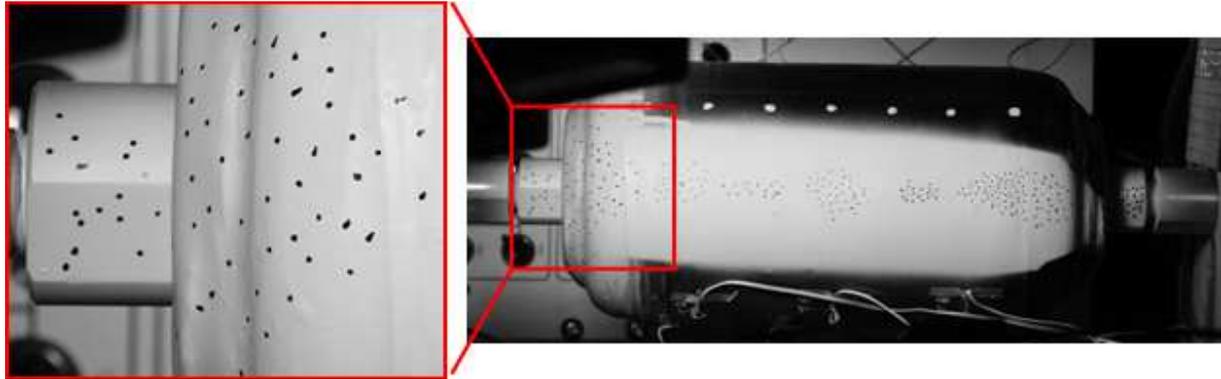
Figure V.4 - Dispositif d'essai pour réservoir

Ensuite, nous avons choisi d'utiliser les jauges de déformations pour mesurer des déformations locales (radiales et axiales) au niveau de la virole. Plusieurs séries de jauges ont ainsi été collées comme indiqué sur la Figure V.4 (b). Par contre dans la mesure où les jauges de déformations ne tiennent pas à chaud (85°) pendant le fluage, les résultats sont parfois peu fiables.

V.2.3.2 Analyse d'images

Cette technique présente l'avantage de mesurer les déformations ou les déplacements de manière à la fois locale et globale. Les nuages de points doivent être faits avant l'essai. Pendant la mise en pression, nous avons enregistré des photos tous les $1/3$ et $1/16$ d'image/sec (soit une image toutes les 3 et 16 secondes). Puis, la mesure des points a été traitée par le logiciel maison « Arian », développé au Centre des Matériaux par l'équipe CAM. Les positions respectives de la camera et du réservoir sont présentés sur la Figure V.5 (a) tandis que la Figure V.5 (b) présente une image réalisée à des fins d'analyse.





(b)

Figure V.5 - Dispositif pour des mesures par corrélation d'images

V.2.4 Méthode d'observation de l'endommagement par émission acoustique

Cette technique a pour objet de détecter les mécanismes d'endommagement ainsi que d'autres phénomènes tels que les frottements susceptibles d'intervenir lors de la mise en pression du réservoir. Le principe et les détails techniques de cette méthode ont déjà été expliqués dans le chapitre 3. Comme auparavant, deux capteurs piézoélectriques résonnants (PAC micro80) ont été utilisés et sont fixés sur la zone de la virole du réservoir (Figure V.6). Le maintien des capteurs est assuré par deux bandes élastiques de caoutchouc, ceci afin de garantir un couplage uniforme et constant de la pression appliquée ainsi qu'une épaisseur constante du film de gel.

**Figure V.6** - Positionnement des capteurs acoustiques

V.2.5 Résultats expérimentaux

V.2.5.1 Analyse de l'état de déformation

Les Figures V.7 et V.8 présentent les résultats des mesures de déformations dans les sens radial et axial. Notons que la déformation globale enregistrée par le capteur LVDT correspond bien à celle

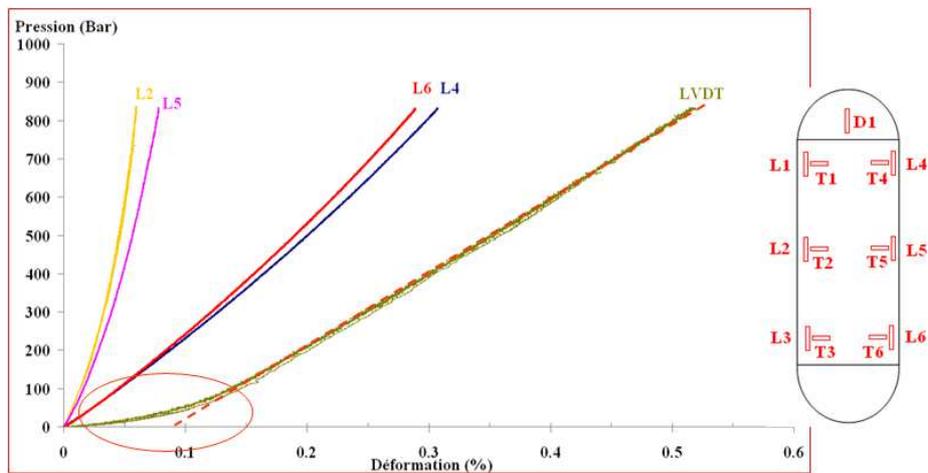
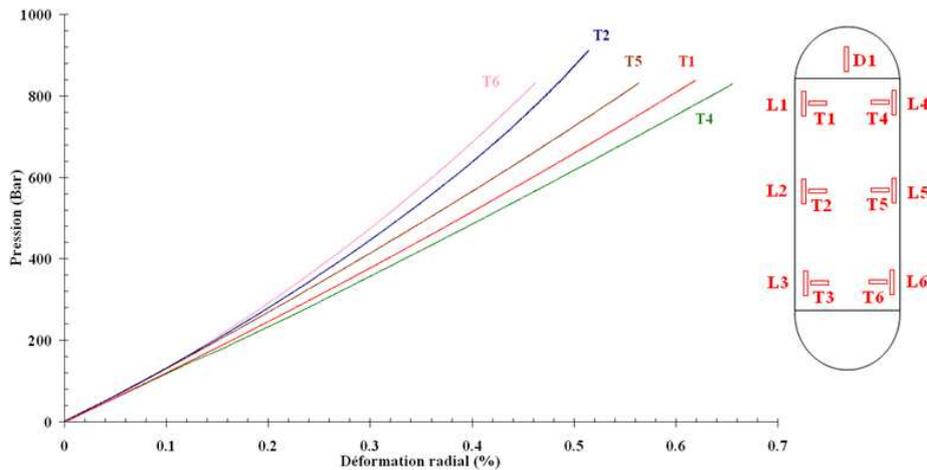
V. Caractérisation du réservoir de l'étude

enregistrée par le CEA (Figure V.1), au cours de ses propres essais. Cette déformation exhibe un comportement non linéaire lors du début de mise en pression qui sera traité par la suite.

Concernant les déformations locales données par les jauges de déformation, on remarque que les non linéarités de déformations dépendent fortement des zones enregistrées. En raison du procédé d'enroulement filamentaire utilisé pour la fabrication des réservoirs, chaque mèche déposée sur la surface à partir du liner n'est pas toujours parfaitement alignée, expliquant ainsi des zones localement hétérogènes. C'est pour cette raison qu'une corrélation d'images a été pratiquée. Nous nous sommes intéressés à deux zones : la zone de la virole et celle du dôme.

Regardons en premier lieu la zone de la virole, en particulier la déformation axiale. La Figure V.9 présente cette déformation selon trois zones : A, B et C. Ces résultats mettent en évidence le comportement linéaire de la déformation axiale dans les trois parties de la virole. De plus, leur comportement est identique. Ce résultat souligne clairement la fiabilité et la précision des mesures locales par jauge de déformation.

Comme nous l'avons déjà souligné, la mesure du déplacement axial par LVDT présente une non-linéarité. Pour comprendre sa provenance, il est utile de regarder la Figure V.10 qui décompose cette déformation axiale selon différentes zones considérées. Nous notons que c'est la zone A, faisant partie du dôme qui provoque cette non linéarité du comportement. La comparaison avec la mesure par LVDT témoigne d'une nette cohérence (Figure V.11).



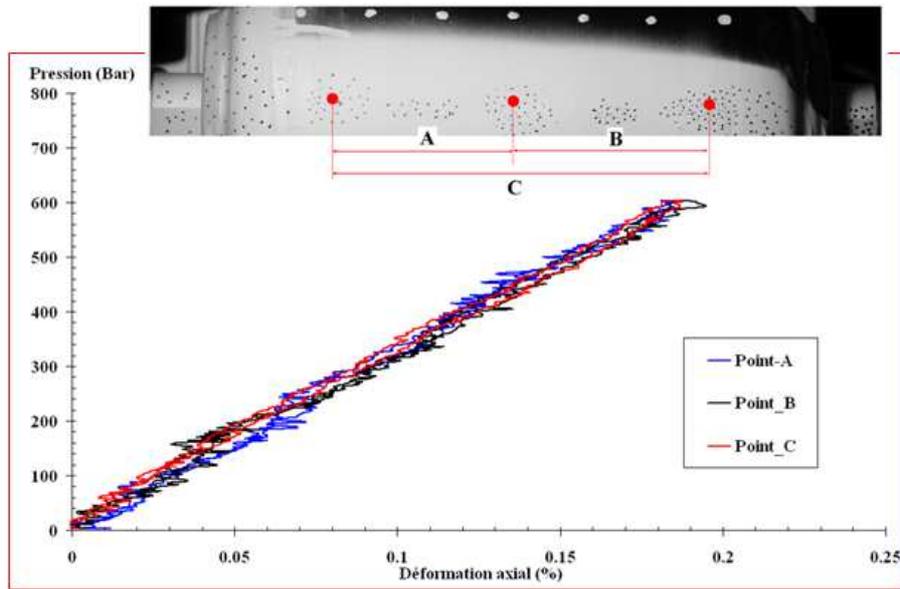


Figure V.9 - Déformation axiale dans la virole mesurée par analyse d'images

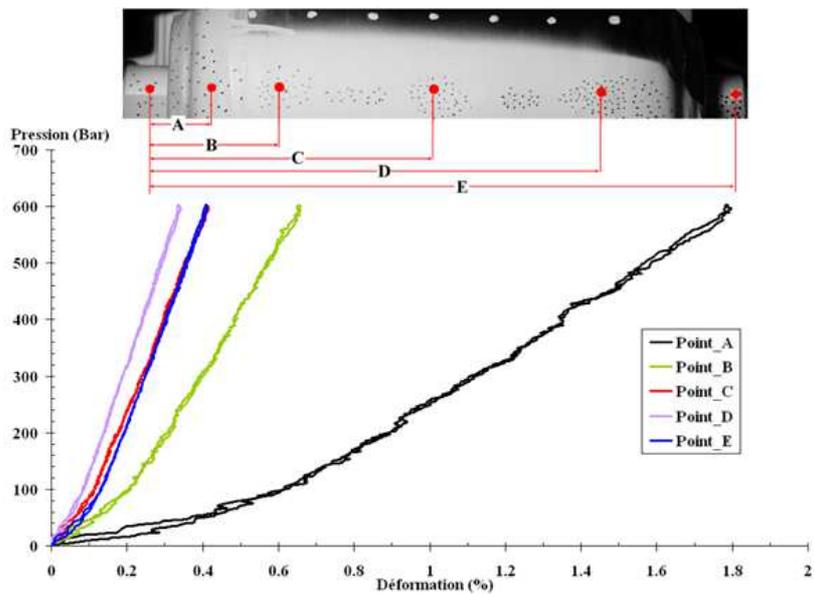


Figure V.10 - Déformation axiale sur plusieurs zones du réservoir (mesures par analyse d'images)

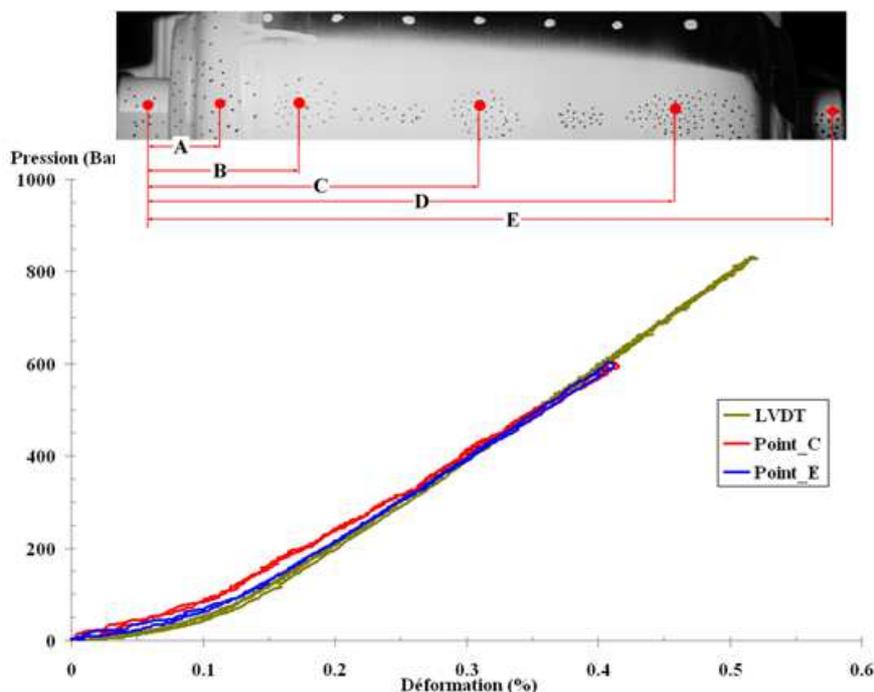


Figure V.11 - Déformations axiales sur différentes zones

Afin d'éclaircir la présence de cette non linéarité et sa localisation, nous nous sommes focalisé sur certaines zones. Finalement, la Figure V.12 met en évidence que c'est la zone A, entre le composite et l'embase, qui serait la source de cette non linéarité. Si on considère le mouvement de cette zone lors de la mise en pression, la Figure V.13 montre qu'elle se déforme uniquement en flexion. Il n'y a pas de rotation au cours du chargement. Nous remarquons qu'à moins de 200 bar, il n'y a aucune plasticité de l'embase. Nous supposons donc que la non linéarité de cette déformation axiale est induite par des frottements entre le composite et l'embase. Cela conforte les informations données par le CEA : lors de la fabrication, cette zone est souvent sujette à des jeux entre le composite et l'embase. Cette explication sera clairement confirmée par les enregistrements d'émissions acoustiques présentés par la suite.

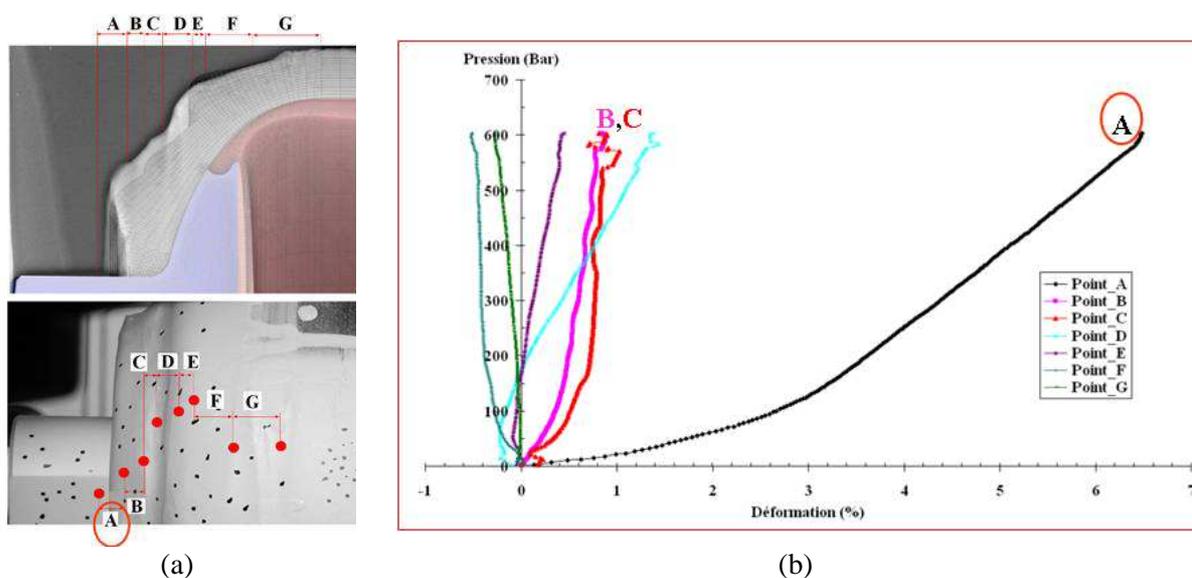


Figure V.12 - Déformations axiales sur plusieurs zones du dôme

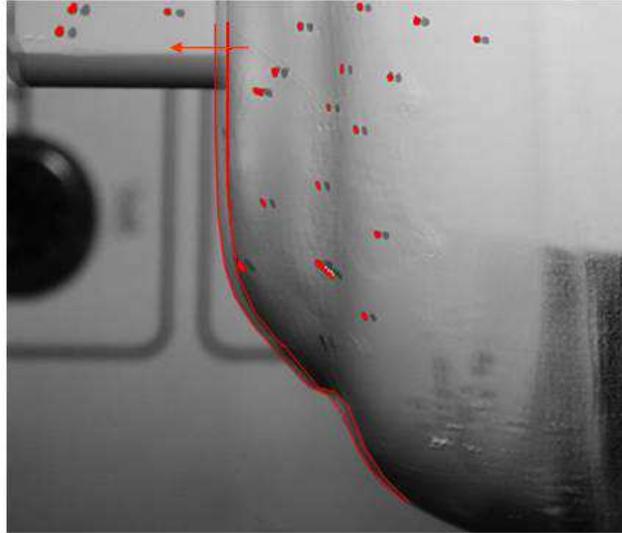


Figure V.13 - Mouvement de flexion dans le dôme lors de la mise en pression avant (points noirs), après (points rouges)

Présentons maintenant les résultats des essais de fluage à 85°C. La Figure V.14 montre que la température n'a pas d'effet sur le comportement dans le sens axial. Nous remarquons la même non-linéarité du comportement en début du chargement. Ce résultat permet de supposer que cette non-linéarité n'est pas due à un effet de la viscosité provenant du composite ou du liner.

La Figure V.15 montre l'augmentation de déformation axiale pendant du fluage. Le réservoir de série LSTP-10-77 de matrice en résine époxy, passe l'épreuve des 24h tandis que la série LSTP-10-26 de matrice PA6 fuit après 700 secondes de fluage. La plupart des fuites en eau ont lieu à l'interface entre l'embase et le composite (zone A) et nous avons même observé de légères fuites entre les couches du composite dans le partie du dôme (zone B) (Figure V.16). Ces fuites sont bien cohérentes avec notre hypothèse sur la présence de jeux ou de zones décollées entre l'embase et le composite.

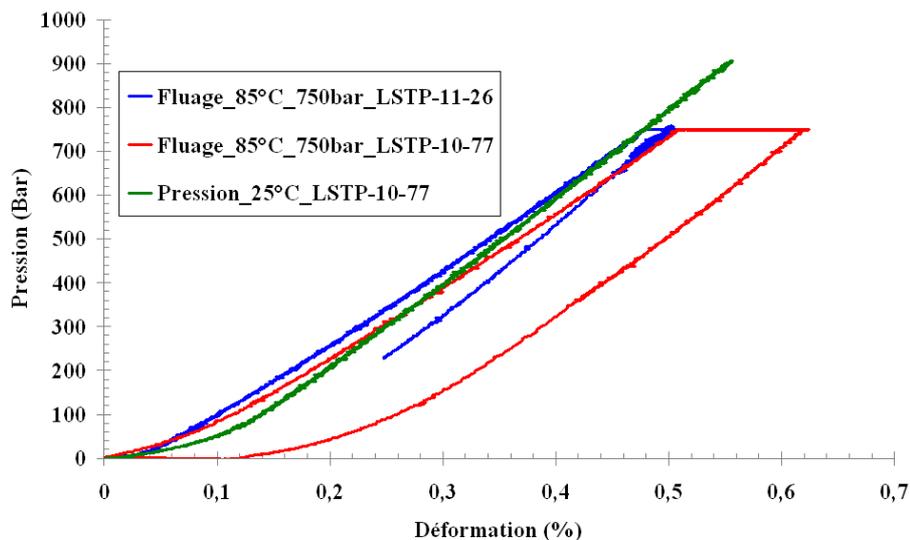


Figure V.14 - Comparaison des déformations axiales pendant la mise en pression (Températures : ambiante, 25°C et 85°C)

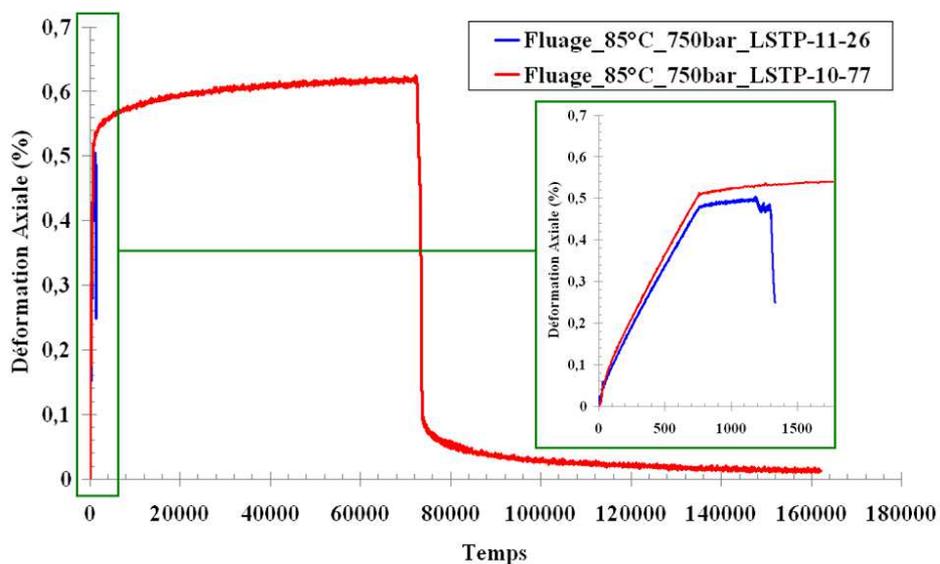


Figure V.15 - Déformation en fonction du temps pendant le fluage par maintien en pression

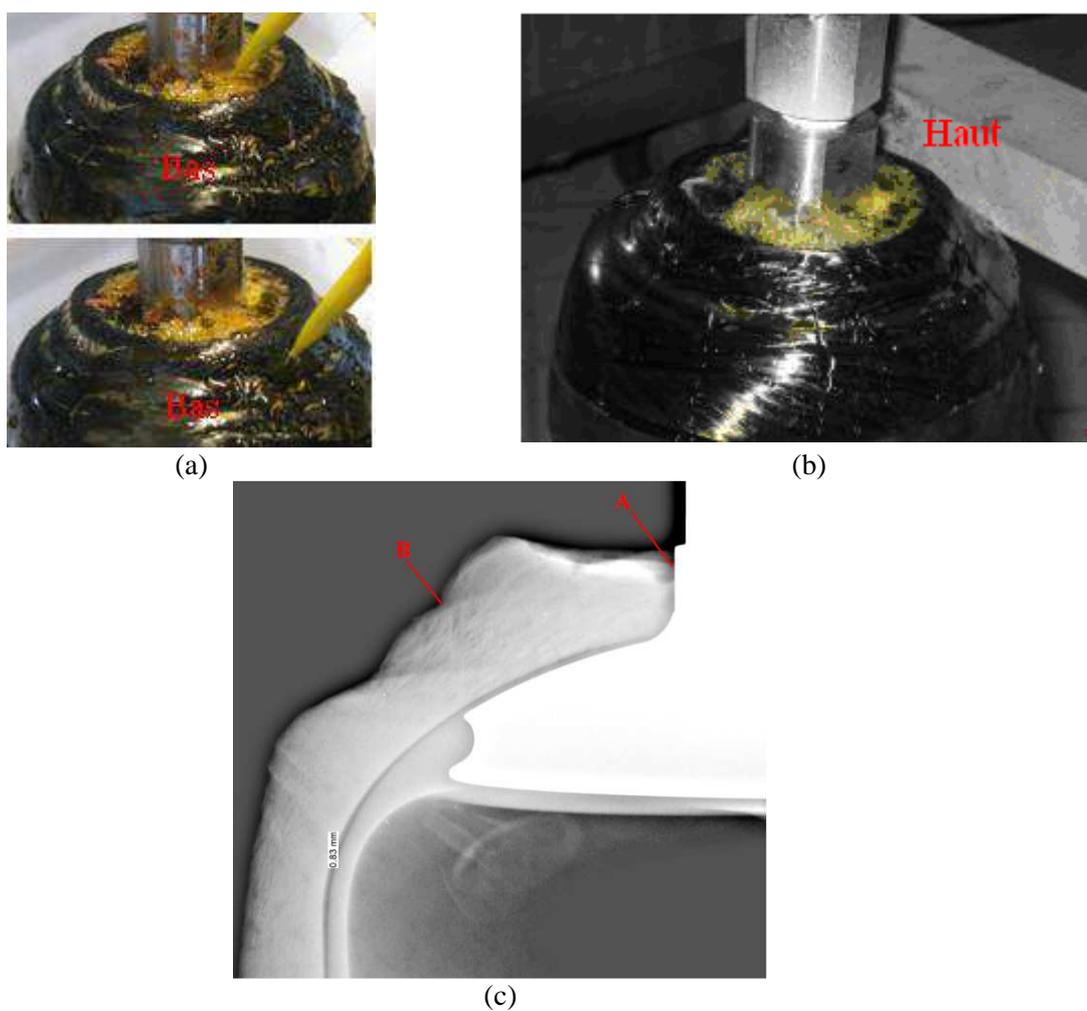


Figure V.16 - Fuite pendant le fluage : (a) dans le bouchon en bas, (b) dans le bouchon en haut et (c) schéma des zones de fuites

V.2.5.2 Analyse des signaux acoustiques

Comme souligné dans le chapitre 3, des enregistrements des émissions acoustiques ont été réalisés selon les travaux de Pongsak Nimdum [Nimdum et Renard, 2009], [Nimdum et Renard, 2012a] et [Nimdum et Renard, 2012b].

La Figure V.17 présente le suivi de l'activité acoustique pendant la mise en pression du réservoir de série LSTP-11-26. Des émissions ont été détectées dès cette mise en pression. Les signaux se suivent rapidement jusqu'à atteindre un plateau vers des pressions avoisinant les 200 bar. Ils se stabilisent jusqu'à 500 bar pour ensuite augmenter de manière linéaire avec la pression. Lors de la montée, ces signaux sont caractérisés par une durée d'émission assez longue, qui correspond d'un point de vue acoustique à des frottements et non à des endommagements générés au sein du composite. Pour étayer cette conclusion, l'amplitude et la fréquence transformée par FFT ont été analysées. On confirme bien que ces signaux restent dans la gamme des basses fréquences caractéristiques des phénomènes de frottements entre matériaux (Figure V.18). L'évolution des signaux émis par frottement en fonction de la pression, est présentée sur la Figure V.19. Cette analyse par émission acoustique permet de confirmer le phénomène de frottement qui induit le déplacement axial non linéaire en début de chargement. Nous pouvons par conséquent résumer la chronologie des mécanismes :

- Étape I, l'embase se déplace facilement pour rattraper le jeu puis frotte avec la partie composite. Cette étape donne la non linéarité de raideur axiale du réservoir et l'émission de signaux caractéristiques du frottement ;
- Étape II, lorsque la surface de l'embase et celle du composite sont parfaitement en contact, le matériau composite supporte toute la pression rendant le comportement dans le sens axial totalement linéaire.

Notons que ce phénomène de frottement sera étudié et confirmé par nos simulations numériques qui prendront en compte la présence de jeux entre l'embase et le composite.

Comme nous l'avons indiqué, cette série de réservoirs fuit après 700 secondes de mise en pression par fluage. Cette fuite est cohérente avec l'importante évolution des signaux acoustiques. Concernant leur analyse, nous remarquons que la fuite d'eau produit des signaux dont le temps de montée et la durée sont longs, classant ces signaux dans la même gamme, caractéristique des frottements.

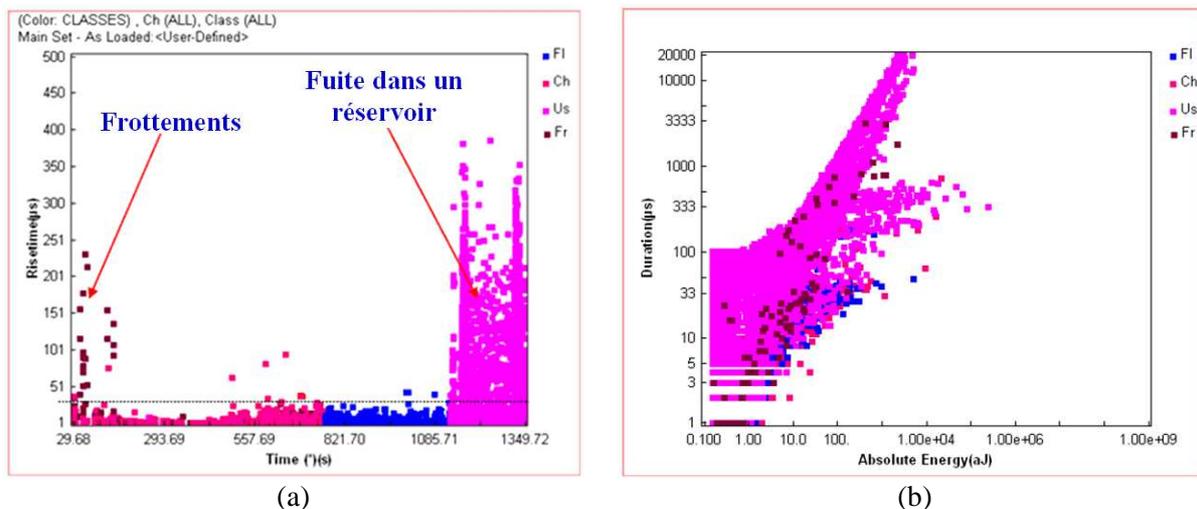


Figure V.17 - Signaux acoustiques enregistrés pendant la mise en pression

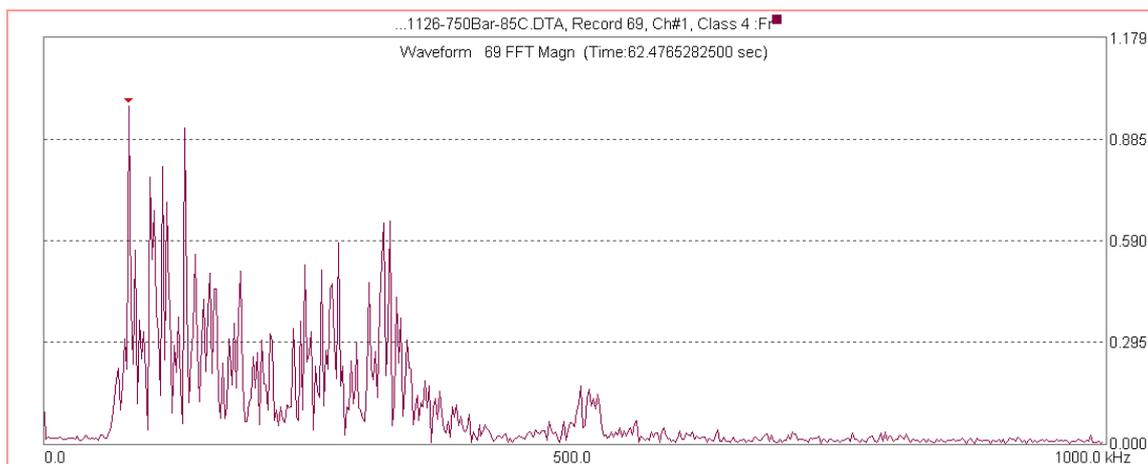


Figure V.18 - Densité spectrale fréquentielle du frottement embase/composite

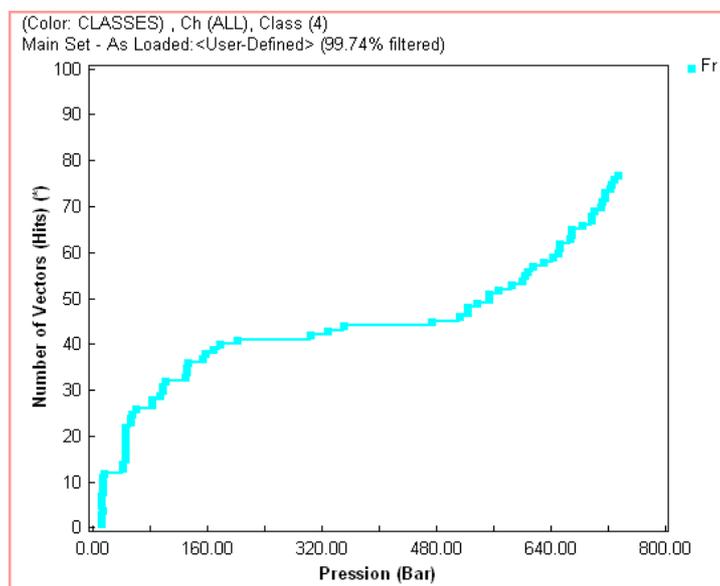


Figure V.19 - Evolution des signaux de frottement en fonction de la pression

V.3 Analyse de la fraction volumique du réservoir

V.3.1 Objectifs

Le but de cette partie consiste à identifier la fraction volumique de fibres d'une coque composite de réservoir pour que l'on puisse la comparer avec celle des plaques composites unidirectionnelles testées dans le chapitre 3. Les échantillons obtenus pour analyse ont été découpés à partir d'un réservoir selon une tranche. Ces tranches de réservoirs de la série PEVASA-124-708, nommés échantillons « H, I » sont côte à côte (Figure V.20). Deux techniques ont été employées : l'analyse d'images et la pyrolyse. La première technique permet de déterminer la fraction volumique à une échelle assez fine dite « *microscopique* » ou « *locale* ». Par une série de moyennes, on peut remonter à l'échelle « *macroscopique* ». La pyrolyse permet de déterminer la fraction volumique à une échelle macroscopique qualifiée de « *globale* » pour la zone considérée.



Figure V.20 - Echantillon obtenu et zones de découpe

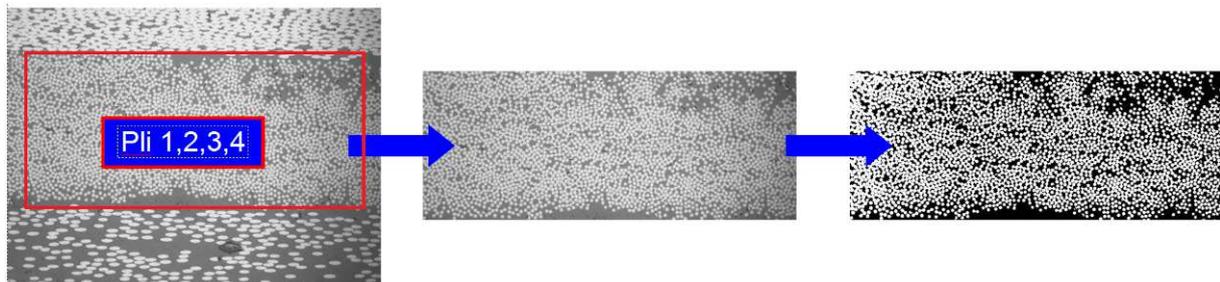
V.3.2 Analyse d'images

Pour l'analyse d'images des fractions volumiques de fibres, l'échantillon analysé est lui-même issu des échantillons découpés (échantillon I, Figure V.21). Nous choisissons d'analyser uniquement les plis circonférentiels dans la zone en milieu de tranche correspondant à la virole du réservoir. Comme déjà décrit dans le chapitre 3, nous avons analysé des images prises par microscopie optique ZEISS avec un grossissement de 20 sur 256 niveaux de gris (8 bits). Notons que dans cette analyse, la taille de l'image analysée est plus importante que celle de la plaque composite analysée auparavant sur laquelle la taille du VER avait été définie.

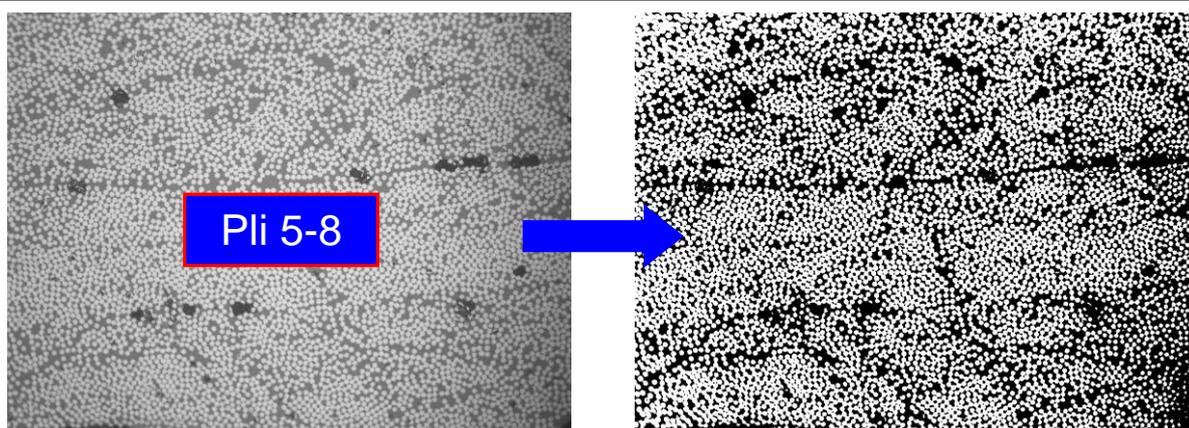


Figure V.21 - Echantillon polis : zone d'analyse du taux volumique de fibres

Notons que les couches circonférentielles 1 à 4 se distinguent nettement des couches hélicoïdales pour lesquelles nous pouvons distinguer et déterminer facilement un taux volumique de fibres (V_f) pour chaque couche en question. En revanche, les couches circonférentielles 5 à 8 étant associées, il est difficile de les distinguer. Pour ces couches, le taux de V_f se détermine par une moyenne. Ensuite les images de gris (8 bits) ont été converties en images binaires (2 bits) sur lesquelles les fibres correspondent à des pixels de 1 (blanc) et la résine aux pixels 0 (noir). Cette opération permet d'isoler les fibres de la résine (Figure V.22). La fraction volumique de fibres se calcule selon le rapport entre les pixels blancs et noirs. Les résultats obtenus pour les distributions de V_f sont présentés sur la Figure V.23 et le Tableau V.1. Notons que cette technique dépend énormément d'une certaine objectivité optique due aux niveaux de gris.



(a)



(b)

Figure V.22 - Analyse d'images sur échantillons de réservoirs : (a) dans les couches 1, 2, 3 ou 4 et (b) dans les couches 5 à 8

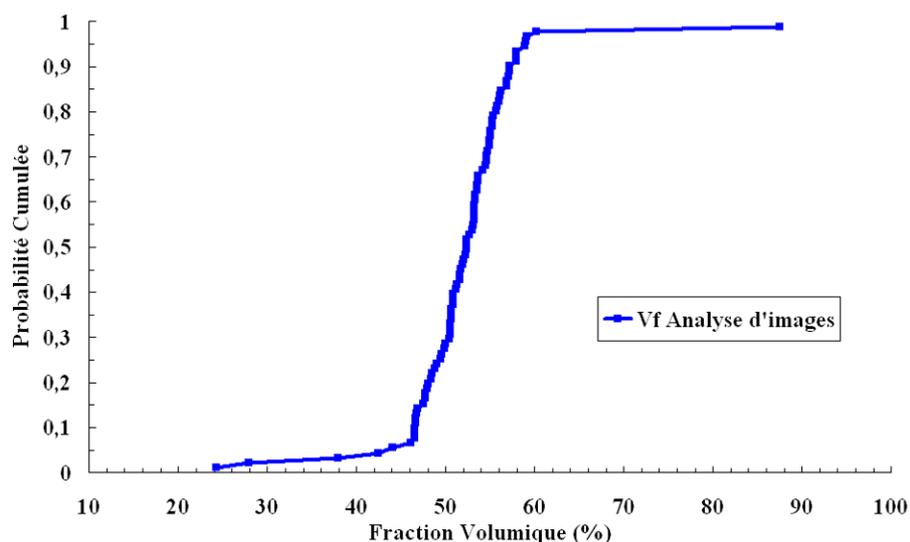


Figure V.23 - Dispersion des fractions volumiques par analyse d'images

Pli	Vf (%)	Ecart type
1	47,62	9,44
2	55,18	9,72
3	53,22	4,19
5 à 8	51,44	3,38
Moyenne (Ecart type)	51,80	5,27

Tableau V.1 - Fraction volumique de fibres par analyse d'images

Un autre avantage de l'analyse d'images est de pouvoir faire en parallèle une mesure du taux volumique des porosités. Information majeure dans pour la tenue mécanique et in fine sur la pression d'éclatement. Cette valeur peut également être considérée comme un paramètre qualitatif du procédé de fabrication. Comme nous pouvons l'observer sur la Figure V.24, les porosités caractérisées par des zones noires, se répartissent de manière aléatoire au sein des couches circonférentielles et hélicoïdales du réservoir. La technique d'analyse d'images utilisée est la même que pour les mesures

de Vf, mais cette fois, fibres et matrice sont de couleur blanche, seule les porosités sont noires. Les zones analysées restent les mêmes que précédemment, à savoir la zone médiane de la virole. Selon cette technique, nous obtenons finalement un taux volumique de porosités égal à 2,77% (Tableau V.2). Cependant, si nous regardons la valeur haute compte tenue de l'écart type, il existe une zone dans laquelle les taux de porosités peuvent atteindre 24,94%, comme le montre la Figure V.25.

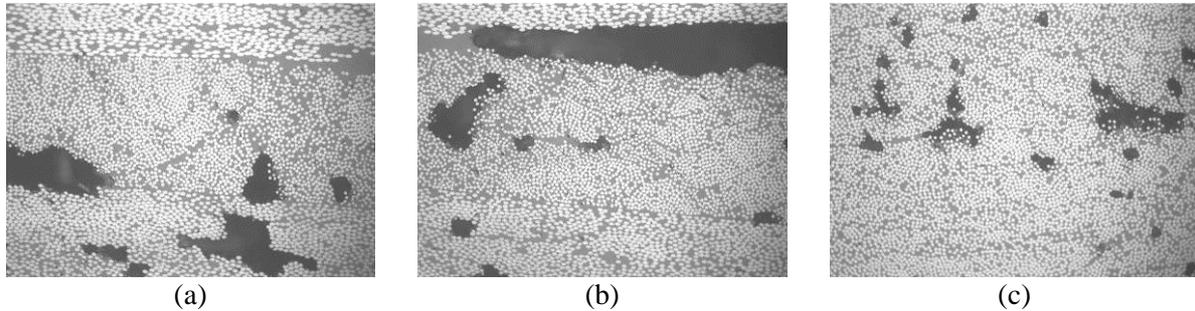


Figure V.24 - Porosité dans le composite: (a) à l'interface des couches circonférentielles, (b) à l'interface des couches circonférentielles et hélicoïdales, (c) dans les couches circonférentielles

Pli	Porosité (%)	Ecarte type
1	0,78	0,97
2	1,45	2,83
3	2,44	3,47
4	3,81	6,62
5 à 8	3,42	2,48
Moyenne	2,77	2,98

Tableau V.2 - Résultats des taux volumiques de porosités

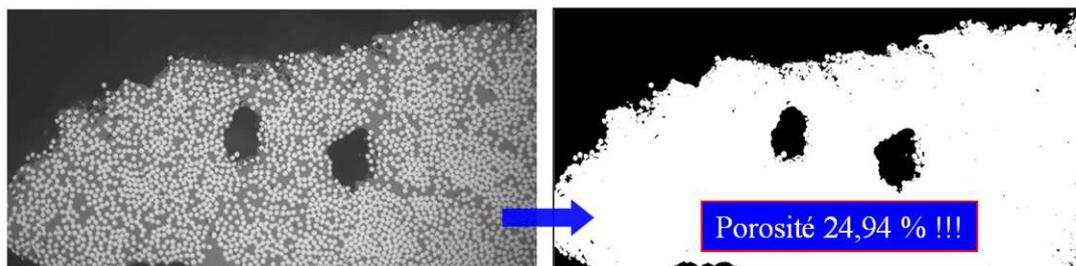


Figure V.25 - Zone dense en porosités

Finalement en utilisant le microscope optique ZEISS et en balayant la surface d'un échantillon polis, on obtient la micrographie complète d'une zone importante du réservoir. Cette micrographie présente en détail une partie du dôme d'un réservoir qui peut être comparable à celle du maillage numérique lors d'une simulation. Les angles locaux des couches hélicoïdales quand elles arrivent sur le dôme peuvent être calculé par les modèles de géométrie elliptique des fibres. En plus on peut également observer l'arrivée inévitabile des couches circonférentielles à la fin d'une partie virole ainsi que l'inhomogénéité dans ces couches (Figure V.26). Les porosités apparaissent également dans toutes les couches hélicoïdales tout en restant plus visibles que dans les couches circonférentielles (Figure V.27). Nous pouvons même les observer à l'œil nu sur des échantillons non polis.

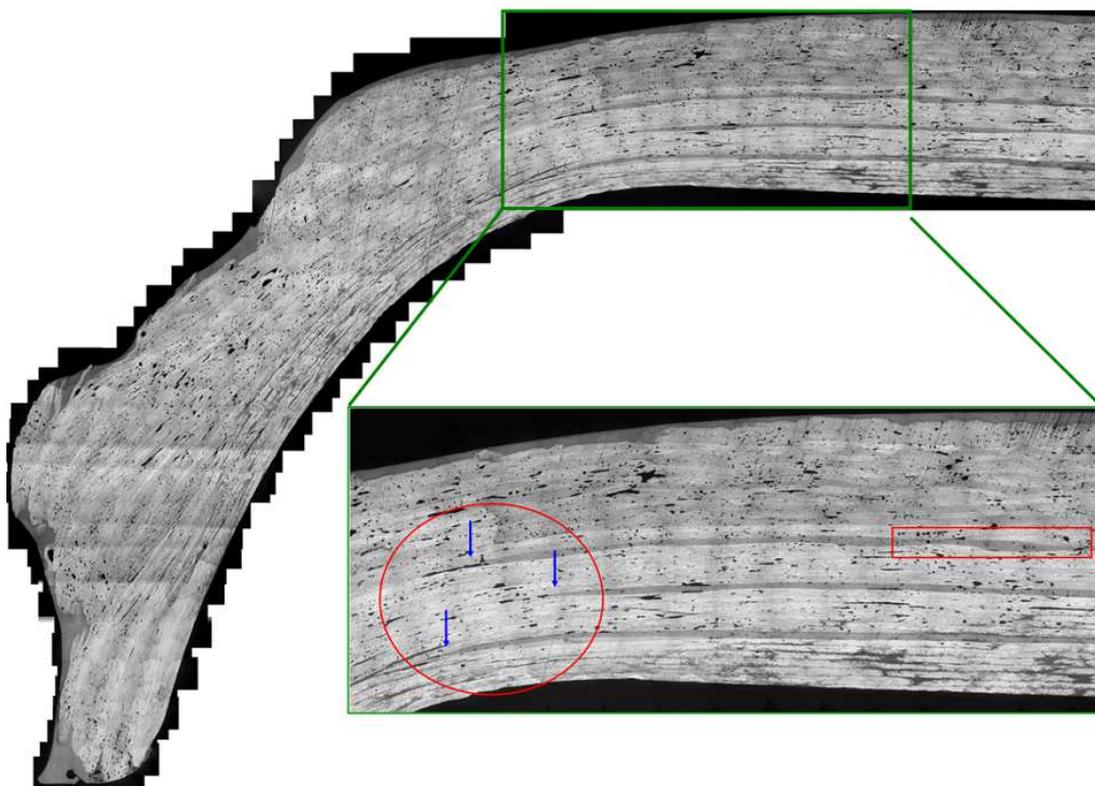


Figure V.26 - Micrographie complète du dôme d'un réservoir

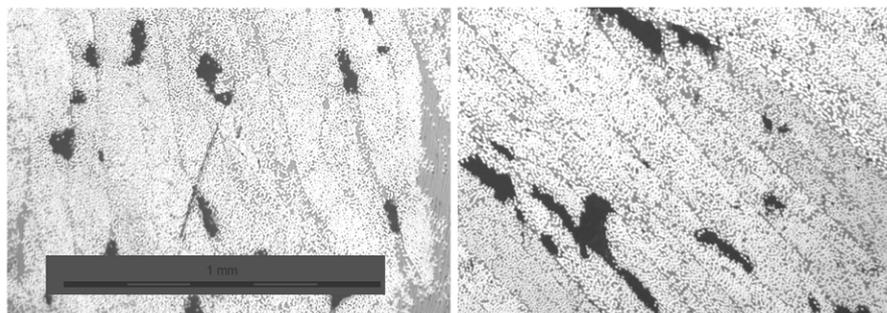


Figure V.27 - Zone dense en porosités dans les couches hélicoïdales

V.3.3 Analyse par pyrolyse

De manière générale, l'analyse de la fraction volumique par pyrolyse conduit à des taux volumiques de fibres à grande échelle dite macroscopique. Afin d'établir une moyenne de la fraction volumique de fibres dans le réservoir, plusieurs pyrolyses ont été effectuées. Les échantillons ont été découpés dans plusieurs zones sur une tranche de réservoir (Figure V.28). Ils ont été pesés avant et après pyrolyse. Pour cela ils sont passés dans un four à 600 C° pendant une heure et demi afin de s'assurer de la disparition de toute résine. Moyennant le poids des fibres et celui de la résine, par différence entre le composite et les fibres, les fractions volumiques et les densités sont déterminées à partir des formules (III.9) et (III.10).

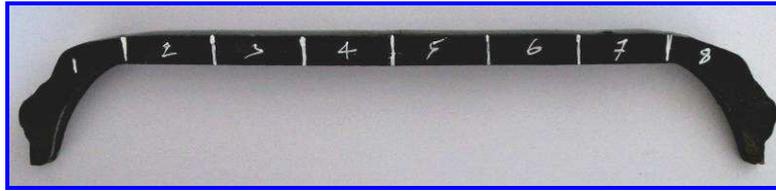


Figure V.28 - Référencement des zones pour déterminer la fraction volumique

Notre analyse est utilisée pour deux séries d'échantillon (Echantillon H et I). Ces deux tranches situées côte à côte sont représentées sur la Figure V.20. Les résultats des pyrolyses sont présentés dans les Tableaux V.3 et V.4. Par ailleurs, nous pouvons tracer la courbe de répartition des fractions volumiques (Figure V.29).

Masse volumique de résine époxy (g/cm^3), donnée	1,18
Masse volumique des fibres T700sc (g/cm^3), donnée	1,8
Masse volumique de composite (g/cm^3)	1,56
Vf moyen de composite (%)	55,08

Tableau V.3 - Récapitulatif des résultats de pyrolyses

Echantillon	Zones	Vf (%)
H	1	57,02
	2	58,58
	3	57,89
	4	55,89
	5	55,86
	6	56,80
	7	56,89
	8	58,09
I	1	48,34
	2	54,71
	3	54,27
	4	53,05
	5	53,05
	6	52,79
	7	54,77
	8	53,29
H	Moyenne (Ecart tpe)	57,73 (0,99)
I	Moyenne (Ecart tpe)	53,03 (2,05)
Total	Moyenne (Ecart tpe)	55,08 (2,63)

Tableau V.4 - Résultats des fractions volumiques de fibres dans le réservoir

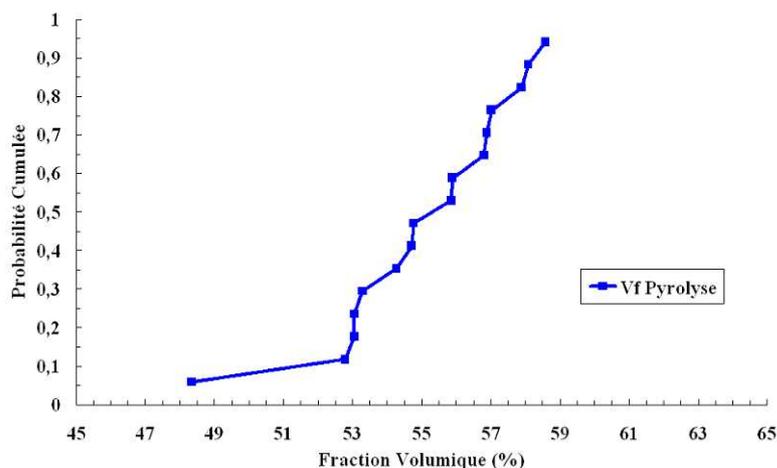


Figure V.29 - Dispersion des fractions volumiques obtenues par pyrolyse

V.3.4 Comparaison des résultats

Si nous prenons les résultats sur réservoir, nous remarquons que ceux obtenus par analyse d'images correspondent aux zones en milieu de tranche, approximativement les zones 4 et 5 de la pyrolyse. En faisant l'hypothèse que les couches hélicoïdales ont une fraction volumique proche de celle des couches circonférentielles, la différence entre les deux méthodes est de 2,66 % (analyse d'image : 51,8% et pyrolyse zone 4 et 5 : 54,46%). Cette différence importante est certainement liée à la présence de porosités. L'analyse d'images est plus sensible aux porosités car dans son principe, elle calcule différentes aires alors que la pyrolyse est basée sur une méthode de calcul par poids. Elle n'est donc en rien affectée par la présence de porosités (par exemple dans le cas d'une plaque composite, la prise en compte des porosités conduit à des résultats très proches entre les deux méthodes).

Si on compare les résultats sur réservoir et sur une plaque composite, on trouve un écart important entre les deux méthodes (en utilisant la pyrolyse : 55,08% contre 58,69%). Cela peut sans doute s'expliquer par des soucis de fabrication. Le CEA a mentionné quelques soucis au niveau du compactage des couches du réservoir. Des écarts entre les épaisseurs programmées de couches et les épaisseurs finales après la polymérisation ont été constatés (dont l'épaisseur totale programmée égale à 10,54mm : Tableau II.3, finalement égale à environ 11 mm : mesure à partir une tranche testée). Ce phénomène n'a pas vraiment affecté la fabrication des plaques composites puisque les couches dans la plaque sont moins nombreuses qu'au sein du réservoir. Nous remarquons que l'épaisseur augmente du fait de davantage de résine et de porosités, le nombre des fibres restant quasiment identique.

Pour la simulation numérique présentée dans la partie suivante, nous préférons utiliser la fraction volumique déterminée à partir d'une plaque composite en se basant sur la géométrie initiale du réservoir.

Chapitre VI

Critère de rupture des fibres : approche probabiliste

Dans ce chapitre, nous présentons le critère de rupture des fibres, basé sur une approche probabiliste et établi pour des chargements quasi-statiques. Des calculs multiéchelles par éléments finis et les techniques d'homogénéisation sont employés. Plusieurs propriétés mécaniques et physiques des fibres et de la matrice ont été également prises en compte.

Sommaire

VI.1 Introduction

VI.2 Synthèse bibliographique

VI.3 Echelle microscopique

VI.3.1 Distribution des contraintes à rupture de fibres et longueur inactive

VI.3.2 Choix du VER : taille, V_f , arrangement

VI.3.3 Homogénéisation et conditions aux limites périodiques

VI.3.4 Comportements des constituants

VI.3.5 Chute de la rigidité des fibres rompues et raffinement du maillage

VI.3.6 Processus du calcul

VI.3.7 Résultats numériques

VI.4 Echelle macroscopique

VI.4.1 Simulation de l'éprouvette composite unidirectionnelle

VI.4.2 Dispersion de la fraction volumique locale/globale et effet d'échelle du changement de taille du VER

VI.4.3 Comportement du VER et chute de la rigidité du VER rompu

VI.4.4 Processus du calcul

VI.4.5 Résultats numériques et validation du critère

VI.5 Effet de la température

VI.5.1 Identification du comportement de la résine

VI.5.2 Prise en compte de l'effet température dans le modèle multiéchelle

VI.5.3 Résultats numériques et validation de la prise en compte de l'effet de température

VI.1 Introduction

Dans ce chapitre consacré à la simulation numérique, nous avons proposé un critère de rupture des fibres basé sur une approche probabiliste établie à partir de calculs multiéchelles par éléments finis. Les données expérimentales des matériaux à l'échelle microscopique ont été utilisées pour prédire la rupture à une échelle plus grande dite macroscopique représentée par l'éprouvette de laboratoire. Ce critère est compatible avec une architecture composite ayant la rupture des fibres comme mode d'endommagement principal. Nous avons ensuite appliqué ce critère à l'échelle de la structure pour faire l'objet du chapitre suivant qui traite de la simulation numérique du réservoir composite.

VI.2 Synthèse bibliographique

La rupture des fibres est considérée comme le mécanisme principal d'endommagement du composite tandis que les ruptures liées à la matrice restent bien souvent secondaire en terme de gravité. De manière générale, le mécanisme de la rupture des fibres peut être décomposé en deux étapes. D'abord les premières ruptures de fibres interviennent de manière aléatoire d'où l'intérêt d'une approche probabiliste. Par contre, dès que le nombre de fibres rompues devient suffisant, le report de charge sur les fibres voisines, induit par la concentration de contrainte autour des fibres rompues, devient important et entraîne une localisation de la rupture dans le pli concerné. La formation d'un plan de clivage par propagation rapide d'une fissure perpendiculaire à la direction de sollicitation induit finalement la rupture catastrophique de la pièce composite [Okabe et Takeda, 2002] et [Baxevanakis, 1994]. C'est cette cinétique d'évolution des fibres rompues qui explique que nous ayons privilégié une approche puis un calcul de type probabiliste. L'observation de la rupture finale du composite confirme l'existence du plan de clivage, les fibres se rompent typiquement par paquets, les fibres dans chaque paquet ayant un plan de rupture commun (Figure VI.1). Différents plans de rupture se rejoignent ensuite par la décohésion fibres/matrice et par la rupture en cisaillement de la matrice [Master, 1993].

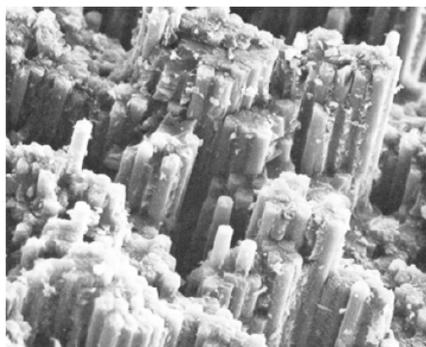


Figure VI.1 - Ruptures de fibres en traction d'un graphite/époxy [Smit, 1993]

De manière générale, deux approches ont été proposées pour modéliser la rupture d'une éprouvette gouvernée principalement par la rupture des fibres. La première approche, dite « *approche globale* », est basée sur une répartition uniforme des contraintes sur toutes les fibres intactes du faisceau tandis que la deuxième approche, dite « *approche locale* » est basée sur une répartition des contraintes utilisant des reports de charge dans le voisinage des fibres rompues.

Les premiers travaux basés sur une approche globale de la rupture des composites unidirectionnels, prennent en compte une distribution des contraintes à rupture des fibres [Rosen, 1964]. L'accumulation de ruptures de fibres avec l'augmentation de la charge appliquée sur les fibres intactes conduit éventuellement à la rupture macroscopique du composite. Son approche est basée sur un modèle bidimensionnel. Le composite est considéré comme un faisceau de fibres réparties d'une manière uniforme. Chaque fibre est divisée en N maillons ayant une longueur 2δ . La longueur δ

représente la distance sur laquelle le facteur de concentration de contrainte est inférieur à 1, (0,9 dans le cas de Rosen), par rapport à la charge nominale σ_{f0} . Donc, 2δ représente une distance critique liée à la longueur minimale pour qu'un défaut provoque la rupture d'une fibre. La contrainte à rupture de chaque maillon considéré est estimée selon la loi de Weibull obtenue avec des essais sur fibre unitaire. Après rupture d'un certain nombre de fibres, Rosen suppose que le restant des fibres non rompues dans le milieu considéré, supporte uniformément la charge supplémentaire appliquée. Avec ces hypothèses, l'auteur a construit un critère de rupture pour un composite unidirectionnel à 0° , mais ce critère surestime la contrainte de rupture des composites unidirectionnels.

La deuxième approche dite locale, fait l'hypothèse que l'ampleur du report de contrainte du à la fibre rompue, sur les fibres voisines, dépend de leur éloignement. Les fibres proches de la fibre rompue sont soumises à des charges plus élevées que les fibres éloignées. Zweben [Zweben, 1968] a introduit les effets de concentration de contrainte autour des fibres rompues dans le modèle de Rosen. Selon cette approche, l'apparition de la première coalescence des fibres rompues, (cluster), appelée « *le plan de clivage* », entraîne la ruine du matériau. Le concept d'un modèle analytique dit « Shear-lag », introduit par Cox [Cox, 1952], a été initialement proposé pour estimer la concentration de contrainte autour des fibres rompues. Cette approche a été poursuivie par plusieurs études en 2D et 3D [Hedgepeth, 1961] [Hedgepeth et al., 1967], [Fukuda et Kawata, 1976], [Goree et Gross, 1979], [Goree et Gross, 1980], [Lagoudas et al. 1989], [Zhu et al. 1989], [Ochiai et al., 1991], [Liangbo et Fuqun, 1993], [Phoenix et Sastry, 1993], [Phoenix et Sastry, 1994], [Landis et McMeeking, 1999], [Okabe et al., 2001], [Xia et al., 2002] et [Kim et al., 2003]. Dans ces études le facteur de concentration de contraintes K_r , défini comme le rapport entre la contrainte sur une fibre adjacente de la fibre rompue et la contrainte sur une fibre à l'infini, est indépendant du rapport du module de la fibre et du module de la matrice. Notons que K_r , calculé en modèle 2D est surestimé par rapport à celui calculé en 3D. Le défaut majeur de ces modèles est de ne pas prendre en compte le comportement anisotrope des fibres.

Plus récemment une approche plus complète, basée sur un calcul par élément finis a été développée par Baxevanakis [Baxevanakis, 1994] et [Baxevanakis, 1995] en simulant de manière bidimensionnelle la rupture d'un composite unidirectionnel en utilisant une méthode par éléments finis associée à des données statistiques. Deux échelles distinctes ont été définies : une échelle intermédiaire et une échelle macroscopique. Dans ce travail, un volume élémentaire représentatif (VER) a été défini pour étudier la rupture à l'échelle intermédiaire. Puis, le résultat de rupture à l'échelle inférieure devient une donnée pour l'échelle supérieure macroscopique afin de simuler l'essai de traction uniaxial jusqu'à rupture de l'éprouvette laboratoire. Cependant, ce modèle 2D sous estime la contrainte de rupture du composite. Notons qu'à l'échelle intermédiaire la valeur de K_r , obtenue par cette approche, est du même ordre de grandeur que celle obtenue par Hedgepeth (Shear-lag 2D).

Avec la même approche, Blassiau [Blassiau, 2005], [Blassiau, 2006a], [Blassiau, 2006b], [Blassiau, 2008] et [Blassiau, 2009] a amendé le travail de Baxevankis en utilisant un calcul 3D du VER afin de déterminer les coefficients de transfert de charge. Cette approche prend en compte la variation d'état d'endommagement suivant le nombre de fibres rompues dans le maillage du VER ainsi que d'autres phénomènes comme la décohésion de l'interface fibre rompue-matrice, le comportement viscoélastique et viscoplastique de la matrice. Les travaux de Blassiau montrent une bonne cohérence avec les travaux de Landis et McMeeking [Landis et McMeeking, 1999], si on prend en compte les mêmes phénomènes. Notons que la valeur de K_r obtenue par la méthode des éléments finis est en bon accord avec les modèles Shear-lag en 3D, [Nedele et Wisnom, 1994]. La modélisation 3D de la rupture macroscopique d'un composite unidirectionnel a été faite par un procédé multiéchelle. Les données de base obtenues à partir des résultats numériques à l'échelle microscopique ont été utilisées pour prédire la rupture l'échelle macroscopique. La taille de chaque élément d'un maillage macroscopique, (éprouvette de composite unidirectionnel), est égale à celle du VER qui peut présenter 5 niveaux d'état d'endommagement. Cette modélisation entraîne une surestimation de la contrainte à rupture du composite avec une faible dispersion comparée à celle des résultats expérimentaux. Ce travail multi-échelle a été raffiné par Thionnet et al. [Thionnet et al., 2009] et [Thionnet et al., 2011] pour le calcul de réservoirs composites. Ils ont utilisé la technique des éléments finis associée à une méthode FE² simplifiée, basée sur les travaux de Feyel [Feyel, 2003] et Souza et al. [Souza et al., 2008]. Cependant, cette méthode est lourde à mettre en œuvre et le parallélisme du calcul est nécessaire.

VI. Critère de la rupture des fibres : approche probabiliste

Un autre modèle utilisé dans l'approche locale est basé sur la mécanique de la rupture [Batdorf, 1982a], [Batdorf, 1982b], [Bader et Priest, 1982] et [Bader, 1988]. Dans cette approche la rupture résulte de la multiplication des ruptures de fibres et conduit à une instabilité du type Griffith.

Baxevanakis [Baxevanakis, 1994] et [Baxevanakis, 1995] a étudié les effets d'échelles sur la rupture d'un matériau composite. Il a trouvé une taille critique du VER en 2D (6 fibres, 8mm de long). Au delà de cette taille, la distribution cumulée des ruptures reste inchangeable. Cette approche a été reprise en 3D par Blassiau. Ce dernier mentionne que le nombre de fibres peut être réduit jusqu'à 16 fibres au lieu de 36 fibres (6x6), sans perturbation significative des résultats.

Parmi les modèles existants, nous avons choisi, dans le cadre de notre l'étude, un modèle multiéchelle 3D pour prédire la rupture du composite unidirectionnel. Ce modèle, basé sur l'approche probabiliste, utilise l'approche locale par la méthode des éléments finis et s'inspire du travail de Baxevanakis [Baxevanakis, 1994]. En utilisant le modèle multiéchelle, nous avons été amené à définir deux échelles distinctes : l'une dite microscopique, l'autre macroscopique.

VI.3 Echelle microscopique

VI.3.1 Distribution des contraintes à rupture de fibres et longueur inactive

Dans les études précédentes, la distribution statistique des contraintes à rupture de fibres est habituellement donnée par la loi de Weibull. Cette loi peut s'obtenir à partir d'essais sur fibre unitaire. Ces essais ont été faits avec une longueur de jauge des fibres donnée. La loi de Weibull, (équation III.3), permet d'extrapoler les résultats pour une longueur de jauge souhaitée (longueur L_t).

Notons que la longueur inactive (L_t) de rupture représente la longueur minimale pour laquelle il est exclu de voir apparaître une nouvelle rupture de fibre. En réalité, cette longueur se compose en une longueur critique, L_c , considérée comme la longueur minimale de fibre rompue pour laquelle la reprise de charge atteint la contrainte appliquée (égale à la longueur 2δ chez Rosen) et la longueur moyenne de décohésion fibre/matrice, L_d , provoquée par la rupture des fibres. Selon le travail de Baxevanakis [Baxevanakis, 1993], [Baxevanakis, 1994] portant sur l'essai de multifragmentation, L_c a été caractérisée expérimentalement par la longueur moyenne des fragments à l'état de saturation (L_s) et de L_d longueur à partir de laquelle aucune nouvelle rupture des fibres n'a été observée (Figure VI.2). La longueur L_t peut être calculée à partir des équations (VI.1). Selon d'étude de Baxevanakis, la longueur L_t des fibres de carbone T300 est égale à 0,5mm. Cette valeur critique sera utilisée pour notre simulation puisque notre fibre (T700sc) reste dans la même famille des fibres à haute résistance.

$$L_t = L_c + L_d \quad \text{avec } L_c = 4/3(L_s - L_d) \quad (\text{VI.1})$$

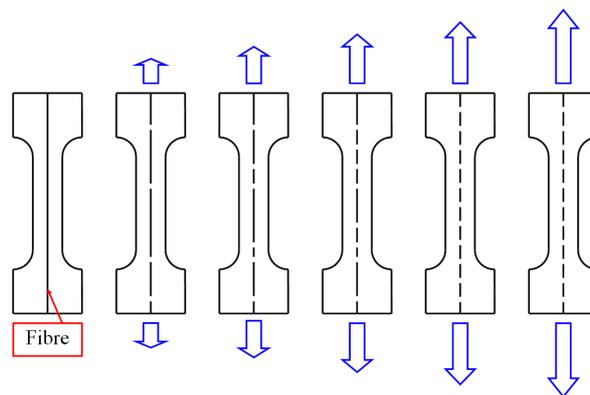


Figure VI.2 - Schéma de test de multi fragmentation

Selon les données fabricant, la contrainte à rupture des fibres T300 est très différente de celle des fibres T700sc. Pour cette raison, il est nécessaire de déterminer expérimentalement la distribution des contraintes de rupture. Cependant, compte tenu de la difficulté de préparation de l'éprouvette de multi fragmentation, c'est l'essai sur fibre unitaire qui a été mis en place. Normalement, la loi de Weibull nous permet d'extrapoler, à partir des résultats obtenus avec une longueur de jauge (ici 25 mm), les résultats pour une longueur souhaitée (ici, 0,5 mm). Cependant, l'extrapolation de cette loi vers une distance très faible donne souvent la surestimation des contraintes à rupture. Les travaux de Hutchon et Phillips, [Hutchon et Phillips, 1979], ont montré que la contrainte à rupture n'évolue pas de manière significative pour des longueurs comprises entre 5mm et 0,5mm. Pour cette raison, nous avons choisi d'extrapoler la distribution de contrainte à rupture des fibres pour la longueur de jauge de 5 mm, ($L/L_0 = 0,2$), et pour la longueur L_t de 0,5mm. La Figure VI.3, présente en fonction de la contrainte à rupture, la comparaison entre la courbe probabiliste identifiée à 25mm et extrapolée à 5mm.

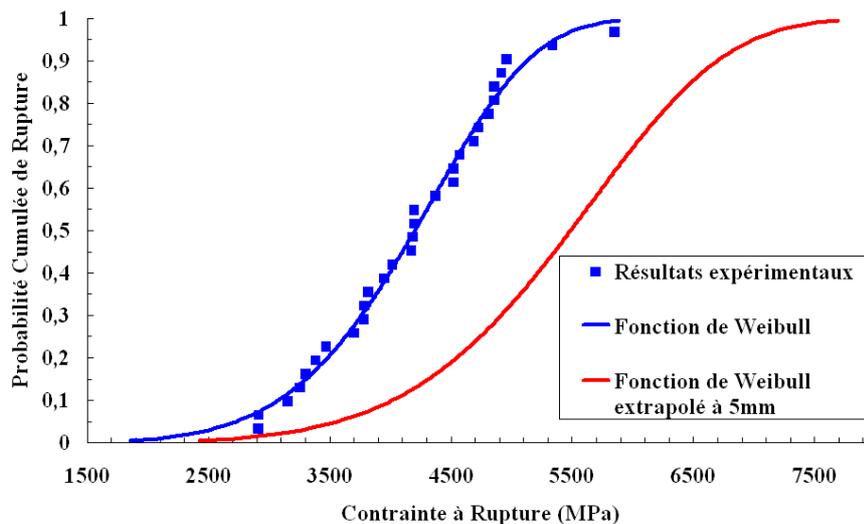


Figure VI.3 - Distribution de la contrainte à rupture identifiée pour 25mm et extrapolée à 5mm.

VI.3.2 Choix du VER : taille, V_f , arrangement

Comme nous l'avons déjà indiqué, notre VER est issu des travaux de Baxevanakis. Par contre, il est plus représentatif au sens qu'il se compose d'au moins 16 fibres avec une longueur de 8 mm. Contrairement aux travaux de Baxevanakis, nous avons aussi choisi de faire varier le nombre de fibres tout en gardant la taille du VER constante, afin de faire varier la fraction volumique (V_f). Ce choix présente l'avantage de changement plus facile de la fraction volumique lors des implémentations numériques avec les changements d'échelle.

La Figure VI.4, montre que la répartition des fibres n'est pas homogène. Il existe des zones de forte concentration de fibres ainsi que des zones à faible concentration de fibres. Par la suite nous traduirons cette variation par la variation de la fraction volumique locale ($V_{f,local}$). L'arrangement observé des fibres peuvent être classé en 3 types d'arrangement : (i) carré, (ii) hexagonal et (iii) aléatoire.

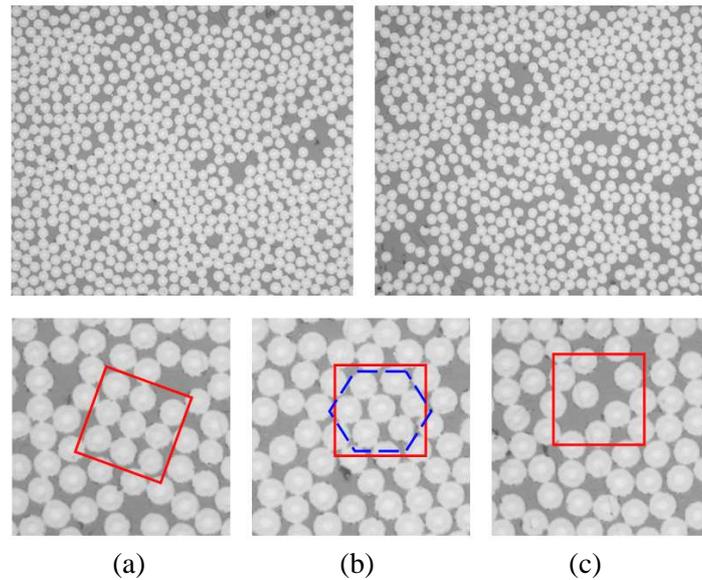


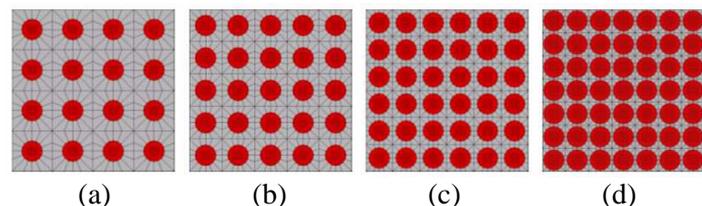
Figure VI.4 - Répartition des fibres : (a) carrée (b) hexagonale et (c) aléatoire

Comme le VER est soumis à des conditions aux limites périodiques 3D, ce qui augmente énormément l'occupation mémoire de l'ordinateur ainsi que le temps de calcul, le choix de la configuration de la taille du VER et le raffinement du maillage doivent être choisis de façon très précise. Afin de prendre en compte toutes les variations (la fraction volumique et l'arrangement des fibres), nous avons défini 10 configurations de VER représentées sur la Figure VI.5 :

- 4 variations de $V_{f,locale}$ avec l'arrangement carré: 21,12% (16 fibres), 32,99% (25 fibres), 47,51% (36 fibres) et 64,67% (49 fibres) ;
- 3 variations d'arrangements (une hexagonale et deux aléatoires) pour 16 fibres ;
- 3 variations d'arrangements (une hexagonale et deux aléatoires) pour 36 fibres.

Comme déjà indiqué, la taille appropriée du VER est fixée et égale à $0,054 \times 0,054 \times 8 \text{ mm}^3$ quelque soit le $V_{f,local}$ avec un diamètre de fibres égal à $7 \mu\text{m}$ (Figure VI.6). Les fibres et la matrice sont supposées avoir une interface parfaite dans les cellules du VER. La rupture des éléments correspond aux données statistiques de rupture de fibres et à une distance L_t de 0,5 mm (Figure VI.7). Cette distance prend en compte la distance de décohésion des fibres-matrice (L_d). A cause d'un manque d'informations expérimentales sur ce phénomène de décohésion sur le composite unidirectionnel à 0° nous avons supposé arbitrairement L_d égale à 0,1mm. Cependant, selon l'étude de Baxevanakis [Baxevanakis, 1994], il est souligné sa très faible influence sur les concentrations des contraintes sur les fibres du voisinage si la $L_d < 0,125 \text{ mm}$.

Pour simplifier le processus de simulation, nous avons arrangé les éléments critiques des fibres voisines dans le même plan. Ceci n'est pas très éloigné de la réalité puisque la concentration de contrainte due à la rupture des fibres localise la rupture comme déjà l'observé précédemment (Figure VI.8) [Baxevanakis, 1994].



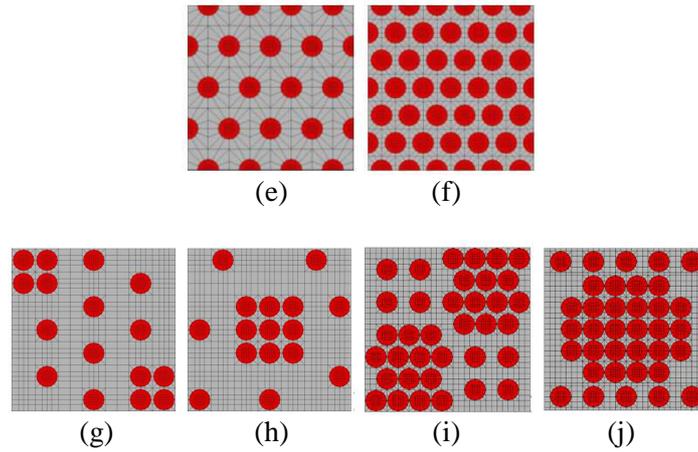


Figure VI.5 - Définition des cellules périodiques représentatives (10 configurations) :
 (i) Arrangement carré : (a) $V_f = 21,12$ (b) $V_f = 32,99$ (c) $V_f = 47,51$ et (d) $V_f = 64,67$;
 (ii) Arrangement hexagonal : (e) $V_f = 21,12$ et (f) $V_f = 47,51$;
 (iii) Arrangement aléatoire type 1 : (g) $V_f = 21,12$ (h) et $V_f = 47,51$;
 (iv) Arrangement aléatoire type 2 : (i) $V_f = 21,12$ (j) et $V_f = 47,51$

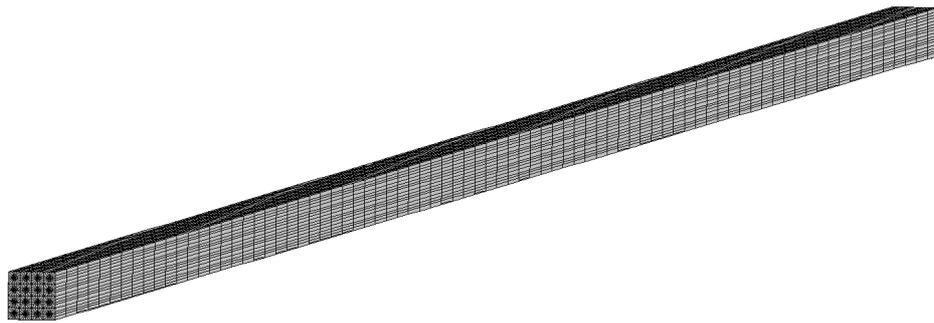


Figure VI.6 - Dimensions du volume élémentaire représentatif

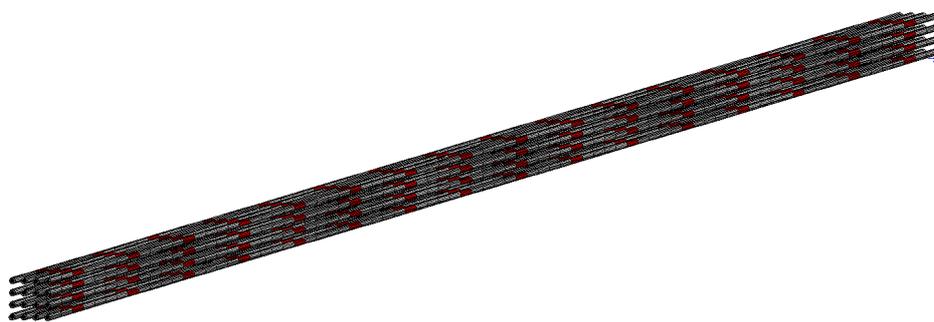


Figure VI.7 - Des éléments critiques sont contenus le long des fibres et présentés en rouge

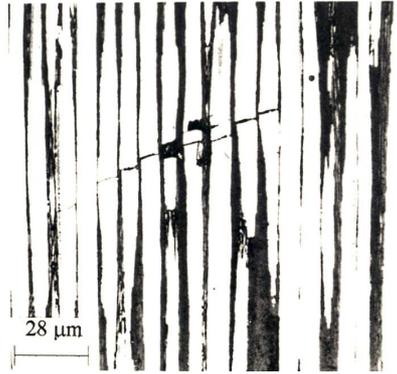


Figure VI.8 - Zone endommagée dans le composite: plan de rupture des fibres [Baxevanakis, 1994]

VI.3.3 Homogénéisation et conditions aux limites périodiques

La méthode d'homogénéisation consiste à remplacer le matériau hétérogène par un matériau homogène équivalent caractérisé par des propriétés mécaniques effectives. Elle a pour but de construire le comportement homogénéisé reliant la contrainte homogénéisée $\tilde{\Sigma}$ à la déformation homogénéisée \tilde{E} .

Nous supposons que le matériau est statistiquement homogène avec une distribution périodique des constituants et qu'il est constitué par un assemblage de VER. Il existe une cellule élémentaire de base Ω extraite du matériau et pouvant décrire tout le matériau par translation. Le comportement homogénéisé est identifié grâce à un ensemble de calculs élémentaires permettant de décrire la réponse du VER sous sollicitation.

Si $\tilde{\sigma}$ et $\tilde{\epsilon}$ représentent respectivement le tenseur du deuxième ordre symétrique des contraintes et des déformations locales du matériau hétérogène, $\tilde{\Sigma}$ et \tilde{E} les tenseurs symétriques (du deuxième ordre) des contraintes et des déformations macroscopiques du matériau homogène, les moyennes de $\tilde{\sigma}$ et $\tilde{\epsilon}$ sur le domaine Ω s'écrivent de la façon suivante:

$$\langle \tilde{\Sigma} \rangle = \frac{1}{\Omega} \int_{\Omega} \tilde{\sigma}(x) dx \quad (\text{VI.2}) \quad \text{et} \quad \langle \tilde{E} \rangle = \frac{1}{\Omega} \int_{\Omega} \tilde{\epsilon}(x) dx \quad (\text{VI.3})$$

Comme le matériau composite présente une microstructure périodique, les conditions aux limites de périodicité à trois directions sont appropriées dans notre cas. Les conditions périodiques en déformation peuvent être écrites de la manière suivante :

$$\bar{u} = \tilde{E} \cdot \bar{x} + \bar{v} \quad \forall \bar{x} \in \partial\Omega \quad (\text{VI.4})$$

Où \bar{v} est périodique, et \bar{v} prend des valeurs égales aux points homologues sur des faces opposés de $\partial\Omega$. En appliquant ces conditions aux limites périodiques et l'homogénéisation aux contours, le problème à résoudre peut se mettre sous la forme suivante, [Cardona, 2000]:

$$\begin{cases} \text{div} \tilde{\sigma} = 0 \\ \tilde{\sigma} = \tilde{C} : \tilde{\epsilon} \text{ dans } \Omega \\ \bar{u} = \tilde{E} \cdot \bar{x} + \bar{v}, \text{ où } \bar{v} \text{ est périodique} \\ \langle \tilde{\sigma} \rangle = \langle \tilde{\Sigma} \rangle \text{ ou } \langle \tilde{\epsilon} \rangle = \langle \tilde{E} \rangle \end{cases} \quad (\text{VI.5})$$

Les coefficients d'élasticité effectifs \tilde{C} sont finalement déterminés numériquement à l'aide d'un calcul par éléments finis. Lors de nos calculs d'endommagement, pour que les éléments critiques

contenus dans un VER puissent se rompre, ils doivent atteindre $\tilde{\Sigma}$ maximale, la contrainte à rupture du VER.

VI.3.4 Comportement des constituants

Rappelons que la caractérisation du comportement mécanique d'une fibre reste très difficile à déterminer expérimentalement. C'est pour cette raison que la plupart des études utilisent l'identification par la méthode inverse. Nous avons aussi utilisé la méthode inverse en partant des résultats présentés dans le Tableau VI.1 [Ishikawa, 1977]. On obtient un comportement comparable au comportement moyen du composite étudié, obtenu au chapitre 3, (repris sur le Tableau VI.2).

Fibre de carbone (Ishikawa, 1977)	
E_1 (GPa)	228
E_2 (GPa)	19,028**
E_3 (GPa)	19,028**
ν_{12}	0,3
ν_{13}	0,3
ν_{23}	0,42
G_{12} (GPa)	47
G_{13} (GPa)	47
G_{23} (GPa)	6,7
Résine époxy (Ishikawa, 1977)	
E (GPa)	3,5
ν	0,38

** calculé par l'expression $G_{f\theta} = \frac{E_{fr}}{2(1 + \nu_{r\theta})}$

Tableau VI.1 - Bilan du comportement des constituants [Ishikawa, 1977]

Composite, essais expérimentaux 25°C	
E_1 (GPa)	134,22
E_2 (GPa)	8,175
E_3 (GPa)	8,175
ν_{12}	0,362
ν_{13}	0,362
ν_{23}	0,38
G_{12} (GPa)	4,697
G_{13} (GPa)	4,697
G_{23} (GPa)	2,962

Tableau VI.2 - Bilan du comportement identifié expérimentalement à 25°C

En utilisant une méthode d'homogénéisation, la simulation sera réalisée sur la cellule représentative dessinée sur la Figure VI.9(a). Cette cellule contient une fibre enrobée de matrice dont la $V_{f, globale}$ est égale à 58%. Cette valeur a été déterminée par les deux méthodes présentées au chapitre 3: on trouve 57,16% par analyse d'images et 58,69% par pyrolyse. Les conditions aux limites imposées sont de périodicité 3D. Six calculs ont été réalisés, (Figure VI.9(b)). En effectuant le calcul itératif et en conservant le comportement de la résine époxy constant, les coefficients d'élasticité effectifs \tilde{C} finaux sont déterminés numériquement et indiqués dans le Tableau VI.3. Ces coefficients sont utilisés par la suite dans notre étude numérique.

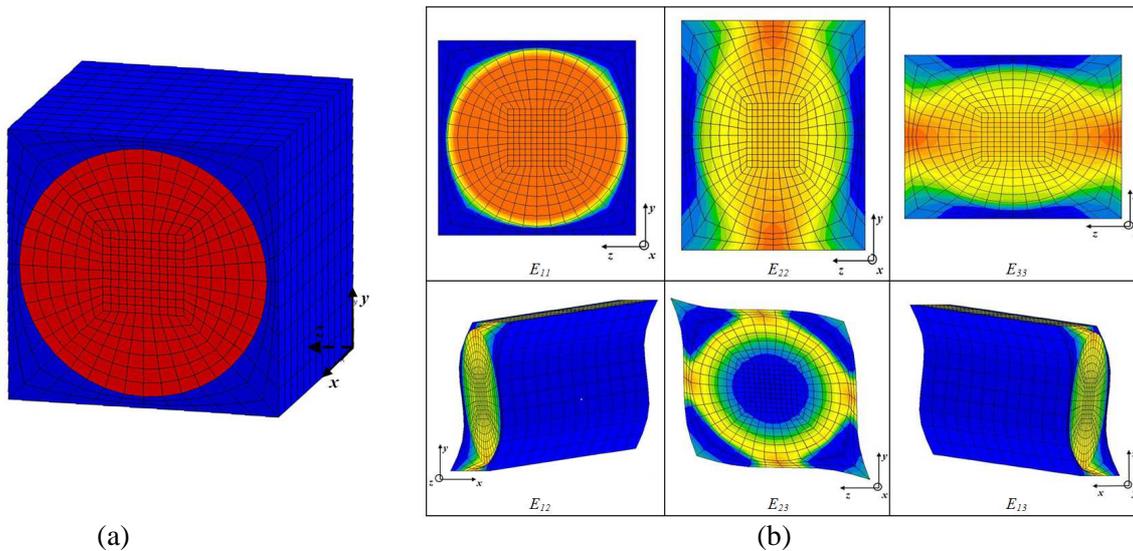


Figure VI.9 - (a) Cellule élémentaire représentative du comportement homogène du composite
 (b) Déformations moyennes associées aux 6 problèmes simulés

Fibre de carbone identifiée	
E_1 (GPa)	229,808
E_2 (GPa)	13,463
E_3 (GPa)	13,463
ν_{12}	0,35
ν_{13}	0,35
ν_{23}	0,38
G_{12} (GPa)	65,089
G_{13} (GPa)	65,089
G_{23} (GPa)	4,878
Résine époxy (Ishikawa, 1977)	
E (GPa)	3,5
ν	0,38

Tableau VI.3 - Bilan des comportements des constituants utilisé dans l'étude : la fibre identifiée et la résine d'Ishikawa [Ishikawa, 1977]

VI.3.5 Chute de la rigidité des fibres rompues et raffinement du maillage

Comme déjà indiqué, les éléments les plus critiques du VER vont se rompre dès qu'ils atteignent leur valeur à rupture. On suppose aussi que lorsque la rupture se produit, elle est associée à une décohésion d'une longueur de 0,1mm sur la longueur d'un élément critique. Pour simplifier la procédure de calcul, après la rupture des éléments critiques le comportement de la fibre des éléments rompus est remplacé par celui d'une fibre rompue.

Afin de vérifier et valider la précision de cette technique, nous avons comparé le facteur de transfert de charge (K_r) de la rupture réelle (dédoublage des nœuds d'éléments) avec le comportement endommagé équivalent appliqué aux éléments critiques, en utilisant la technique d'homogénéisation. Pour ce faire nous avons deux choix. Le premier consiste à remplacer le comportement de l'élément rompu par celui de la résine (comme dans le travail de Baxevanakis, 1994), le deuxième consiste à considérer un comportement de module quasi nul (0,001 GPa) dû au décollement des fibres rompues.

Les résultats de ces calculs montrent que le K_r sur la fibre voisine, du au comportement endommagé équivalent quasi nul, est numériquement comparable avec celui de la rupture réelle, (Figure VI.10(b)). Cette méthode sera par conséquent employée dans notre simulation à l'échelle microscopique.

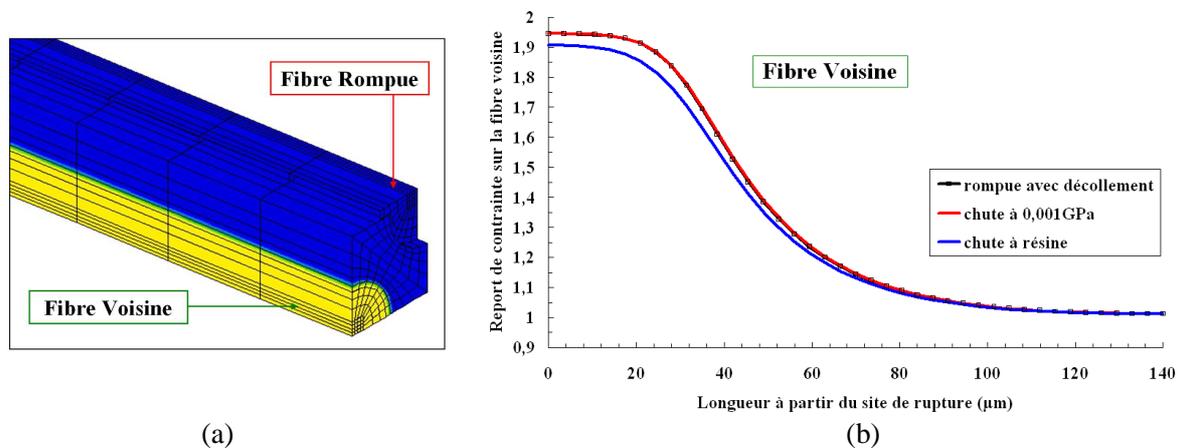


Figure VI.10 - (a) Fibre rompue réalisée sur la cellule endommagée
(b) Transfert de charge le long de la fibre voisine à partir du site de rupture

Le raffinement du maillage permet d'étudier avec précision le transfert de charge sur les fibres voisines. Nous avons réalisé deux maillages de raffinements différents (Figure VI.11). En calculant le K_r au point de GAUSS sur les fibres voisines, les K_r obtenus par les deux maillages sont proches (l'écart maximal est d'environ 3%). Le raffinement du maillage est sans grande influence sur le voisinage de la fibre rompue.

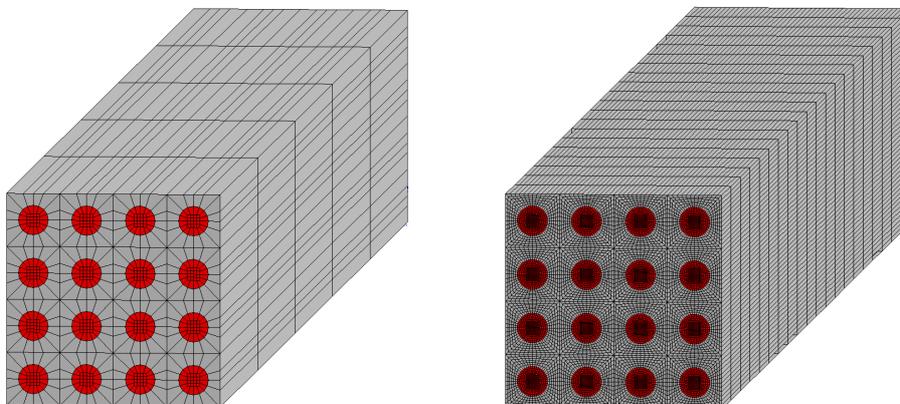


Figure VI.11 - Raffinement du maillage

VI.3.6 Processus du calcul

Les informations indispensables à la simulation à l'échelle microscopique étant exposées, nous pouvons rentrer dans le processus du calcul. La première étape consiste en un tirage aléatoire des contraintes à rupture, à partir de la loi de Weibull identifiée précédemment, et à les distribuer dans chaque élément de longueur critique dans un VER (Figure VI.12). La deuxième étape consiste à réaliser le maillage du VER, moyennant des conditions aux limites périodiques 3D et en imposant une déformation moyenne constante dans la direction des fibres (E_{11}). Si la contrainte locale au point de Gauss de l'élément le plus critique dépasse la contrainte à rupture distribuée lors de la première étape, cet élément rompt. Numériquement cette rupture se traduit par la chute de rigidité de l'élément

VI. Critère de la rupture des fibres : approche probabiliste

concerné (comportement endommagé équivalent quasi nul). Par la suite, c'est au tour des éléments devenus les plus critiques de se rompre, au fur et à mesure des incréments de déformation moyenne imposée (\tilde{E}). A chaque incrément, nous obtenons numériquement la contrainte moyenne (Σ_{11}) et la rigidité (C_{11}) du VER. Nous remarquons que les ruptures d'éléments commencent au début de manière aléatoire, puis quand la charge est suffisamment grande, les ruptures se localisent. En effet la rupture d'une fibre induit l'augmentation du K_r et entraîne la rupture des fibres voisines. La rupture finale d'un VER correspond à une chute brutale de sa rigidité et à l'initiation d'un plan de clivage. Plusieurs plans de clivage ont été parfois observés au stade ultime de la rupture du VER (Figure VI.13). Plusieurs calculs avec différents tirages des contraintes à rupture permettent d'obtenir finalement la distribution de la contrainte à rupture du VER. L'algorithme du processus du calcul par éléments finis est présenté sur la Figure VI.14.

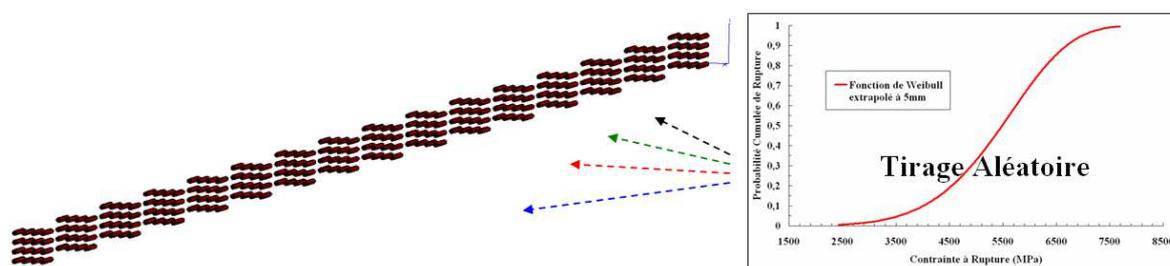


Figure VI.12 - Couplage des éléments critiques du VER avec la distribution de contrainte à rupture et des défauts au sein de la fibre



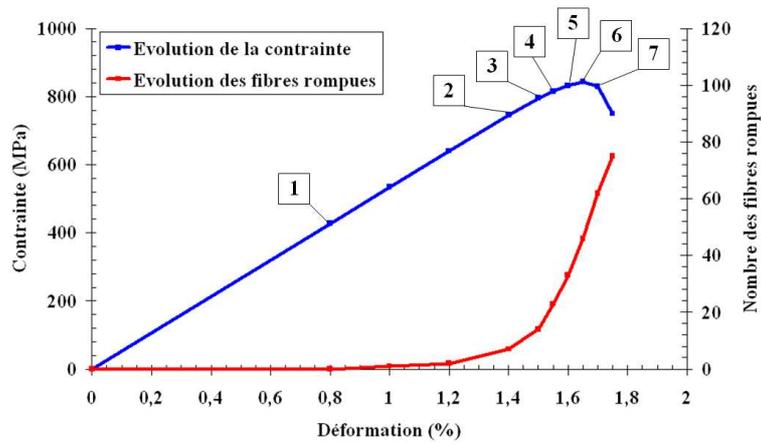
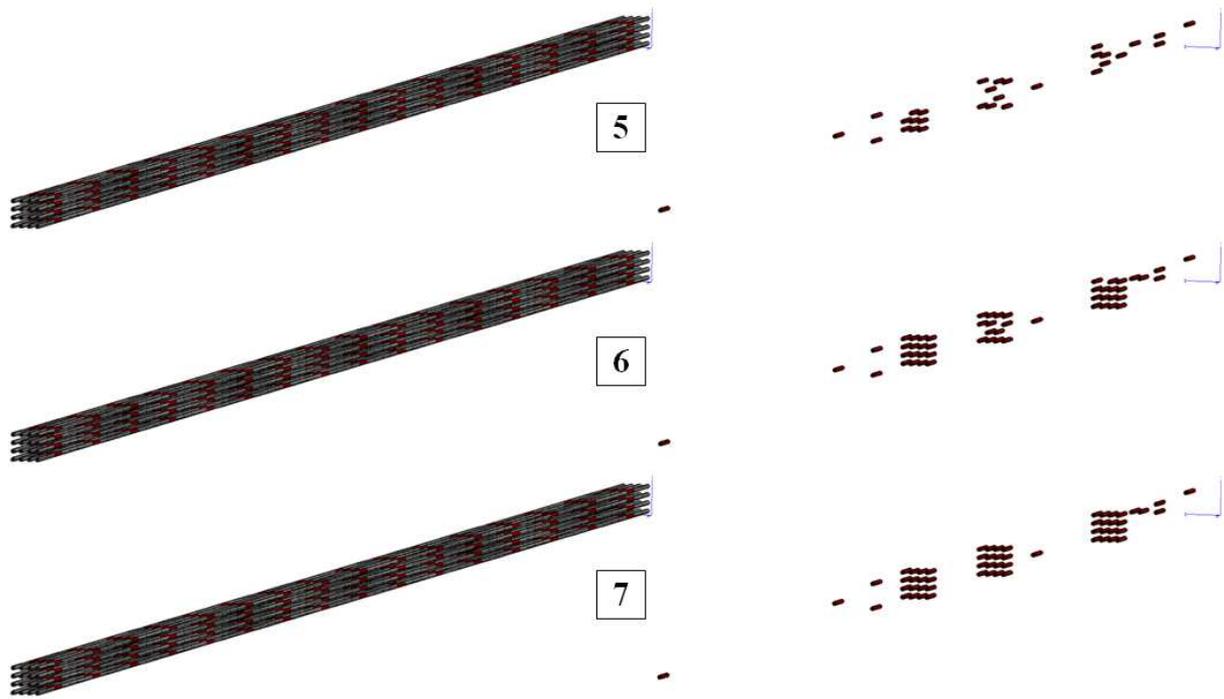


Figure VI.13 - Simulation de la rupture d'un VER

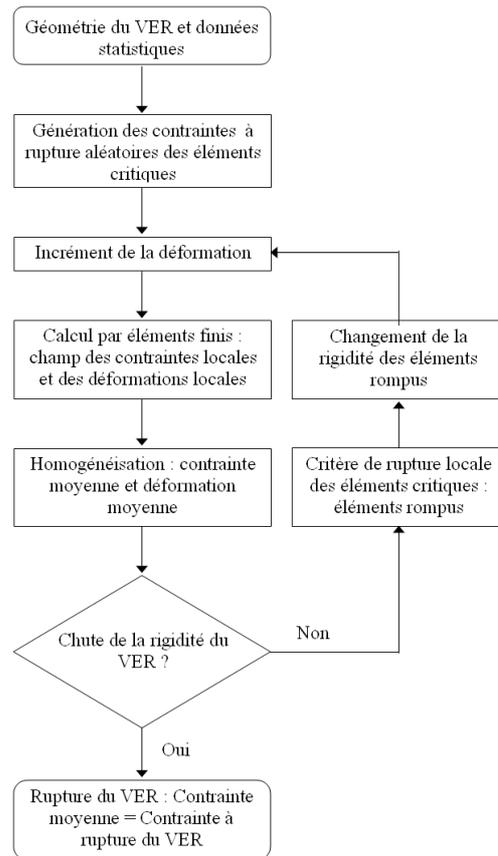


Figure VI.14 - Algorithme du processus du calcul par éléments finis à l'échelle microscopique

VI.3.7 Résultats numériques

Afin de construire la courbe statistique de la contrainte à rupture du VER, prenant en compte les variations du matériau (les $V_{f,locale}$ et leurs arrangements), 30 calculs, correspondant aux 30 tirages distincts sur chaque configuration du VER, ont été effectués. La Figure VI.15 présente l'évolution de la contrainte et le nombre des fibres rompues en fonction de la déformation jusqu'à rupture pour les différents tirages. Les Figures VI.16 et VI.17 présentent respectivement la distribution de contrainte à rupture du VER en fonction de la $V_{f,locale}$ et de l'arrangement des fibres pour les 10 configurations exposées auparavant.

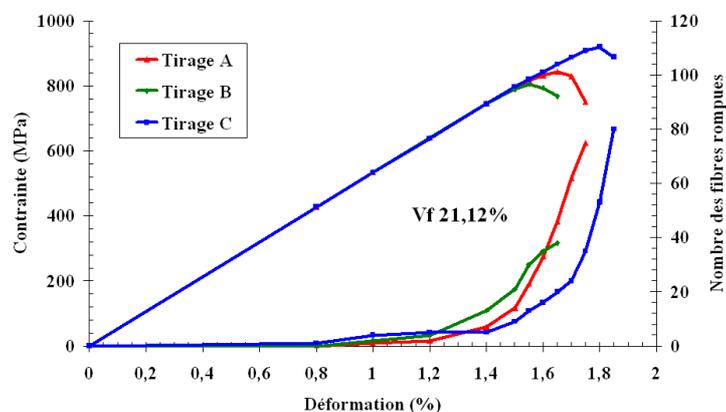


Figure VI.15 - Évolution de la contrainte et du nombre de fibres rompues pour 3 tirages différents

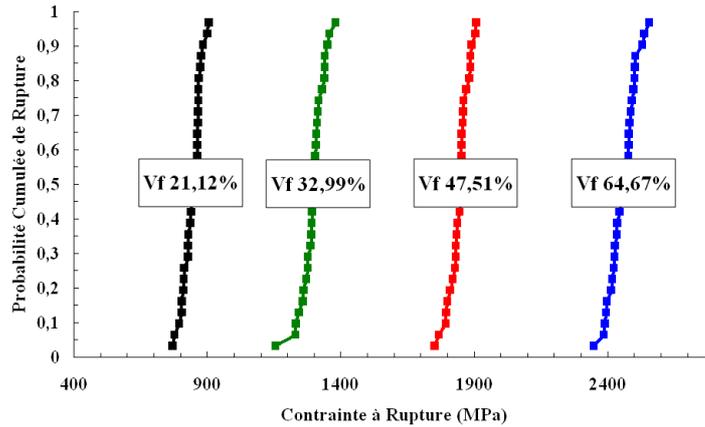


Figure VI.16 - Distributions de la contrainte à rupture du VER avec la variation des $V_{f,locale}$

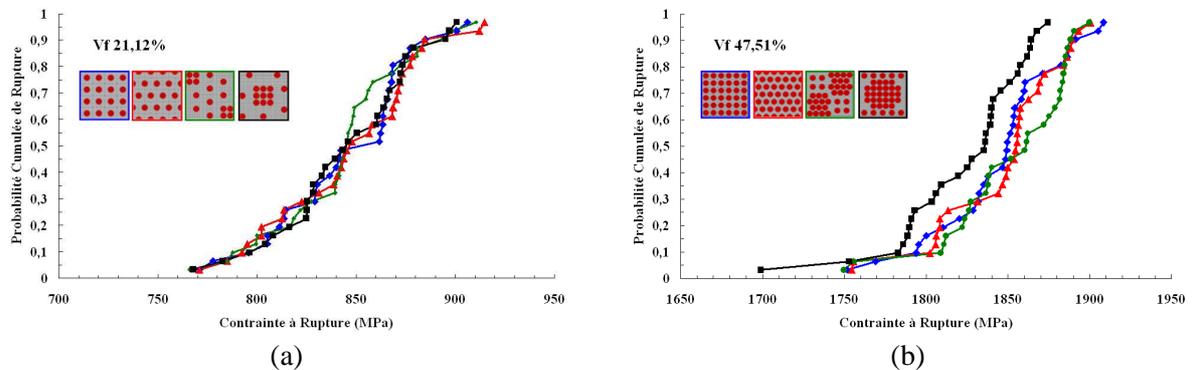


Figure VI.17 - Distributions de la contrainte à rupture du VER avec variation de l'arrangement des fibres pour une $V_{f,locale}$ donnée : (a) $V_{f,locale} = 21,12\%$ et (b) $V_{f,locale} = 47,51\%$

Pour estimer la statistique à rupture d'un VER, la loi de Weibull (III.3) a à nouveau été utilisée. Rappelons que le rapport L/L_0 est automatiquement identifié à 1, il nous reste par conséquent deux paramètres à identifier : (i) le facteur d'échelle, (σ_0 , MPa), représentatif de la valeur moyenne de la contrainte de rupture du matériau étudié et (ii) le module de Weibull, (m), représentatif de la dispersion des contraintes à rupture. Les résultats numériquement précédemment obtenus sur la distribution de contrainte à rupture du VER, permettent d'estimer σ_0 et m en fonction de $V_{f,locale}$. L'effet de l'arrangement des fibres a été pris en compte par des bornes max – min des paramètres σ_0 et m .

Pour le premier paramètre, le facteur d'échelle, les fonctions décrivant les bornes max et min, $\sigma_{0,max}$ et $\sigma_{0,min}$, sont celles des expressions VI.7 et VI.8. Notons que $V_{f,locale}$ s'exprime en % et que ses valeurs minimale et maximale sont 0.0% et 90,69%. Ces valeurs correspondent à la valeur en l'absence de fibre et à l'arrangement hexagonal. $\Delta\sigma_0$, représente l'effet d'arrangement des fibres. $\Delta\sigma_0$ est égal à 0 s'il n'y a aucune variation de l'arrangement des fibres. A l'aide du logiciel ORIGIN 7, nous avons calculé $\sigma_{0,min}$, $\sigma_{0,max}$ et $\Delta\sigma_0$ par les expressions (VI.7), (VI.8) et (VI.9). La Figure VI.17 présente les courbes $\sigma_{0,min}$ (Figure VI.18(a)) et $\Delta\sigma_0$ (Figure VI.18(b)). Remarquons que si $V_{f,locale}$ est égale à 0, σ_0 devient 67,65 MPa. Cette valeur est proche de la contrainte à rupture de la résine époxy (83,32 MPa), (pour des matériaux comme la résine, m devient élevé et la contrainte à rupture est quasi identique avec σ_0).

VI. Critère de la rupture des fibres : approche probabiliste

$$\sigma_0 = f(V_{f,locale}, Arrangement) = (\sigma_{0,min}, \sigma_{0,max}) \quad (VI.6)$$

et

$$\sigma_{0,max} = \sigma_{0,min} + \Delta\sigma_0 \quad (VI.7)$$

$$\sigma_{0,min} = 37,04V_{f,locale} + 67,65 \quad (VI.8)$$

$$\Delta\sigma_0 = 213,2 \exp(-0,5((V_{f,locale} - 46,49)/56,3)^2) - 155,58 \quad (VI.9)$$

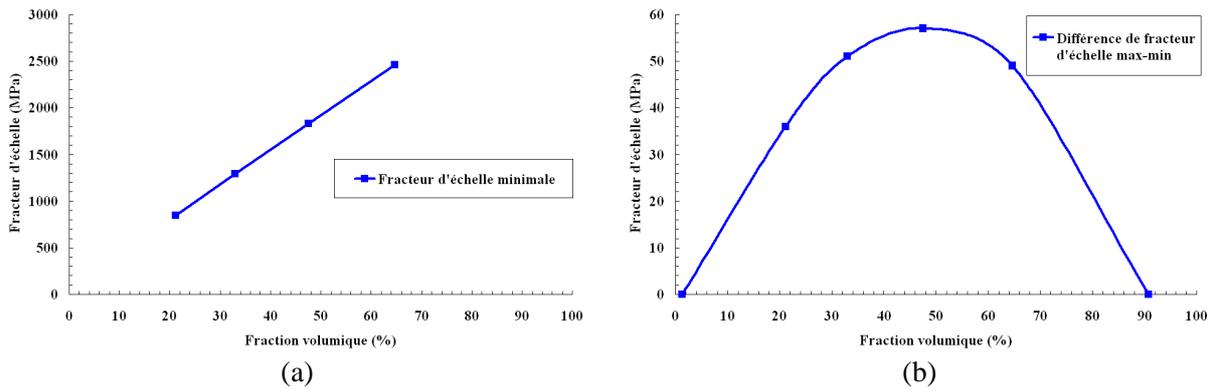


Figure VI.18 - Facteur d'échelle : (a) $\sigma_{0,min}$ et (b) $\Delta\sigma_0$ en fonction de la fraction volumique

Le deuxième paramètre, m , est également exprimé en fonction de la $V_{f,locale}$. Afin de décrire m sous forme de fonction, nous avons supposé les hypothèses suivantes :

- si $V_{f,locale}$ est égale à 1,32%, ce qui correspond à une seule fibre restant au milieu du volume du VER, m représente la dispersion des défauts d'une fibre ($m= 6,03$) ;
- si $V_{f,locale}$ est égale à 90,69%, ce qui correspond théoriquement à la valeur maximale et au seul arrangement possible hexagonal, $m = m_{min} = m_{max}$.

En utilisant ces hypothèses et les résultats numériques de la rupture du VER, avec l'aide du logiciel ORIGIN 7, le paramètre m et les valeurs identifiées sont données par la relation (VI.11) et le tableau VI.4. La Figure VI.19 représente les valeurs expérimentales et les valeurs calculées de m .

$$m = f(V_{f,locale}, Arrangement) = (m_{min}, m_{max}) \quad (VI.10)$$

$$m_i = P_2 \left(1 - \exp\left(-\left(\frac{V_{f,local}}{P_4}\right)^{P_3}\right) \right) + P_1 \quad \text{avec } i = \text{min et max} \quad (VI.11)$$

Ces fonctions $\sigma_{0,min}$, $\sigma_{0,max}$, m_{min} et m_{max} ont été testées et donnent avec une bonne cohérence, la distribution des contraintes à rupture du VER en fonction des $V_{f,locale}$ et des arrangements de fibres (Figure VI.20).

	m_{\min}	m_{\max}
P_1	5,21	5,78
P_2	56,44	54,87
P_3	1,37	1,67
P_4	34,39	26,26

Tableau VI.4 - Bilan des paramètres associés à l'équation (VI.11)

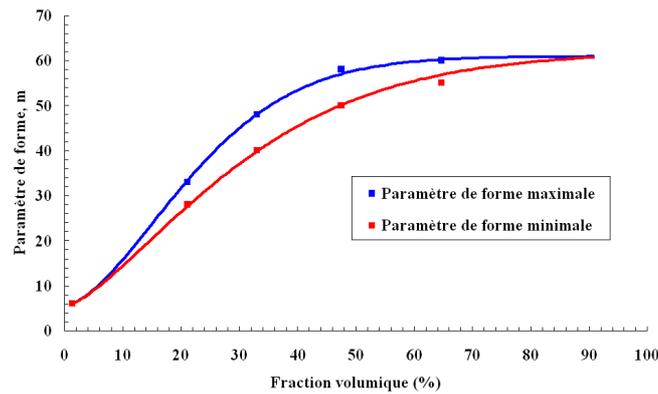


Figure VI.19 - Paramètre de forme ou module du Weibull max-min en fonction de la fraction volumique

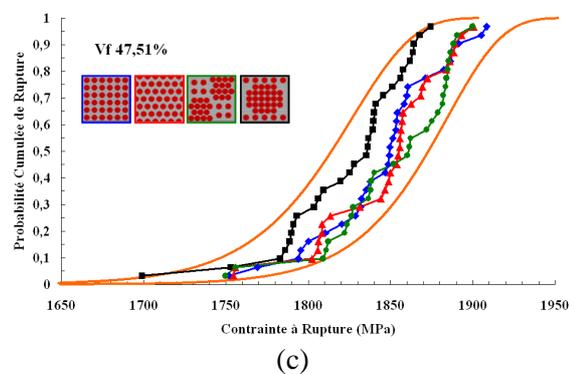
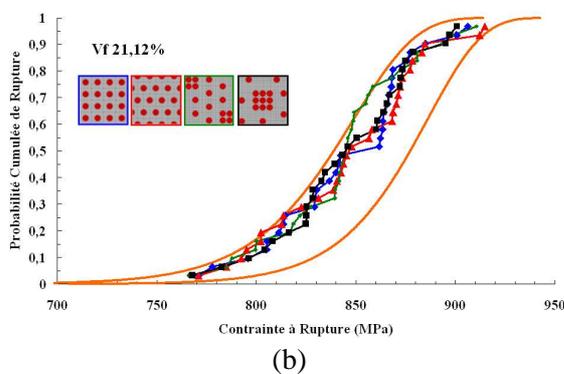
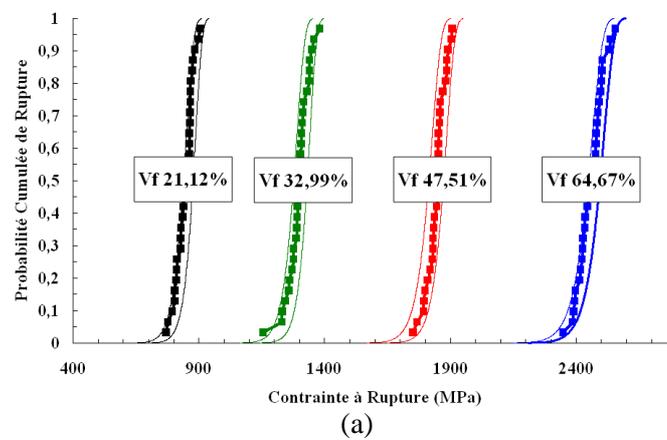


Figure VI.20 - Validation des fonctions identifiées : (a) pour différents $V_{f,locale}$, pour différents arrangements (b) et (c)

VI.4 Echelle macroscopique

VI.4.1 Simulation de l'éprouvette composite unidirectionnelle

Pour effectuer le calcul numérique sur le réservoir, si la taille de chaque élément dans la pièce structurale est celui du VER, le nombre des éléments devient très important. Ce nombre des éléments rend le calcul impossible, compte tenu du temps nécessaire et de la capacité mémoire de l'ordinateur (Figure VI.21(a)). Nous avons proposé une taille des éléments de 296 fois celle du VER caractéristique ($0,216 \times 3,996 \times 8 \text{ mm}^3$), appelé « VER₂₉₆ », (Figure VI.21(b)). L'utilisation du VER₂₉₆, pour le maillage de l'éprouvette, diminue considérablement le nombre des éléments (720 éléments au lieu de 213120 éléments). L'effet du changement de taille du VER a par conséquent fait l'objet d'une pré-étude afin de le prendre en compte par la suite.

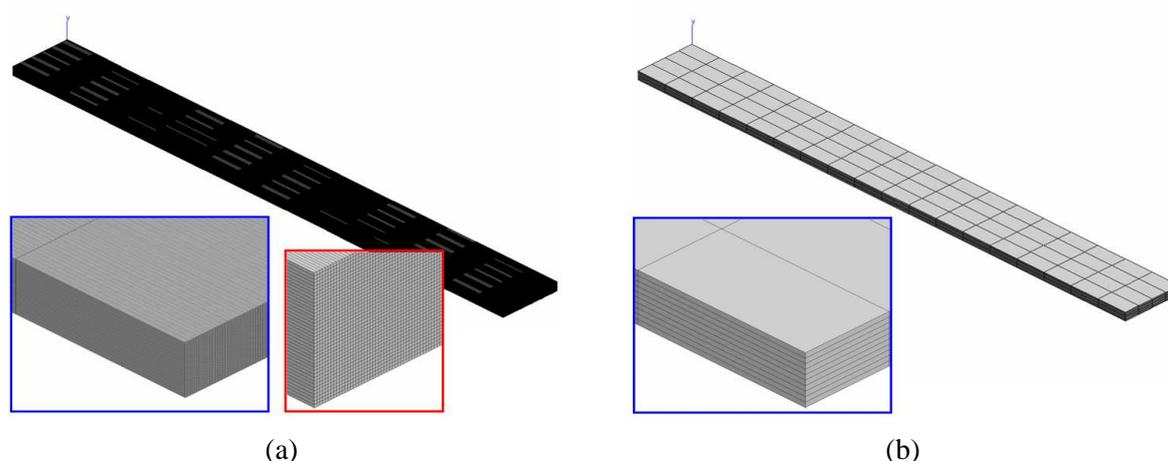


Figure VI.21 - Maillage de l'éprouvette pour le calcul éléments finis pour des tailles d'éléments égales à (a) VER et (b) VER₂₉₆

VI.4.2 Dispersions de la fraction volumique locale/globale et effet d'échelle du changement de taille du VER

Comme nous l'avons déjà mentionné dans le chapitre 3, il y a deux niveaux de variation : locale $V_{f,locale}$ et globale ($V_{f,globale}$). C'est pour cette raison que des tirages selon ces deux niveaux seront nécessaires, $V_{f,locale}$ et $V_{f,globale}$ et introduits dans le calcul structural.

Nous supposons que la distribution de la $V_{f,locale}$ et $V_{f,globale}$ peuvent s'exprimer par la probabilité cumulée d'une loi normale (VI.12). C'est la loi de probabilité la plus adaptée pour modéliser des phénomènes naturels issus de plusieurs événements aléatoires.

$$\Pr = \int_{-\infty}^x f(x)dx = \int_{-\infty}^x \frac{1}{\sigma\sqrt{2\pi}} e^{-\frac{1}{2}\left(\frac{x-\mu}{\sigma}\right)^2} dx \quad (\text{VI.12})$$

Où $f(x)$ est la densité de probabilité ou fonction de masse, μ correspond à la valeur moyenne et σ représente l'écart type et la variance (σ^2) caractérise la dispersion d'une distribution.

En analysant les résultats de distribution de la $V_{f,locale}$, correspondant aux 8 zones différentes de la Figure III.35 et du tableau III.5, on trouve que les variances (σ^2) sont quasi-identiques pour des

tailles analysées du même ordre de grandeur, même si pour chacune des zones, les valeurs moyennes de $V_{f, globale}$ sont différentes. A partir de cette hypothèse, nous avons refait l'analyse d'images, en variant la taille des images caractérisées (Figure VI.22).

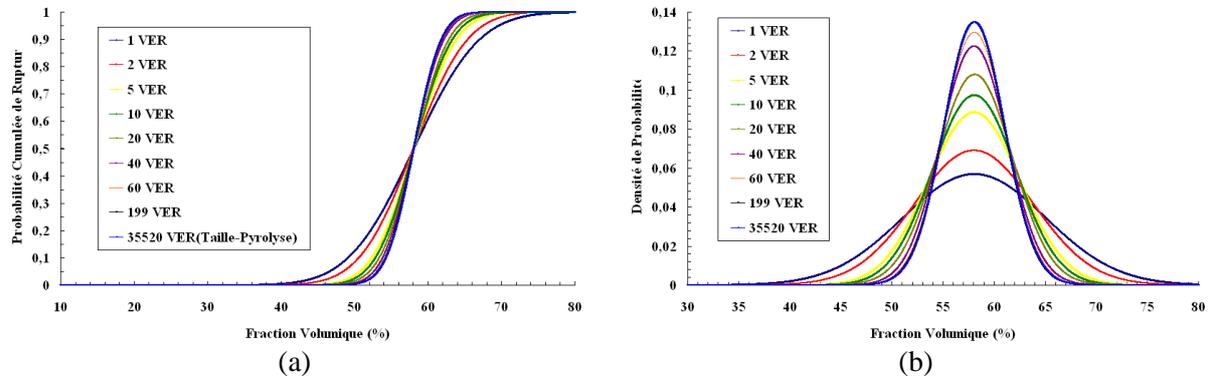


Figure VI.22 - Comparaison de la dispersion de fractions volumiques avec la variation des tailles caractéristiques : (a) probabilité cumulée (b) densité de probabilité ou fonction de masse

Nous pouvons constater que les variances diminuent lorsqu'on augmente la taille des images analysées. Elles tendent vers la valeur obtenue par la méthode de pyrolyse si la taille analysée est suffisamment grande. La σ^2 peut s'exprimer en fonction de la taille du VER, (Figure VI.23(a) et équation (VI.13)). Nous avons trouvé qu'à partir du VER_{199} (199 fois la taille de VER caractéristique), sa variation est quasiment constante. La Figure VI.23(b) présente la comparaison de la dispersion de la fraction volumique du VER (analyse d'images), VER_{199} et VER_{35520} (pyrolyse).

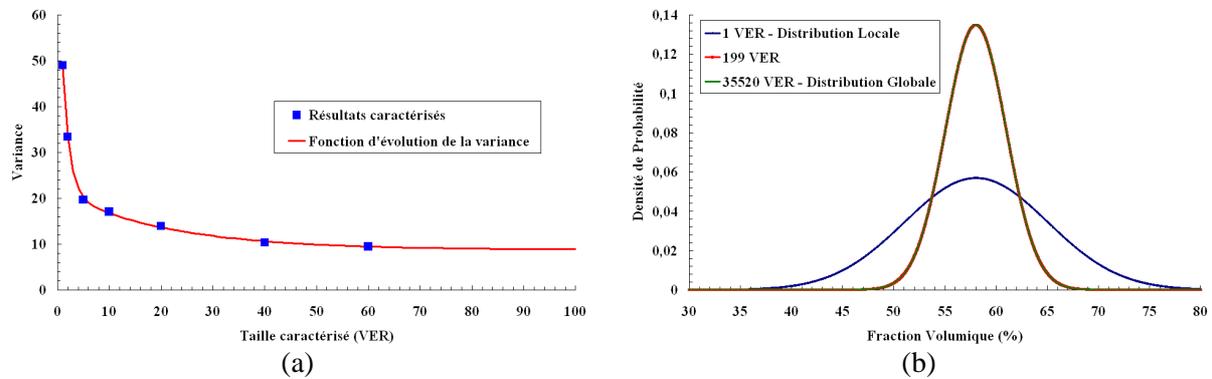


Figure VI.23 - (a) Evolution de la variance de la fraction volumique en fonction de la taille caractéristique (b) Comparaison de la dispersion des fractions volumiques : Analyse d'image (VER), VER_{296} et Pyrolyse (VER_{35520})

$$\sigma^2 = 12,94e^{\left(\frac{\text{Taille VER}}{20,66}\right)} + 60,23e^{\left(\frac{\text{Taille VER}}{1,3}\right)} + 8,76 \quad (\text{VI.13})$$

En résumé, l'équation VI.13 présente σ^2 en fonction de la taille du VER considéré. Cette relation est importante pour le modèle probabiliste utilisé par la méthode des éléments finis sur la pièce structurale. Sur cette pièce structurale la taille des éléments ne peut pas respecter la même taille de VER qu'à l'échelle microscopique, pour rendre possible le temps de calcul.

VI.4.3 Comportement du VER et chute de la rigidité du VER rompu

Le comportement du VER dépendant de la $V_{f,locale}$, considérée comme un paramètre d'entrée aléatoire, il a été nécessaire de construire la base de données du comportement pour chaque $V_{f,locale}$. Pour déterminer le comportement homogène équivalent, la technique d'homogénéisation détaillée précédemment a été utilisée en faisant varier V_f (20%, 25%, 40%, 42%, 68%, 70%, et 75%) sur le VER (Figure VI.9a). Les coefficients d'élasticité effectifs \tilde{C} ont été déterminés numériquement.

D'un point de vue numérique, la question qui se pose est celle de la loi de chute du VER_{296} ayant atteint sa contrainte critique. Sa rupture étant celle d'un plan de clivage lié à la rupture de nombreuses fibres, ce mécanisme reste très différent de ceux observés à l'échelle microscopique. Le remplacement par un comportement à matrice de rigidité quasi nulle, comme ça avait été le cas précédemment, ne sera pas applicable pour la VER_{296} . Cependant, grâce aux résultats de calcul à l'échelle microscopique, nous pouvons construire la fonction de la chute de la rigidité (C_{11}) du VER rompu (Figure VI.24). Afin de simplifier ce calcul, nous utilisons la chute de rigidité moyenne pour chaque fraction volumique donnée, exprimée par la relation (VI.14) et présentée sur la Figure VI.25. Remarquons que plus V_f est élevée, plus la chute devient sévère.

$$\frac{C_{11,chute}}{C_{11,vierge}} = -0,00006V_f^2 - 0,0053V_f + 1,0101 \quad (VI.14)$$

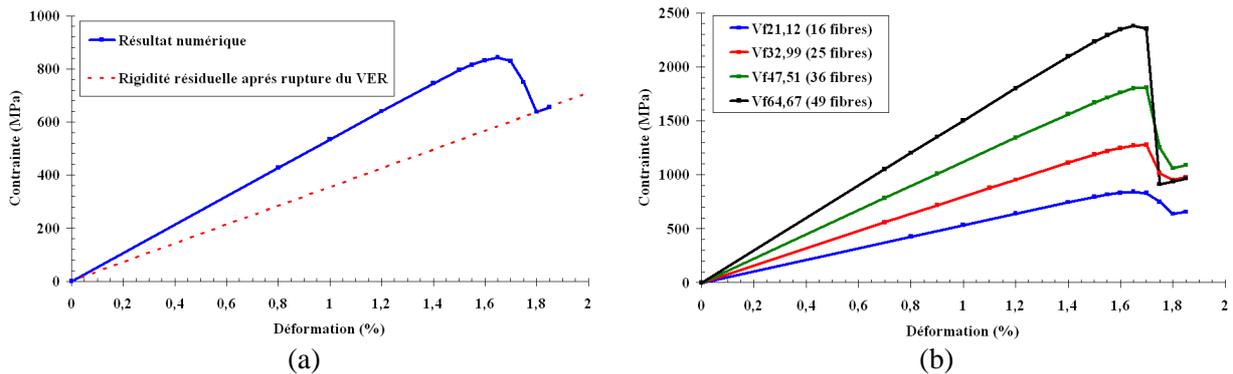


Figure VI.24 - (a) Identification de la chute de rigidité du VER, (b) Niveau de chute de la rigidité pour chaque fraction volumique

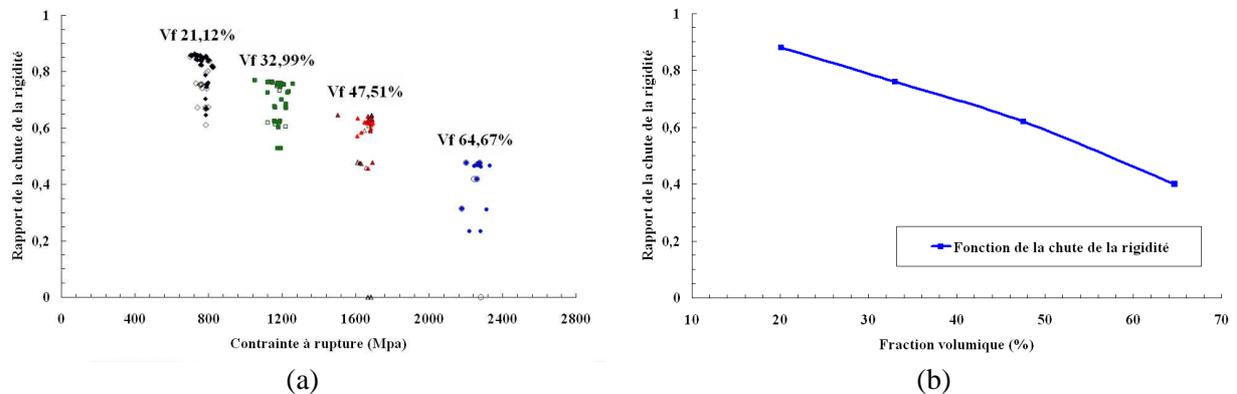


Figure VI.25 - (a) Rapport entre chute de rigidité et variation de fractions volumiques du VER, (b) Courbe chute de rigidité fonction de la fraction volumique

VI.4.4 Processus du calcul

A l'échelle macroscopique sur l'éprouvette laboratoire, le processus du calcul est le même que précédemment et comporte deux étapes principales : (i) tirages des paramètres d'entrée aléatoires et (ii) étape de calcul par la méthode des éléments finis. Nous allons décrire ces deux étapes.

▪ Première étape

Le niveau de variation de la fraction volumique, (évoqué dans la partie précédente), amène l'augmentation du nombre de tirages (5 tirages au total). La Figure VI.26 présente la procédure permettant d'obtenir la contrainte à rupture des différents éléments et la rigidité de l'éprouvette de laboratoire après rupture de ces éléments.

Contrairement à l'échelle microscopique, nous avons introduit ici des variations de fraction volumique à deux niveaux. Le premier tirage correspond à la fraction volumique globale « $VEV_{f, globale}$ » où la taille de l'élément statistique est égale à $(15,984 \times 2,16 \text{ mm}^2)$ avec une longueur de 24 mm, (qui est du même ordre de grandeur que la taille de l'échantillon analysé par pyrolyse). Pour cette raison, le premier tirage est obtenu par lissage d'une loi normale sur les résultats de la méthode de pyrolyse. Cette loi a été présentée au chapitre III, où μ et σ^2 sont respectivement égaux à 58,69 et 2,96.

Le deuxième tirage concerne la fraction volumique au niveau local. A ce niveau, deux tailles de maillage sont examinées pour étudier l'effet du changement d'échelle. L'une est égale à la taille du VER, l'autre est égale à la taille du VER_{296} , soit respectivement 35520 et 120 éléments pour chaque $VEV_{f, globale}$. La fonction probabiliste du deuxième tirage, utilisée pour la variation de $V_{f, locale}$, est également une loi normale, (équation (VI.12)). Dans cette loi normale, la valeur moyenne μ est égale à la valeur du tirage de $V_{f, globale}$ et la variance (σ^2) est obtenue par l'équation (VI.13), qui prend en compte l'effet de taille du VER.

Après avoir obtenu la $V_{f, locale}$, la fraction volumique locale associée avec le troisième et quatrième tirage été utilisée pour obtenir les paramètres m et σ_0 et construire la fonction probabiliste de Weibull. Le cinquième tirage sera fait avec cette fonction pour obtenir la contrainte à rupture statistique de chaque élément. La chute de module de chaque élément est ainsi reliée à la $V_{f, locale}$.

▪ Deuxième étape

Nous effectuons le calcul par élément finis sur le maillage de l'éprouvette. Chaque élément comporte sa propre $V_{f, locale}$ et a donc un comportement particulier dépendant de la $V_{f, locale}$. Les conditions aux limites correspondent à l'essai de traction imposé sur l'éprouvette. Le détail de ces conditions est présenté sur la Figure VI.27.

La déformation moyenne a été imposée et incrémentée dans le sens longitudinal. Comme montré dans l'étape II, (Figure VI.28), les éléments critiques se rompent au fur et à mesure à chaque incrément de déformation moyenne, si leur propre contrainte à rupture est atteinte. Avec chaque incrément, nous déterminons la contrainte moyenne (Σ_{11}) et le module d'élasticité longitudinal (E_I) de l'éprouvette. Nous avons remarqué, que les ruptures des éléments commencent au début de manière aléatoire, puis quand la charge est suffisamment grande, les ruptures des éléments se localisent. Ces ruptures amènent une chute brutale du module de l'éprouvette et la formation d'un plan de clivage comme dans le calcul à l'échelle microscopique. Ce mécanisme de rupture de l'éprouvette, qui utilise le VER et le VER_{296} , est présenté dans l'Annexe B. Plusieurs calculs, avec multi-tirages différents, sont ensuite effectués afin d'obtenir la distribution de contrainte à rupture de l'éprouvette composite unidirectionnelle.

VI. Critère de la rupture des fibres : approche probabiliste

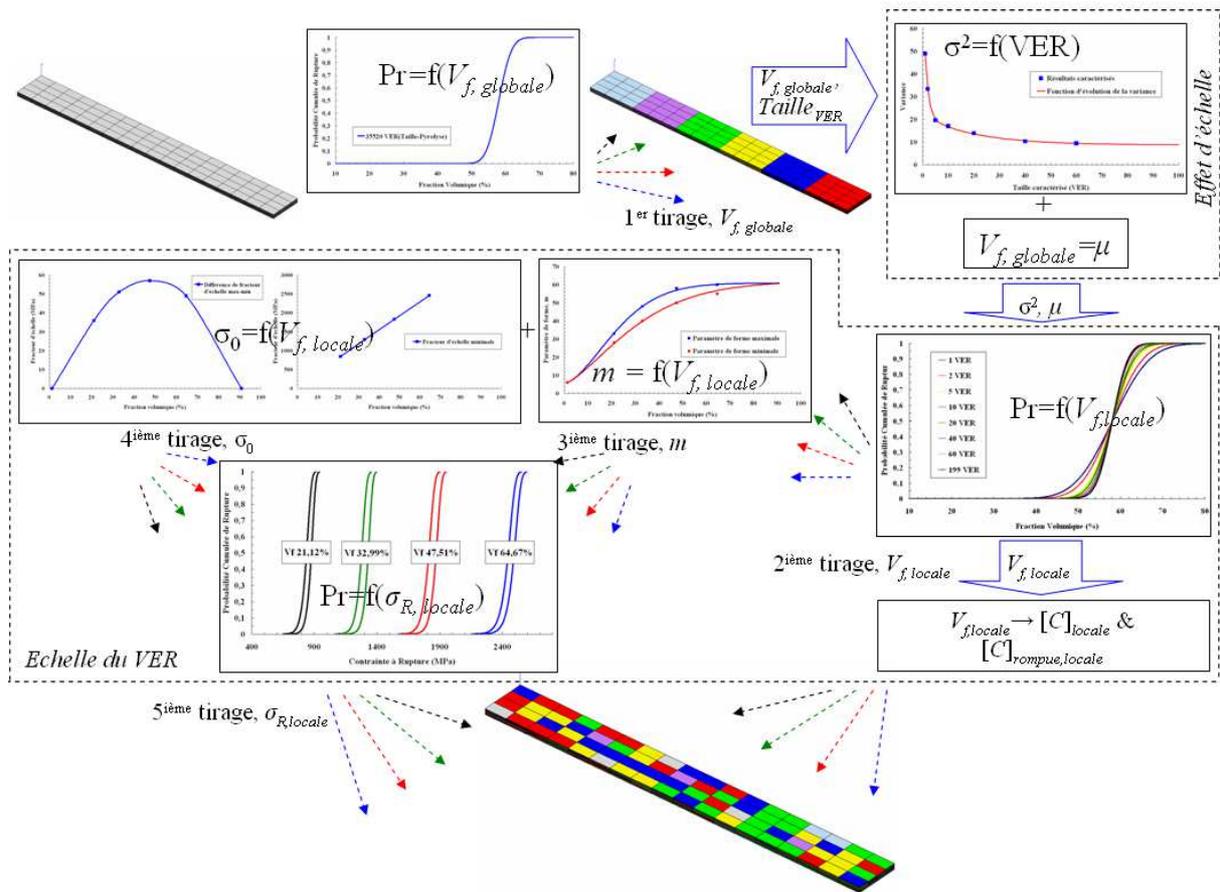


Figure VI.26 - Procédé de génération des contraintes à rupture et des $V_{f, locale}$ à l'étape I

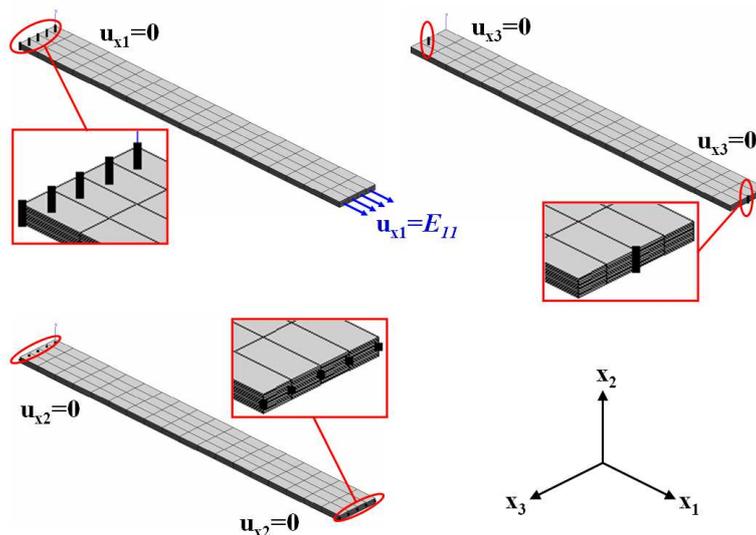


Figure VI.27 - Conditions aux limites

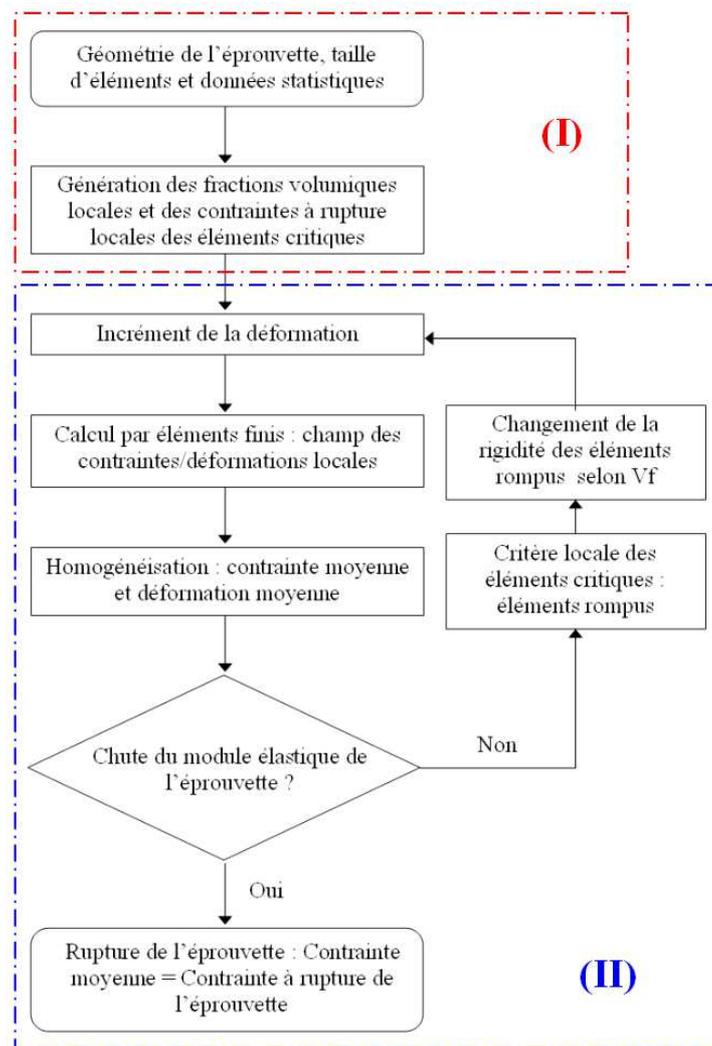


Figure VI.28 - Algorithme du calcul par EF finis pour l'échelle macroscopique aux étapes I et II

VI.4.5 Résultats numériques et validation du critère

Afin d'apprécier au niveau du calcul structural de l'effet du changement d'échelle du VER, des calculs jusqu'à rupture de l'éprouvette de traction ont été effectués en faisant varier la taille du maillage. L'un a des éléments de même taille que le VER, l'autre a des éléments de la taille du VER₂₉₆. La figure VI.29 et le tableau VI.5 présentent les résultats numériques avec ces deux tailles pour le même tirage de $V_{f, globale}$. Ces résultats montrent une faible influence de la taille du VER à la fois pour le module d'élasticité longitudinal (E_l) et pour la contrainte à rupture ($< 2,0\%$ pour les deux cas). C'est pour cette raison que nous utiliserons par la suite, la taille VER₂₉₆ pour le calcul de la structure du réservoir.

De plus on peut constater numériquement pour le chargement en statique, que la dispersion de la contrainte à rupture est due majoritairement à la variation de la $V_{f, globale}$ et non pas à la dispersion des défauts le long de la fibre. En conséquence on peut donc dire qu'une faible dispersion de la contrainte à rupture peut être obtenue si la variation de la fraction volumique sur l'ensemble de la structure étudiée est bien prise en compte.

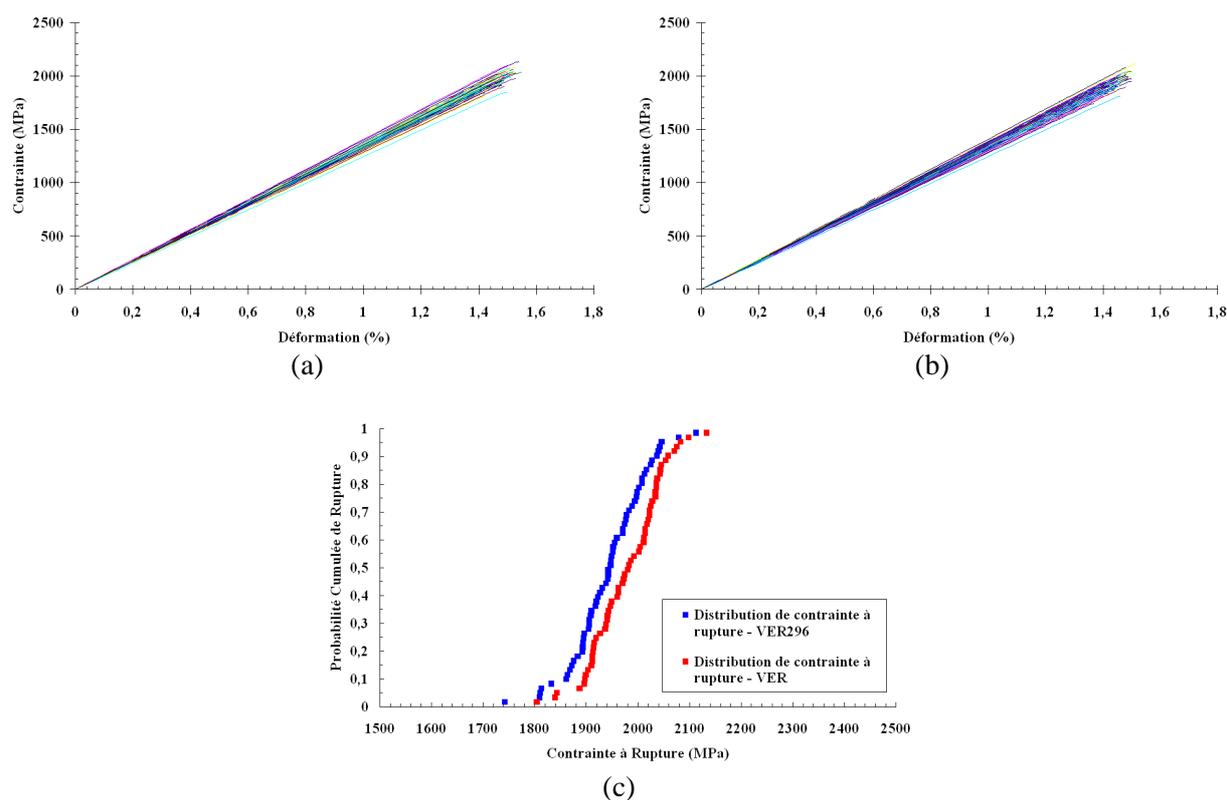


Figure VI.29 - Résultats numériques avec deux tailles d'éléments: (a) VER (30 calculs) ; (b) VER₂₉₆ (30 calculs) ; (c) probabilité de contrainte à rupture pour les deux tailles d'éléments

Simulations & Essais	Contrainte à rupture en MPa
Simulation avec la taille de VER	1978,66 (67,66)
Simulations avec la taille de VER ₂₉₆	1943,15 (70,92)
Essais expérimentaux	2104,22 (210,78)

Tableau VI.5 - Bilans des valeurs moyennes des résultats, (et écart type entre parenthèses)

Après avoir étudié l'influence de la taille du VER, nous avons fait la comparaison entre le critère probabiliste du VER₂₉₆ et les résultats expérimentaux sur l'éprouvette composite unidirectionnelle présentée dans le chapitre 3. La figure VI.30 montre que la variation des modules numériques est en accord avec les résultats expérimentaux, (Figure VI.30(a)), tandis que la contrainte à rupture numérique reste sous-estimée par rapport aux résultats expérimentaux, (Figure VI.30(b)).

Cet écart, peut provenir du procédé de fabrication déjà mentionné dans le chapitre III. Nous remarquons des zones d'ondulation des mèches de fibres sur les plaques testées, que notre modèle ne prend pas en compte. Cependant, ce phénomène est moins présent lors de la fabrication des réservoirs car chaque mèche est maintenue sous tension durant la fabrication.

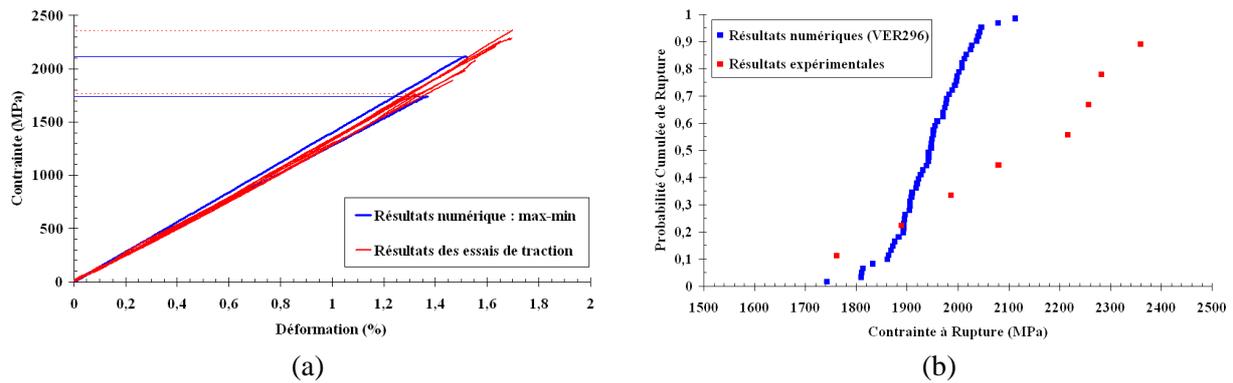


Figure VI.30 - Validation du modèle probabiliste avec les résultats expérimentaux : (a) courbe de traction jusqu'à rupture (b) distribution de la contrainte à rupture

VI.5 Effets de la température

Afin de prédire la contrainte à rupture du composite aux températures de -40°C et de 85°C le processus numérique précédent sera répété à chaque température étudiée. Notons qu'à ces températures, les propriétés des fibres restent inchangées, mais le comportement de la matrice et les propriétés à l'interface fibre/matrice sont fortement influencées par les variations de viscosité de la matrice. Ces changements du comportement de la résine époxy ont été pris en compte numériquement, lors du calcul multiéchelle, avec l'utilisation des bases de données pour chaque température.

VI.5.1 Identification du comportement de la résine

Le comportement de la résine pure et de la résine au sein du matériau composite ne sont pas tout à fait identiques. La méthode inverse a été proposée pour identifier le comportement de la résine à partir de l'essai sur éprouvette laboratoire, soumise à la température. Nous avons choisi d'identifier le comportement de la résine au sein du matériau composite à partir du module de cisaillement dans le plan (G_{12}), car ce module est le plus sensible au changement de température. En supposant le comportement de la fibre indépendant de la température, (propriétés au tableau VI.3), le bilan du comportement identifié du module d'Young de la résine, aux différentes températures, est présenté dans le tableau VI.6.

Résine époxy			
T ($^{\circ}\text{C}$)	-40	25	85
E (GPa)	4,17 (+19%)	3,5	0,38 (-89%)

Tableau VI.6 - Variation du module d'élasticité de la résine en fonction de la température, (entre parenthèses, pourcentage par rapport à la valeur à 25°C)

Comme indiqué au §III.3.3.1, la chute de comportement du composite à 85°C est causée par l'ondulation des fibres, (Figure III.15). Nous essayons de prendre en compte ce phénomène en modifiant le module d'élasticité longitudinal E_l à l'aide de la loi des mélanges (Tableau VI.7). En conséquence, le comportement homogénéisé du composite, à chaque fraction volumique doit être

VI. Critère de la rupture des fibres : approche probabiliste

également recalculé à chaque température. Nous avons 3 séries de comportements pour le composite : à -40°C, 85°C et 85°C avec la modification du comportement des fibres.

Fibres de carbone modifiées pour 85°C	
E ₁ (GPa)	198,106
E ₂ (GPa)	13,463
E ₃ (GPa)	13,463
v ₁₂	0,35
v ₁₃	0,35
v ₂₃	0,38
G ₁₂ (GPa)	65,089
G ₁₃ (GPa)	65,089
G ₂₃ (GPa)	4,878

Tableau VI.7 - Comportement modifié de la fibre pour prendre en compte l'effet d'ondulation à 85°C

VI.5.2 Prise en compte de l'effet température dans le modèle multiéchelle

Le comportement de matrice ou/et de fibre ayant été modifié, tous les calculs par élément finis à l'échelle microscopique pour chaque température étudiée doivent être refaits. Le calcul intégral prend énormément de temps. Afin de réduire ce temps du calcul, nous avons supposé que les changements de comportements dus aux températures, donnent le même rapport de chute de contrainte à rupture pour chaque tirage donné à deux températures distinctes. Pour cette raison, un tirage de référence, qui donne la rupture proche de la moyenne de distribution des contraintes à rupture, (ensemble de 30 calculs pour la température à 25°C), a été sélectionné à la température de 25°C pour chaque $V_{f,locale}$. La figure VI.31 monte le rapport de chute de contrainte à rupture en fonction de $V_{f,locale}$. L'équation (VI.15) et le Tableau VI.8 présentent leur lissage et les paramètres du lissage. Notons que l'expression (VI.15) a été utilisée pour calculer les ruptures de VER, respectivement à -40°C et 85°C.

$$\frac{\sigma_{R@T^{\circ}C}}{\sigma_{R@25^{\circ}C}} = Ae^{\left(\frac{-V_f}{t}\right)} + c \quad (VI.15)$$

T	85°C	85°C avec le comportement de fibre modifié	-40°C
A	-0,39	-0,37	0,06
t	13,01	15,31	19,83
c	0,95	0,94	1

Tableau VI.8 - Bilan des paramètres associés à l'équation (VI.15)

Pour le calcul à échelle macroscopique, l'effet de la température a été introduit sur le cinquième tirage, (voir Figure VI.26). La contrainte à rupture associée à chaque élément est calculée selon la température à l'aide de l'équation (VI.15), avec les paramètres associés, (Tableau VI.8). Les comportements du VER ont également été re-caractérisés en fonction de la température. La fonction de chute de la rigidité utilisée est celle des calculs à 25°C, présentée précédemment.

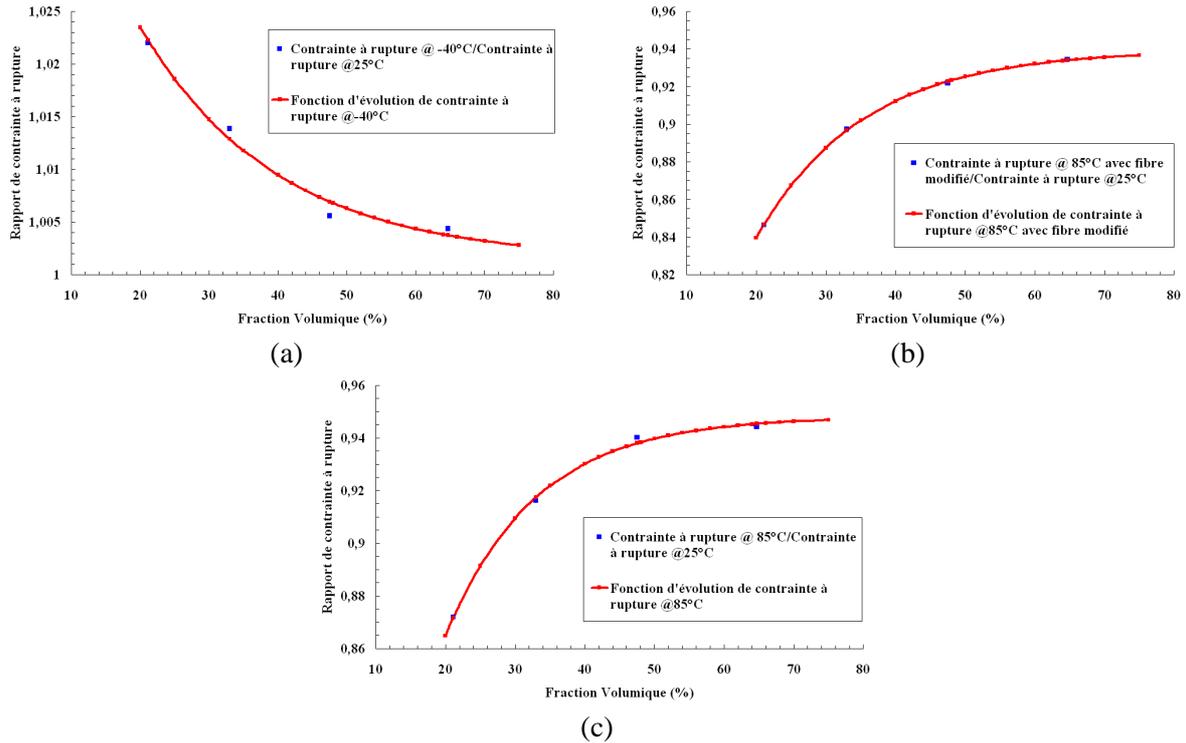


Figure VI.31 - Evolution de la contrainte à rupture, avec la température, en fonction de la fraction volumique : (a) à -40°C (b) à 85°C et (c) à 85°C avec fibre modifiée

VI.5.3 Résultats numérique et validation de la prise en compte de l'effet la température

Comme nous l'avons présenté auparavant, au §III.3.2.2.1, la variation de température peut influencer sur la cinétique de rupture des fibres. Nous avons tracé numériquement le nombre d'éléments rompus à l'échelle microscopique en fonction de $V_{f, locale}$, à différentes températures. Nous trouvons la même tendance, d'augmentation de rupture des fibres, numériquement et expérimentalement, (Figure VI.32).

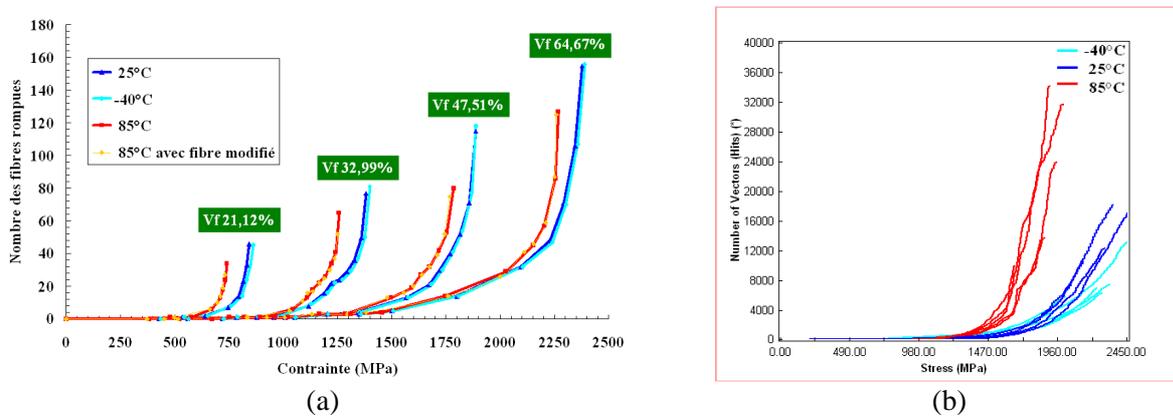


Figure VI.32 - (a) Evolution des éléments rompus avec la variation de la fraction volumique (b) évolution des fibres rompues obtenue par signaux acoustiques

VI. Critère de la rupture des fibres : approche probabiliste

A chaque température pour l'éprouvette de laboratoire, 60 calculs par éléments finis avec la taille de maillage du VER₂₉₆, ont été effectués. Les comparaisons des résultats numériques et expérimentaux, (min-max), sont présentées sur la Figure VI.33. Le Tableau VI.9 présente la valeur moyenne de la contrainte à rupture et son écart type. A 85°C les calculs numériques traduisent assez bien les résultats expérimentaux pour la contrainte à rupture du composite unidirectionnel, si on a pris en compte l'effet de l'ondulation. Par contre à -40°C, ils sous-estiment la contrainte à rupture du composite unidirectionnel. Les résultats numériques à -40°C sont proches de ceux effectués à 25°C, car le comportement de la résine est très peu différent. Les résultats expérimentaux à -40°C sont peu dispersés, car seulement 3 essais ont été effectués à 40°C, (contre 8 et 6 essais respectivement à 25°C et 85°C, en raison de la disponibilité matière). A -40°C pour le module d'élasticité, les résultats expérimentaux sont cohérents avec les résultats numériques. A 85°C, les calculs numériques avec la modification du comportement de fibre dû à l'ondulation, sont en bon accord avec les résultats expérimentaux. Cet effet d'ondulation n'est pas observé pour le réservoir.

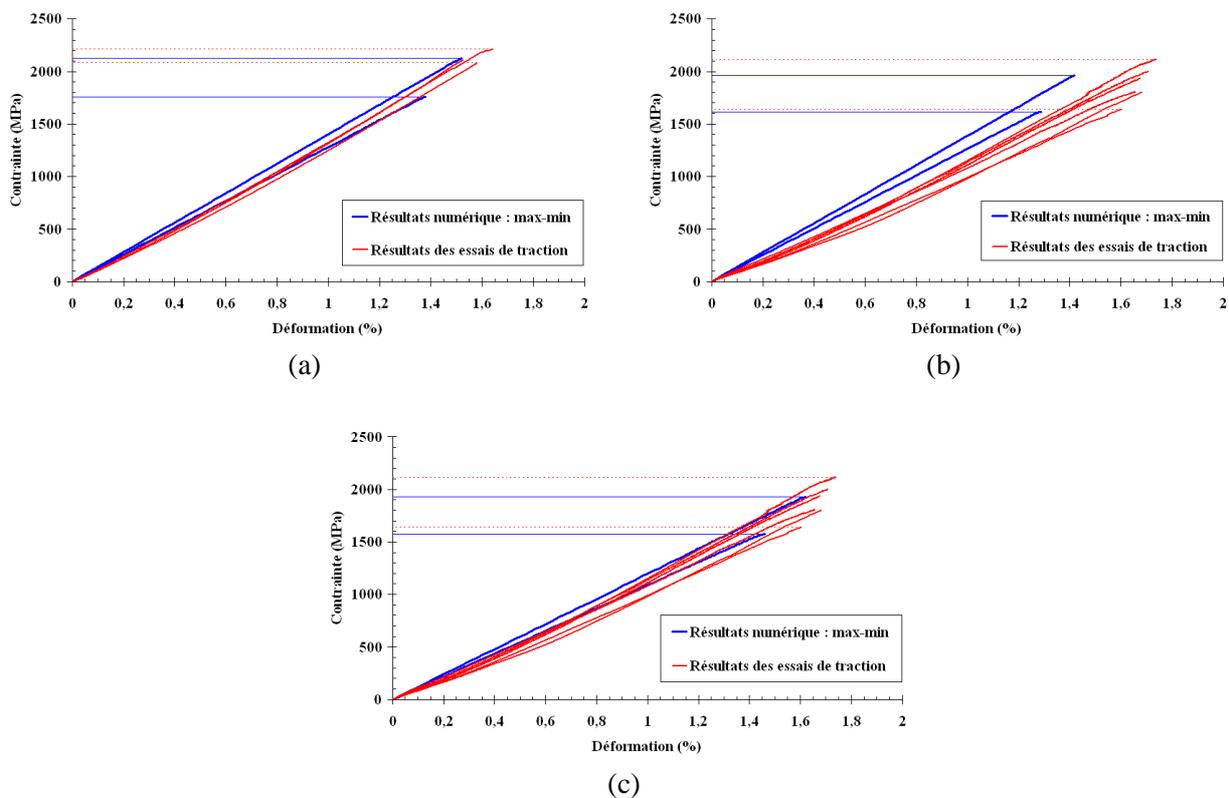


Figure VI.33 - Prise en compte de l'effet de température, comparaison résultats numériques et expérimentaux : (a) à -40°C (b) à 85°C et (c) à 85°C avec fibre modifiée

	-40°C	85°C	85°C avec fibre modifiée
Simulations : VER ₂₉₆	1954,39(71,28)	1819,09(67,79)	1790,29(69,05)
Essais expérimentaux	2134,76 (69,31)	1880,92 (168,69)	

Tableau VI.9 - Bilan des contraintes moyennes à rupture, (écart type entre parenthèses)

Chapitre VII

Simulation numérique du réservoir composite

Ce chapitre présente la simulation numérique du réservoir composite en introduisant les dégradations du matériau au sein du réservoir composite. Les techniques d'homogénéisation sont employées afin de caractériser des comportements homogènes ou identifier des dégradations dues aux endommagements des couches composites du réservoir.

Sommaire

- VII.1 Introduction**
 - VII.2 Architecture du composite et géométrie du dôme**
 - VII.3 Maillage et conditions aux limites du réservoir**
 - VII.4 Comportement des composites**
 - VII.5 Modèles d'endommagement**
 - II.5.1 Partie composite
 - II.5.1.1 Rupture des fibres
 - II.5.1.2 Fissuration des plis
 - II.5.1.3 Délaminage
 - II.5.2 Embase-liner
 - II.5.2.1 Plastification de l'embase
 - II.5.2.3 Décohésion à l'interface embase-liner
 - VII.6 Résultats numériques**
 - II.6.1 Calcul d'éclatement du réservoir
 - II.6.2 Effet de la température
 - VII.7 Effet des jeux : analyse des jeux dans le dôme**
 - VII.8 Critère probabiliste vs déterministe (Hashin)**
-

VII.1 Introduction

Ce chapitre présente la simulation numérique de la mise en pression du réservoir à l'aide de calcul par élément finis. La prédiction des déformations globales sur l'ensemble du réservoir ainsi que la pression d'éclatement étaient les objectifs principaux de cette étude numérique. Plusieurs résultats issus des chapitres précédents ont été envisagés dans ce chapitre. Le calcul d'éclatement par éléments finis du réservoir a été effectué couplé avec plusieurs modèles d'endommagement : (i) le critère d'amorçage du délaminage aux interfaces des plis composites, (ii) la dégradation par fissuration transverses, (iii) la dégradation selon un modèle probabiliste de rupture des fibres, (iv) le critère de décollement à l'interface embase-liner et (v) le modèle de la plasticité de l'embase. L'évolution angulaire des couches composites selon le procédé d'enroulement filamentaire dans le dôme a également été prise en compte. Ensuite les résultats numériques obtenus sur réservoir ont été comparés avec les résultats expérimentaux présentés dans le chapitre V. De plus, nous avons mis en évidence numériquement le phénomène non linéaire au début de mis en pression du à des défauts de fabrication du réservoir créant des jeux dans la zone du dôme. Le travail présenté dans ce chapitre est suffisamment générique pour que les outils numériques mis en place puissent être appliqués pour d'autres réservoirs quel que soit leur architecture composite.

VII.2 Architecture du composite et géométrie du dôme

L'architecture des renforts composites et en particulier l'angle d'enroulement au niveau de la coque, est un paramètre important quant à la tenue mécanique des réservoirs en composite. D'après des travaux précédents [Rousseau, 1997], [Wild et Vickers, 1997], [Parnas et Katirci, 2002] et [Onder et al., 2009], un angle d'environ 55° (calculs issus de modèles analytiques « netting analysis ») apparaît comme un angle optimisé pour le réservoir contenant uniquement des couches hélicoïdales. Certaines études parlent davantage d'angle $\pm\theta^\circ$, car l'enroulement filamentaire induit des couches hélicoïdales entrecroisées entre elles. Cependant l'architecture d'un réservoir composite (type III ou IV) se compose généralement de couches hélicoïdales mais aussi circonférentielles, les couches circonférentielles ayant pour intérêt de compacter les couches hélicoïdales sur le cylindre. La séquence d'empilement classique contenant des couches circonférentielles et hélicoïdales est plutôt du type $(90^\circ, \theta^\circ)$ avec θ , l'angle hélicoïdale $\sim 20^\circ$ par rapport à l'axe du réservoir [Velosa et al., 2007]. Néanmoins, cet angle hélicoïdal (θ°) peut varier avec l'ensemble de plusieurs paramètres comme le nombre et l'épaisseur des couches ou l'ordre des couches selon les objectifs d'optimisation préconisés. Son [Son et al., 2012] ont utilisé dans leurs travaux de simulation de réservoir de type III, une séquence d'empilement du type $(90^\circ, \theta^\circ)$ avec θ pouvant varier de 13° à 80° , le détail de l'architecture tout comme le motif des couches restant confidentiels. Dans notre cas, nous allons utiliser une architecture composite basée sur l'expérience du CEA, également du type $(90^\circ, \theta^\circ)$: $(20^\circ_3, 90^\circ, 22^\circ_3, 90^\circ, 28^\circ_3, 90^\circ, 40^\circ, 56^\circ_3, 90^\circ, 62^\circ_3, 90^\circ_5)$ dont les épaisseurs de couches ont déjà été détaillées dans le Tableau II.3.

Selon la procédé d'enroulement filamentaire, l'arrivée des couches au niveau du dôme suit une trajectoire géodésique. Elle consiste à enrouler des filaments en passant par la distance la plus courte entre deux points pour assurer la stabilité de la structure. Il n'y a ni glissement ni flexion entre les fibres, le liner ayant l'avantage de minimiser l'effet du cisaillement. Le frottement entre les fibres et le liner est supposé nul selon cette trajectoire [Fukunaga et Uemura, 1983], [Kabir, 2000], [Liang et al., 2002], [Vafaeseefat et Khani, 2007] et [Vafaeseefat, 2009]. La Figure VII.1 présente la trajectoire de l'enroulement géodésique comparé avec celle de l'enroulement plan, méthode simple mais qui risque de provoquer l'instabilité de la structure. L'angle d'enroulement selon la trajectoire géodésique évolue dans le dôme selon la loi de Clairaut. En absence de glissement et de coefficient de frottement nul ($\lambda=0$), cette loi peut être décrite par une équation plus simple (VII.1), α correspondant à l'angle local des fibres, r et r_0 représentant respectivement le rayon local et final. Les fibres arrivent sur le dôme avec un angle α_c et le rayon initial r_c puis elles évoluent à travers le dôme pour se retrouver à 90° avec un rayon r_0 au point de retour (Figure VII.2).

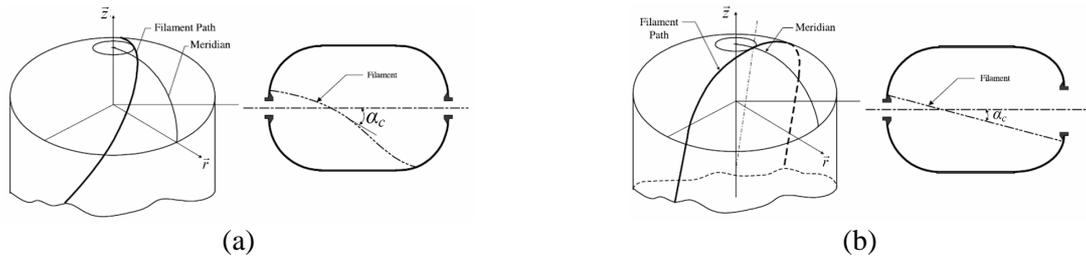


Figure VII.1 - Types d'enroulement : (a) géodésique (b) enroulement plan [Liang et al., 2002]

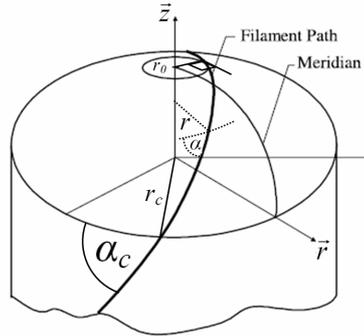


Figure VII.2 - Détail de l'enroulement géodésique

$$\sin \alpha = \frac{r_0}{r} \quad (\text{VII.1})$$

De même, les épaisseurs d'enroulement ont également été évaluées. En se basant sur l'hypothèse d'un nombre de fibres constant au cours de l'enroulement filamentaire (ou de volume constant), l'épaisseur est calculée mais aboutit à une épaisseur infinie au point d'arrêt sur le dôme. Récemment, Wang [Wang et al., 2010] ont proposé une formulation prenant en compte la largeur de bande d'enroulement résolvant ainsi ce problème d'épaisseur infini. Cette proposition permet d'obtenir des épaisseurs très proches des épaisseurs réelles sur réservoir. Cette idée a été reprise par SYMME partenaire du projet OSIRHYS IV, pour évaluer le profil des géométries au niveau de la coque composite du réservoir. Ces données géométriques en format numérique ont été introduites dans notre code de calcul ZéBuLon. La Figure VII.3 présente la géométrie du dôme évaluée par le programme SYMME (Figure VII.3a) puis sa version maillée par le logiciel EF ZéBuLon (Figure VII.3b).

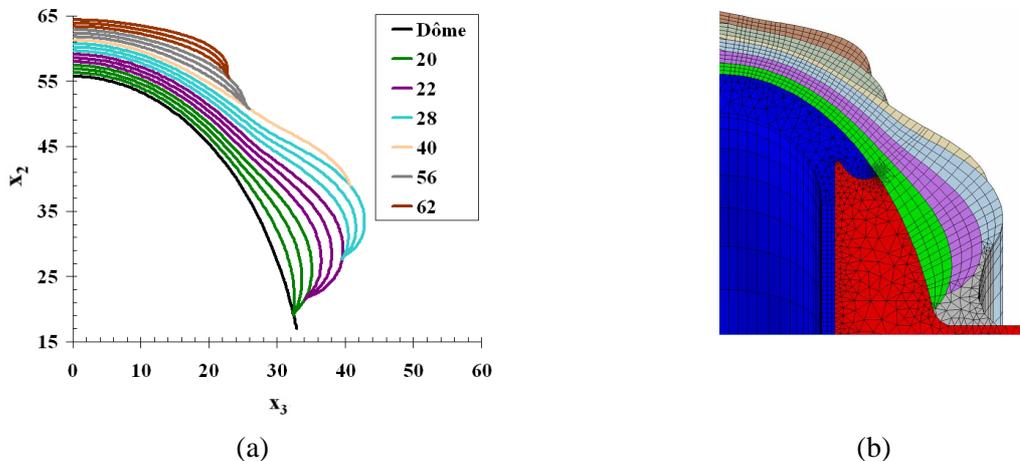


Figure VII.3 - Géométrie du dôme : (a) profil obtenu par le programme SYMME (b) version maillée

VII.3 Maillage et conditions aux limites du réservoir

Selon les géométries présentées sur les Figures II.7, II.8 et le Tableau II.3 associées au programme SYMME (Figure VII.3), le réservoir complet a été maillé à l'aide du module Z-master du code de calcul Zébulon (Figure VII.4). Les éléments 3D volumiques sont mixtes associant des cubes et des tétraèdres. Entre eux les éléments sont définis de sorte à avoir des interfaces parfaites. Notons que nous avons choisi un maillage 3D volumique pour notre approche probabiliste car la rupture aléatoire des éléments les plus critiques rend dissymétrique l'ensemble de la structure.

Pour introduire l'approche probabiliste dans la simulation, la taille des éléments dans les couches à 90° sera fixée proche de la taille du VER₂₉₆. Tandis que dans le sens axial du réservoir, on considère un élément statistique qui occupe toute la longueur du réservoir $VEV_{f, globale}$, perpendiculaire à la direction de bobinage des couches à 90° (Figure VII.5).

Afin de réaliser une mise en pression similaire à celle du réservoir réel, les conditions aux limites pour la simulation sont présentées sur la Figure VII.6.

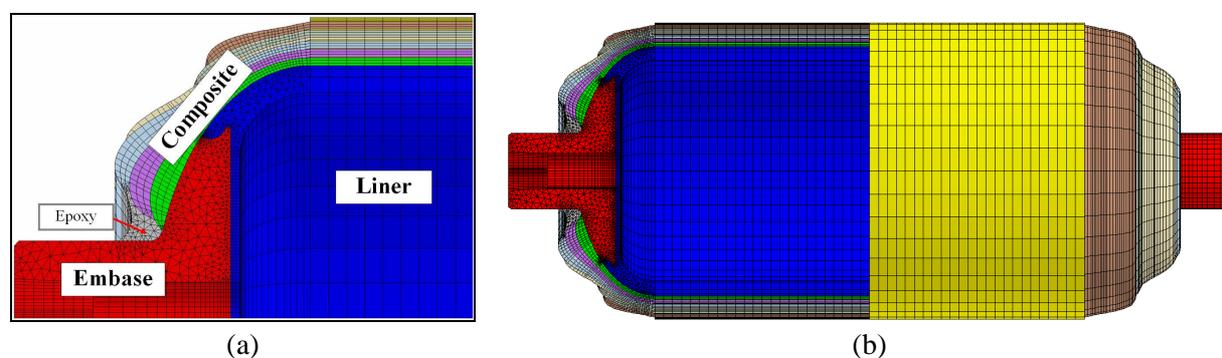


Figure VII.4 - Maillage du réservoir complet

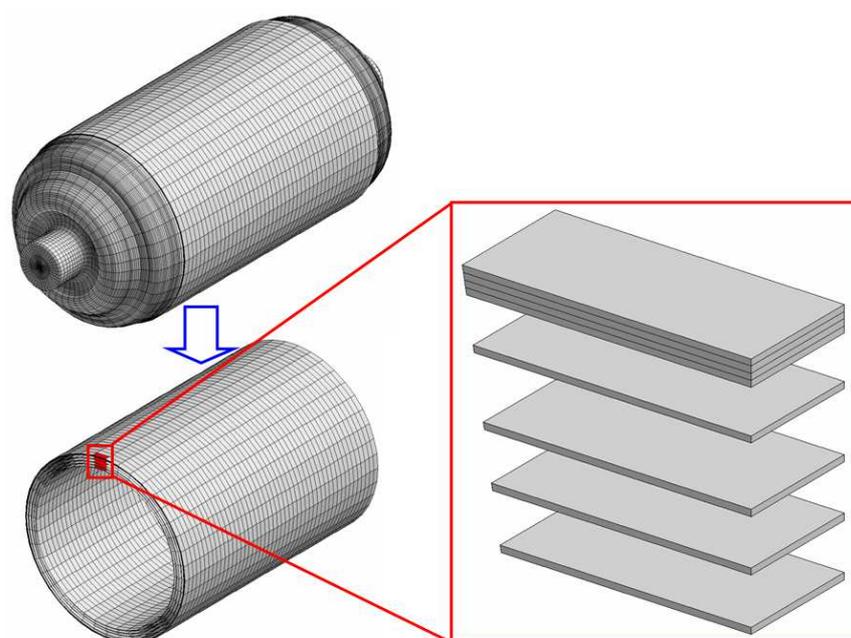


Figure VII.5 - Eléments critiques pour introduire l'approche probabiliste

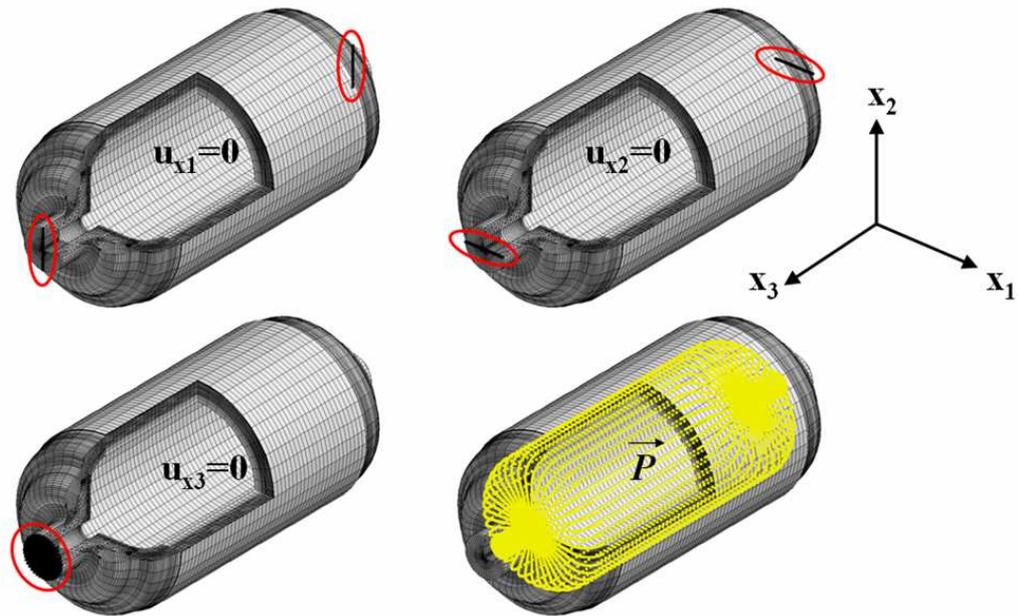


Figure VII.6 - Conditions aux limites

VII.4 Comportement des composites

Concernant la coque composite du réservoir, nous pouvons distinguer deux familles, l'une étant composée des couches circonférentielles (90°) qui se comportent comme un composite unidirectionnel, l'autre composée des couches hélicoïdales ($20^\circ_3, 22^\circ_3, 28^\circ_3, 40^\circ_3, 56^\circ_3$ et 62°_3) qui représentent la partie entrecroisée du composite stratifié. Pour les couches circonférentielles, le calcul couplé à l'état endommagé en dehors de la rupture des fibres dont l'approche demeure probabiliste, se fait par l'introduction directe du comportement endommagé caractérisé expérimentalement. Les caractéristiques sont résumées dans le Tableau III.4. Pour l'approche probabiliste, la procédure numérique est identique à celle de l'éprouvette de laboratoire (§.VI.5.1) selon laquelle le comportement des éléments des couches est déterminés en fonction des fractions volumiques locales.

Pour les couches hélicoïdales, en raison de l'enroulement filamentaire, chaque couche est le fruit d'un bobinage entrecroisé répété de manière périodique. C'est la raison pour laquelle, la détermination de leur comportement homogène équivalent a été fait par homogénéisation périodique, méthode présentée au §.6.4.4. La cellule élémentaire représentative de base contient deux plis plus/moins, présentée sur la Figure VII.7(a). La Figure VII.7b présente les résultats numériques sur six calculs pour déterminer la matrice de rigidité homogène équivalente.

Nous avons trouvé que les comportements homogènes obtenus par cette méthode sont très proches ($\text{error}_{\max} < 5,4 \%$) du comportement du composite en dehors de ses axes principaux en l'absence des parties de couplage ($C'_{16}, C'_{26}, C'_{36}$ et C'_{45}) obtenue analytiquement par l'équation (VII.2) [Bathelot, 2012]. La comparaison des résultats est présentée dans le Tableau VII.1. Pour faciliter l'implémentation dans le code du calcul, nous avons décidé d'utiliser une formulation analytique afin de calculer les comportements homogènes équivalents. Enfin, le repère local dû à la géométrie du réservoir a été pris en compte également dans le code de calcul ZéBuLon (Annexe C et D).

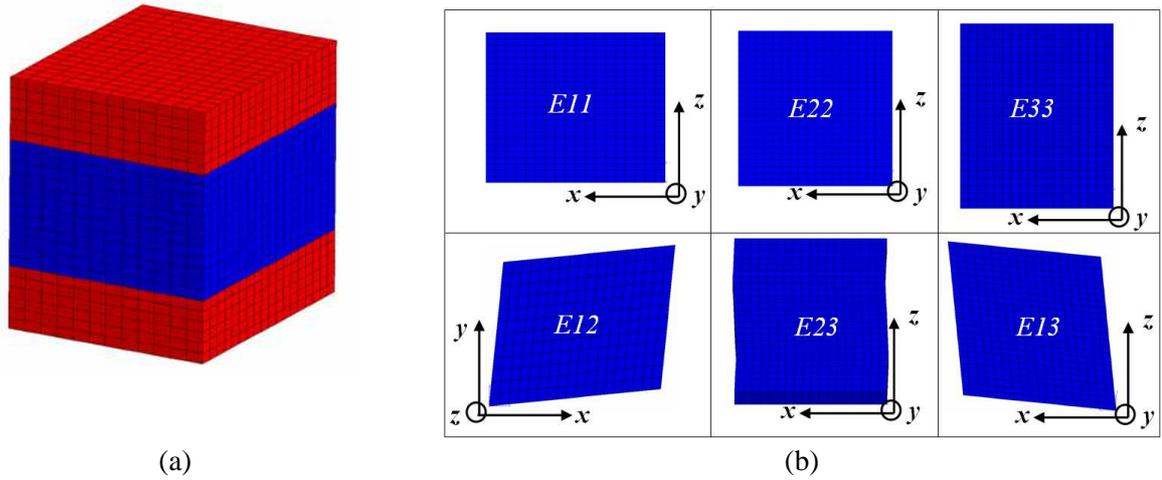


Figure VII.7 - (a) Cellule élémentaire de base représentative du comportement homogène du composite entrecroisé (b) Déformations moyennes associées aux 6 problèmes à traiter

$$\tilde{\tilde{C}}' = \tilde{\tilde{T}}_\varepsilon^t \tilde{\tilde{C}} \tilde{\tilde{T}}_\varepsilon \quad (\text{VII.2})$$

$$\text{avec } \tilde{\tilde{C}} = \begin{bmatrix} C_{11} & C_{12} & C_{13} & 0 & 0 & 0 \\ C_{12} & C_{22} & C_{23} & 0 & 0 & 0 \\ C_{13} & C_{23} & C_{33} & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & C_{44} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & C_{55} & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & C_{66} \end{bmatrix}, \quad \tilde{\tilde{C}}' = \begin{bmatrix} C'_{11} & C'_{12} & C'_{13} & 0 & 0 & C'_{16} \\ C'_{12} & C'_{22} & C'_{23} & 0 & 0 & C'_{26} \\ C'_{13} & C'_{23} & C'_{33} & 0 & 0 & C'_{36} \\ 0 & 0 & 0 & C'_{44} & C'_{45} & 0 \\ 0 & 0 & 0 & C'_{45} & C'_{55} & 0 \\ C'_{16} & C'_{26} & C'_{36} & 0 & 0 & C'_{66} \end{bmatrix} \text{ et}$$

$$\tilde{\tilde{T}}_\varepsilon = \begin{bmatrix} \cos^2 \theta & \sin^2 \theta & 0 & 0 & 0 & \sin \theta \cos \theta \\ \sin^2 \theta & \cos^2 \theta & 0 & 0 & 0 & -\sin \theta \cos \theta \\ 0 & 0 & 1 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & \cos \theta & -\sin \theta & 0 \\ 0 & 0 & 0 & \sin \theta & \cos \theta & 0 \\ -2\sin \theta \cos \theta & 2\sin \theta \cos \theta & 0 & 0 & 0 & \cos^2 \theta - \sin^2 \theta \end{bmatrix}$$

Angle		20	22	28	40	45	56	62	90
Homogénéisation (périodique 3D)	C ₁₁	110510	105458	89118	56036	44022	24211	17518	9729
	C ₂₂	12424	13352	17518	33801	44022	72177	89118	137771
	C ₃₃	9729	9729	9729	9729	9729	9729	9729	9729
	C ₁₂	17185	19247	25334	33734	34630	30458	25334	4902
	C ₂₃	3934	3959	4047	4258	4354	4559	4660	4902
	C ₁₃	4774	4748	4660	4449	4353	4148	4047	3805
	C ₄₄	3096	3124	3224	3495	3633	3969	4159	4696
	C ₅₅	4395	4340	4159	3781	3633	3349	3224	2962
	C ₆₆	16966	19026	25107	33498	34393	30226	25107	4696

Analytique (expression VII.2)	C ₁₁	110510	105458	89118	56036	44022	24211	17518	9729
	C ₂₂	12424	13352	17518	33801	44022	72177	89118	137771
	C ₃₃	9729	9729	9729	9729	9729	9729	9729	9729
	C ₁₂	17185	19247	25334	33734	34630	30458	25334	4902
	C ₂₃	3934	3959	4047	4258	4354	4559	4660	4902
	C ₁₃	4774	4748	4660	4449	4353	4148	4047	3805
	C ₄₄	3165	3205	3344	3678	3829	4154	4314	4696
	C ₅₅	4493	4453	4314	3979	3829	3504	3344	2962
	C ₆₆	16979	19041	25128	33528	34424	30252	25128	4696

Tableau VII.1 - Comparaison entre les résultats d'homogénéisation et la formulation analytique

VII.5 Modèles d'endommagements

Pour prédire au mieux l'éclatement d'un réservoir composite de type IV, plusieurs modes de dégradation au sein du réservoir doivent être pris en compte. Ils ont pour objectif de modéliser chacun des mécanismes physiques et leurs évolutions jusqu'à rupture. Bien que décrits à une échelle mésoscopique, les variables internes associées à ces endommagements témoignent de phénomènes physiques qui s'initient et évoluent à des échelles microscopiques. Nous travaillons ainsi sur cinq modes de dégradation jugés majeurs pour décrire la durée de vie des réservoirs. La rupture des fibres, la fissuration des plis et l'amorçage du délaminage sont ceux de la coque composite. Les deux autres, la liaison de l'interface embase-liner et l'éventuel comportement plastique de l'embase, correspondent directement aux performances d'étanchéité du réservoir. Les lois d'endommagement associées à ces différents dommages sont couplées avec la loi de comportement pour conduire à des calculs dits couplés comportement-endommagement. Ce couplage conduit à une dégradation progressive du matériau et par conséquent de la structure. La rupture dépend aussi des mécanismes mis en jeu et intervient quand les variables d'endommagement atteignent une valeur critique établie expérimentalement. Notons que les contraintes utilisées pour les critères déterministes sont les contraintes locales des comportements associés.

VII.5.1 Partie composite

VII.5.1.1 Rupture des fibres

Pour le réservoir composite bobiné, la rupture des fibres apparaît comme la mode d'endommagement principal de la coque composite et du réservoir. Le composite est destiné à reprendre les efforts selon la direction des fibres quelque soit la séquence d'empilement. Dans cette direction, la rupture est guidée par celle des fibres directement en lien avec leurs défauts de fabrication. C'est pourquoi le comportement des composites unidirectionnel traduit bien celui des plis d'une stratification lorsqu'ils sont sollicités sens fibres. Même si ce mode de dégradation n'intervient qu'au stade ultime de la durée de vie de la structure en composite, sa prédiction reste importante en termes de sécurité. Comme nous l'avons indiqué précédemment, un calcul de type probabiliste a été privilégié pour décrire la rupture des fibres via une distribution aléatoire des défauts le long de la fibre. Nous avons utilisé l'approche probabiliste proposée au chapitre VI afin de simuler au mieux l'éclatement du réservoir. La rupture des fibres est la variable qui va conduire à la rupture du réservoir caractérisée par l'instabilité du calcul. Cette instabilité s'opère avec les reports de charge qui ont lieu autour des fibres rompues. Au stade ultime, ce report ne peut plus être encaissé par le renfort. Nous remarquerons que cette simulation ne prédit uniquement l'éclatement du réservoir que quand il a lieu en mode sain (éclatement dans la virole cylindrique). L'approche probabiliste a été introduite dans les couches à 90°, les seules à contrôler la rupture en mode sain. La Figure VII.8 présente le procédé de mise en place notre modèle probabiliste pour le calcul du réservoir.

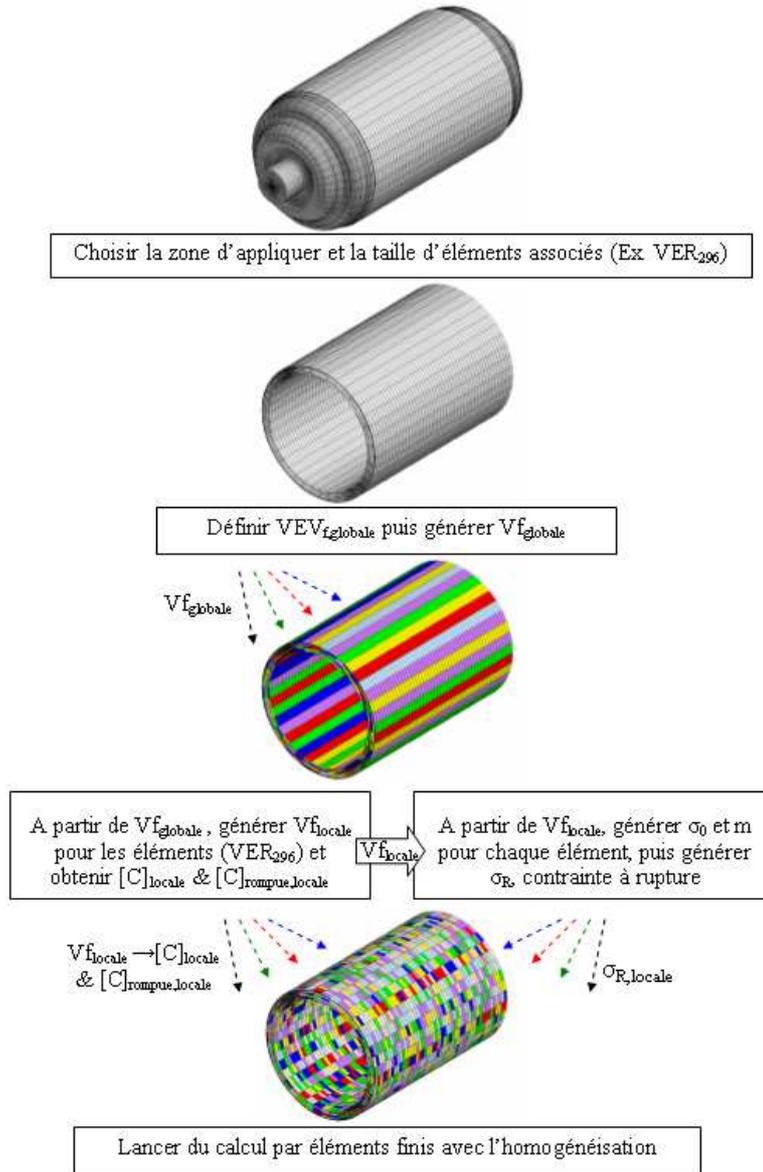


Figure VII.8 - Procédé de mise en place le modèle probabiliste sur le réservoir

Nous allons également utiliser le critère déterministe pour prédire l'éclatement du réservoir afin de comparer les résultats avec ceux du modèle probabiliste. Le critère d'Hashin apparaît comme un bon candidat [Hashin et Rotem, 1973], [Hashin, 1980], [Okutan, 2002] et [Santiuste et al., 2010]. L'intérêt de ce critère est de proposer des modes d'endommagement séparés, basé sur les phénomènes physiques d'endommagement. Les paramètres du critère peuvent être caractérisés expérimentalement. Dans notre cas, nous avons utilisé la seule partie du critère de Hashin traduisant la rupture des fibres en traction (VII.3).

$$\left(\frac{\sigma_{11}}{X_t}\right)^2 + \left(\frac{\sigma_{12}^2 + \sigma_{13}^2}{S_L^2}\right) = 1 \quad (\text{VII.3})$$

Avec X_t et S_L qui correspondent à la contrainte à rupture suivant l'axe longitudinal et transversal en traction respectivement.

VII.5.1.2 Fissuration des plis

Le deuxième mode de dégradation des composites stratifiés, concerne la fissuration des plis. Cet endommagement à lui seul, même quand il atteint sa valeur maximale, ne peut guère conduire à la rupture de la structure puisque la reprise des efforts au sein du composite se fait essentiellement par les fibres. Il pourra par contre servir d'accélérateur aux autres types de dommages.

Afin de prendre en compte ce mode de dégradation, nous avons déterminé le comportement dégradé au stade maximal de fissuration, lié à la saturation des fissures obtenue expérimentalement dans le §.III.3.3.2.2. Les calculs d'homogénéisation périodique ont été utilisés en introduisant la variable d'endommagement, D_f (VI.4) pour construire des courbes de la chute de rigidité due à la fissuration transverse en fonction de cette variable [Renard et al., 1993],[Thionnet et Renard, 1993], [Renard et Thionnet, 2006]et [Thomas, 2011].

$$D_f = \frac{e_f}{L} \quad (\text{VII.4})$$

Avec e_f , l'épaisseur de pli fissuré et L la distance interfissure ou le rapport $1/L$ correspond donc à la densité de fissures. Cette variable D_f devient d'autant mieux utilisable dans un contexte de Mécanique de l'endommagement, dès que la distance interfissure devient homogène. C'est-à-dire que la distance interfissure moyenne est proche de la distance locale. Cette hypothèse est naturellement mise en défaut quand il y a peu de fissures, devient effective lorsque le nombre de fissures devient important. Les cellules élémentaires représentatives de base (VER) contenant les plis à 0° et 90° , se distinguent selon deux familles, l'une représente le matériau vierge sans fissure (Figure VII.9a), les autres représentent les VERs du matériau endommagé contenant une fissure en milieu de maillage (Figure 7.2). Les sept VERs endommagés ont des largeurs variables afin d'obtenir des D_f différents. Les géométries associées à ces VERs sont présentées sur la Figure VII.10 et le Tableau VII.2. Les conditions aux limites des VERs doivent bien traduire celles de l'éprouvette ($0^\circ_2, 90^\circ_2$)_s, à savoir une microstructure périodique dans deux directions (2D). D'après le schéma de la Figure VII.10, les bords des VERs sur les plans xz et yz, ont des conditions aux limites périodiques tandis que les bords restent libres dans le plan xy. Nous remarquons que l'axe x est parallèle aux fibres des plis à 0° et perpendiculaires aux fibres des plis à 90° . L'axe y est quant à lui parallèle aux fibres des plis à 90° .

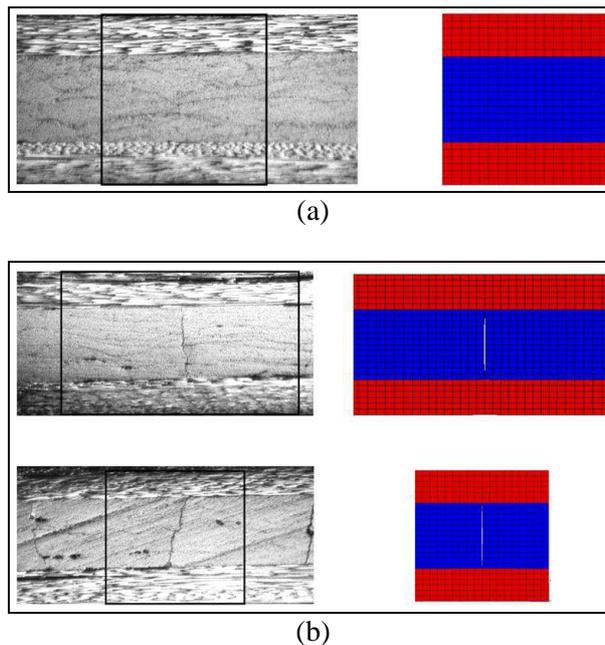


Figure VII.9 - Cellules élémentaires représentatives des états vierge (a) et fissurés (b)

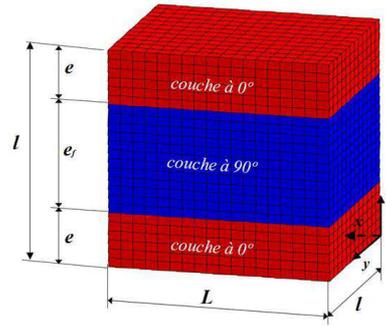


Figure VII.10 - Géométrie du VER

D_f	0 (sans fissure)	0,05	0,075	0,1	0,2	0,5	1	2
L	$\infty (l)$	$20 e_f$	$13.33 e_f$	$10 e_f$	$5 e_f$	$2 e_f$	e_f	$0.5 e_f$
e_f	$2 e$	$2 e$	$2 e$	$2 e$	$2 e$	$2 e$	$2 e$	$2 e$
e	$l/4$	$l/4$	$l/4$	$l/4$	$l/4$	$l/4$	$l/4$	$l/4$

Tableau VII.2 - Bilan des géométries du VERs

Selon ces conditions de périodicité 2D, on pouvait se placer sous l'hypothèse des contraintes planes dans la direction z, conduisant à σ_{33} , σ_{23} et σ_{13} nuls. Une matrice de rigidité réduite peut alors être introduite sous la forme suivante :

$$\begin{bmatrix} \sigma_{11} \\ \sigma_{22} \\ \tau_{12} \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} Q_{11} & Q_{12} & 0 \\ Q_{12} & Q_{22} & 0 \\ 0 & 0 & Q_{66} \end{bmatrix} \begin{bmatrix} \varepsilon_{11} \\ \varepsilon_{22} \\ \gamma_{12} \end{bmatrix} \text{ avec } Q_{ij} = C_{ij} - \frac{C_{i3}C_{j3}}{C_{33}} \quad i, j = 1, 2, 6 \quad (\text{VII.5})$$

$$\varepsilon_{33} = -\frac{1}{C_{33}}(C_{13}\varepsilon_{11} + C_{23}\varepsilon_{22}) \quad (\text{VII.6})$$

$$Q_{11} = \frac{E_{11}}{1 - \nu_{12}^2 \frac{E_{22}}{E_{11}}}, Q_{22} = \frac{E_{22}}{1 - \nu_{12}^2 \frac{E_{22}}{E_{11}}} = \frac{E_{22}}{E_{11}} Q_{11}, Q_{12} = \frac{\nu_{12} E_{11}}{1 - \nu_{12}^2 \frac{E_{22}}{E_{11}}} = \nu_{12} Q_{22} \text{ et } Q_{66} = G_{12} \quad (\text{VII.7})$$

Trois calculs par VER ont été réalisés. Le comportement du pli unidirectionnel (Tableau III.4) est introduit dans celui du pli à 0° et à 90° moyennant rotation à 90°. Pour chaque calcul, nous avons imposé une déformation moyenne constante (\tilde{E}) dans la direction correspondant à celle du coefficient recherché et nulle partout ailleurs (Figure VII.11). La Figure VII.12 présente les champs de contrainte pour le VER fissuré. Les coefficients de la matrice de rigidité réduite \tilde{Q} des plis endommagés (plis à 90°) sont déterminés numériquement à l'aide de la technique d'homogénéisation. Les évolutions des coefficients de rigidité du matériau endommagé (noté Q_d) normalisés par les coefficients du matériau vierge (noté Q_0) en fonction de la variable d'endommagement sont présentées dans Figure VII.13.

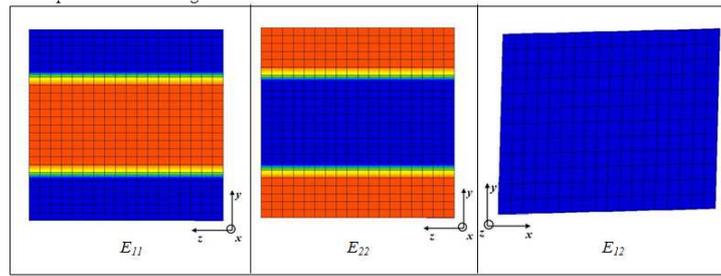


Figure VII.11 - Déformations moyennes associées aux 3 problèmes à simuler

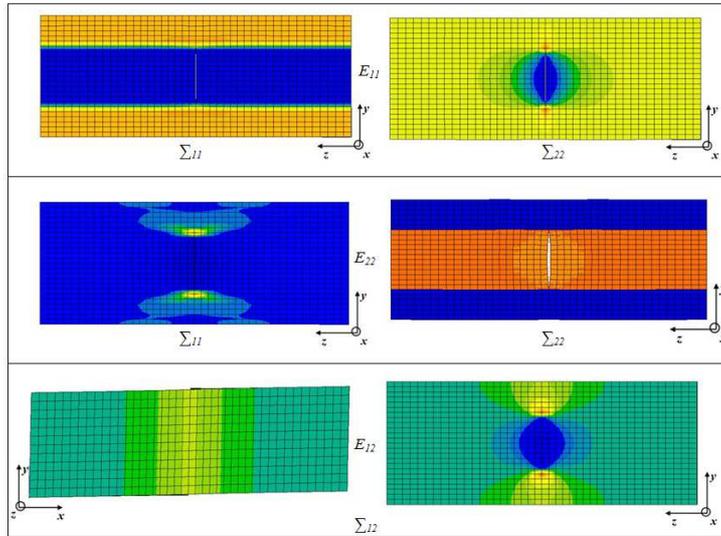


Figure VII.12 - Champs de contrainte associés à chaque problème

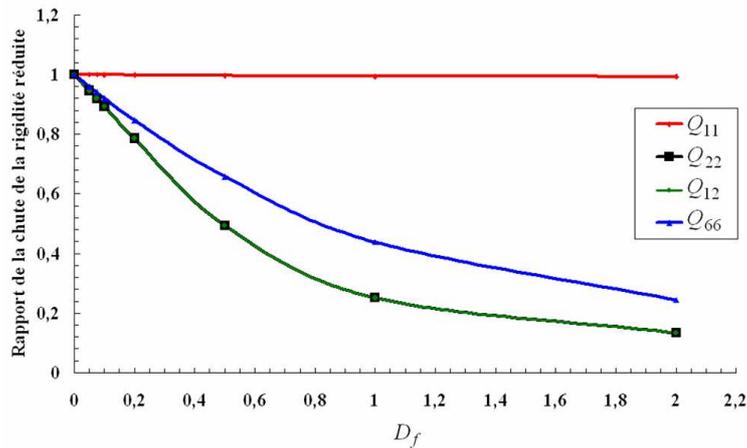


Figure VII.13 - Chute des coefficients de la matrice de rigidité réduite en fonction de la variable d'endommagement, D_f

A partir des courbes de chute de rigidité (Figure VII.13), on obtient le comportement dégradé par la fissuration des plis. Comme nous l'avons indiqué auparavant, nous nous sommes placés au stade où la fissuration atteint sa saturation pour une densité égale à 0,833 (Figure III.19). L'épaisseur du pli à 90° étant de 1 mm, le D_f de 0,833 en découle. Les coefficients de rigidité réduits pour cette valeur de D_f sont résumés dans le Tableau VII.3. Les coefficients de rigidité \tilde{C} sont éventuellement calculés à partir

VII. Simulation numérique du réservoir composite

des équation (VII.6) en conservant C_{13} , C_{23} , C_{33} , C_{44} et C_{55} constants. Dans ce cas, les résultats sont ceux du Tableau VII.4. Ce comportement a été utilisé lors des calculs de réservoir moyennant trois hypothèses : les fissures apparaissent dans les couches orienté entre 45° et 90° puisque ce type d'endommagement est privilégié dans les plis les plus désorientés par rapport aux contraintes principales. Notons que ces hypothèses conduisent à des résultats extrêmes puisque nous nous sommes situés à saturation dans chacune des couches fissurées.

D_f	$Q_{11, chute}$	$Q_{22, chute}$	$Q_{12, chute}$	$Q_{66, chute}$
0,833	0,995	0,332	0,332	0,511

Tableau VII.3 - Bilan des chutes de rigidité réduite normalisées (état saturé/ état vierge)

	Comportement vierge	Comportement dégradé
C_{11}	137771	137049
C_{22}	9729	4224
C_{33}	9729	9729 (const.)
C_{12}	4902	2908
C_{23}	3805	3805 (const.)
C_{13}	4902	4902 (const.)
C_{44}	2962	2962 (const.)
C_{55}	4696	4696 (const.)
C_{66}	4696	2401

Tableau VII.4 - Comportement du pli sain et du pli saturé en fissures

VII.5.1.3 Délaminage

Le délaminage apparait comme un mode d'endommagement critique pour les composites stratifiés croisés. Par contre dans le cas d'un réservoir, la manière d'entrecroiser les plis composites a plutôt tendance à arrêter, voire bloquer le délaminage tout comme nous l'avions déjà constaté sur l'éprouvette plate entrecroisée présentée dans le §III.3.3.2.3. Néanmoins, le délaminage entre couches d'orientations différentes a été étudié car même minime cette dégradation porte vite atteinte à l'étanchéité des différentes liaisons. L'hydrogène peut traverser la coque composite ou la liaison embase-liner via tout site de délaminage comme ce fut le cas du réservoir LSTP-11-26 qui a est fui pendant l'essai de fluage (§.V.2.5). L'amorçage du délaminage se caractérise par une valeur critique au niveau d'un critère que nous nous proposons d'établir expérimentalement pour les matériaux considérés. Notons que nous nous sommes focalisé sur l'amorçage du délaminage. Sa propagation, le phénomène plus complexe à simuler est en dehors de notre étude. Notre choix s'est porté sur le critère d'amorçage par délaminage proposé par Nimdum [Nimdum, 2009].

En général, un critère basé sur une mécanique linéaire de la rupture utilisant un calcul du taux de restitution d'énergie, G , permet d'obtenir des prédictions correctes de la croissance du délaminage. L'état de contraintes local étant multiaxial, une contrainte en mode I si elle est en compression, ne provoque pas à elle seule l'amorçage du délaminage et a de surcroît a un effet de retard sur l'amorçage du délaminage en cisaillement (mode II et mode III). Le critère introduit cette influence locale par l'équation suivante :

$$\frac{\langle \sigma_{33} \rangle^+{}^2}{Y_T^2} + \frac{(\sigma_{13} + k_1 \langle \sigma_{33} \rangle^-)^2}{S_1^2} + \frac{(\sigma_{23} + k_2 \langle \sigma_{33} \rangle^-)^2}{S_2^2} = 1 \quad (\text{VII.8})$$

$$\text{avec } \langle x \rangle^+ = \begin{cases} x & \text{avec } x > 0 \\ 0 & \text{avec } x \leq 0 \end{cases} \quad \text{et } \langle x \rangle^- = \begin{cases} 0 & \text{avec } x > 0 \\ x & \text{avec } x \leq 0 \end{cases}$$

où Y_T est la résistance d'interface en traction (mode I), S_1 et S_2 les résistances d'interface en cisaillement, k_1 et k_2 des coefficients de frottement (traction-compression) du matériau considéré. Le Tableau VII.5 représente l'ensemble des paramètres associés à ce critère.

Y_T	32
$S_1 = S_2$	142
$k_1 = k_2$	0,01

Tableau VII.5 - Paramètres du critère d'amorçage par délaminage [Nimdum, 2009]

VII.5.2 Embase-Liner

VII.5.2.1 Plastification de l'embase

Si on considère l'embase, sa plastification amène une dégradation de l'étanchéité au niveau de la liaison avec le liner, pouvant créer une perte des propriétés mécaniques aux interfaces des différents matériaux. Cette perte conduit à une baisse des propriétés de perméation. Comme nous l'avons présenté auparavant, l'écoulement plastique de l'embase est décrit par un écrouissage cinématique non-linéaire avec un seuil de plasticité caractérisé par le critère de Von Mises. Les paramètres identifiés expérimentalement sont résumés dans le Tableau IV.1 du chapitre précédent.

VII.5.2.2 Décohésion à l'interface embase-liner

Ce dernier mode de dégradation a été pris en compte dans le calcul du réservoir. Le décollement d'interface correspond à une dégradation de l'étanchéité au niveau de la liaison embase-liner. Ce phénomène a été observé sur des réservoirs en service. Cette dégradation peut être due à une perte des propriétés mécaniques aux interfaces des différents matériaux et ainsi conduire à une baisse des propriétés de perméation. Comme nous l'avons mentionné dans la partie expérimentale (§IV.4), le critère de décohésion que nous avons introduit lors des simulations, est basé sur celui de Drucker-Prager que nous avons généralisé (IV.4).

VII.6 Résultats numériques

VII.6.1 Calcul d'éclatement du réservoir

Afin d'assurer la cohérence entre les calculs numériques et le réservoir réel, on a d'abord déterminé la masse de la coque composite, élément essentiel du réservoir. Le calcul par éléments finis a donné le volume de la partie composite ($118,69 \text{ cm}^3$). Compte tenu de la densité du composite évaluée expérimentalement à $1,55 \text{ g/cm}^3$ au chapitre III, on a obtenu la masse de la coque composite. Le Tableau VII.6 présente la comparaison entre la masse obtenue par le maillage numérique et la masse moyenne des réservoirs fabriqués par le CEA.

Concernant les résultats numériques, la Figure VII.13, (a) et (b) présentent la comparaison entre le calcul et l'expérience sur les déplacements dans le sens radial puis axial respectivement. Nous avons obtenu une très bonne corrélation dans le sens radial, même zone perturbée avant l'éclatement où le calcul numérique traduit bien la perte de linéarité. En revanche, le déplacement axial donne deux types d'écart. L'un concerne le non linéarité lors de la mise en pression, l'autre la raideur de la zone linéaire.

Pour la non-linéarité de mise en pression, on suppose qu'elle est due à la présence de jeux au niveau du dôme entre l'embase et le composite et le liner et le composite. Ces jeux peuvent se produire naturellement pendant la phase de polymérisation du réservoir par des dilatations thermiques

VII. Simulation numérique du réservoir composite

différentielles entre les différents matériaux. Sa présence et sa localisation a été confirmée par des observations radiographiques (§.II.2.3.2), mais aussi validée numériquement comme nous avons pu le montrer dans le chapitre VII.7.

Concernant le deuxième écart, plusieurs hypothèses peuvent être faites. La première est due à la difficulté d'obtenir un trajet géodésique dans le dôme au niveau du processus de fabrication, conduisant à un désaccord avec le maillage numérique qui lui se base sur un trajet géodésique. La deuxième hypothèse est due à l'écart entre la fraction volumique au niveau du dôme du réservoir et les plaques composites caractérisées.

Masse de la coque composite	
Maillage numérique	1734 g
Mesure expérimentale	1747 (25,1) g

Tableau VII.6 - Comparaison de la masse de la coque composite

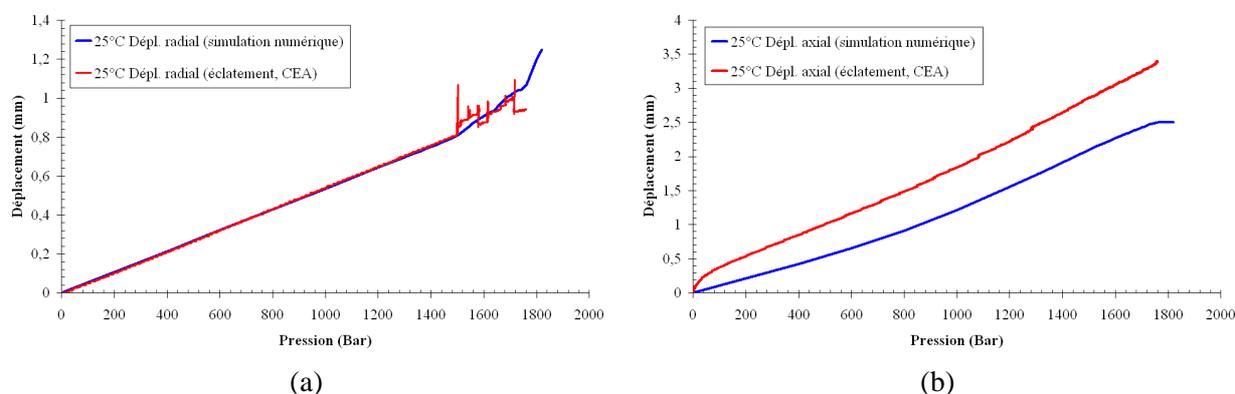


Figure VII.13 - Comparaison des résultats numériques et expérimentaux :
(a) sens radial et (b) sens axial

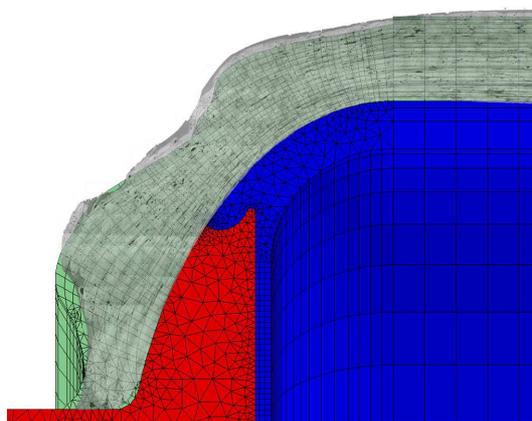


Figure VII.14 - Comparaison du dôme : maillage numérique vs micrographie d'un réservoir

Pour le délaminage, les résultats numériques prédisent son amorçage en fin de dôme, à proximité de l'embase (Figure VII.17). Considéré comme un décollement d'interface, le délaminage augmente la probabilité de fuite du réservoir. Ce constat est celui du réservoir LSTP-11-26 (§.V.2.5) pendant l'essai de fluage à 750 bar dont la fuite confirme l'apparition d'un délaminage dans cette zone (Figure V.16).

Néanmoins, à cause de la limitation de raffinement du maillage à cet endroit, la pression d'amorçage du délaminage ne peut être très précise. Un maillage plus raffiné (2D symétrie) aurait été nécessaire.

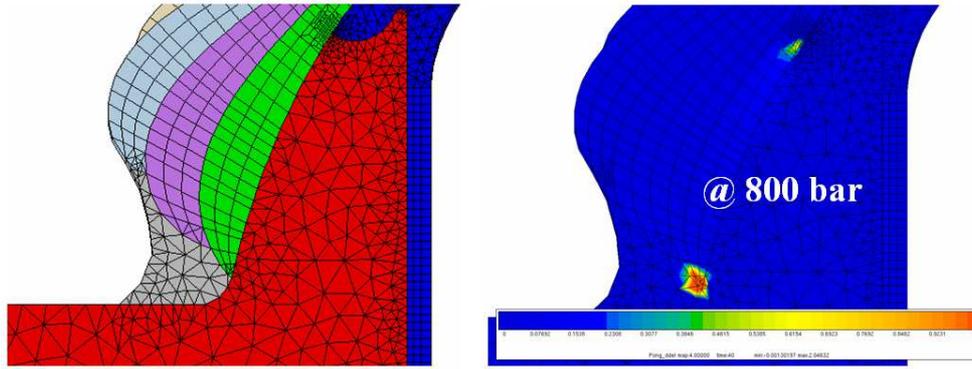


Figure VII.17 - Zone d'amorçage du délaminage

Le deuxième endommagement concerne la plasticité au niveau de l'embase. Elle apparaît pour une pression au-delà de 600 bar. Les zones plastiques (non linéaire) et leurs évolutions sont représentées sur la Figure VII.15. Notons que le comportement plastique de l'embase explique la non-linéarité du déplacement axial, le déplacement radial restant intact. Remarquons que le comportement plastique de l'embase peut devenir inquiétant lors de chargements de fluage et de cyclages. Ces zones plastiques progressent et provoquent l'accélération de l'endommagement dans la coque composite.

Si on regarde ensuite le décollement à l'interface embase-liner, on constate son évolution jusqu'à 1500 bar (zone orange Figure VII.16). Ce décollement s'amorce vers 1020 bar puis progresse vers la courbure d'intersection d'embase-liner. Notons que cette apparition est inférieure à la pression d'épreuve de 1050 bar (norme EN12245 et EIHP II : 1,5 Ps).

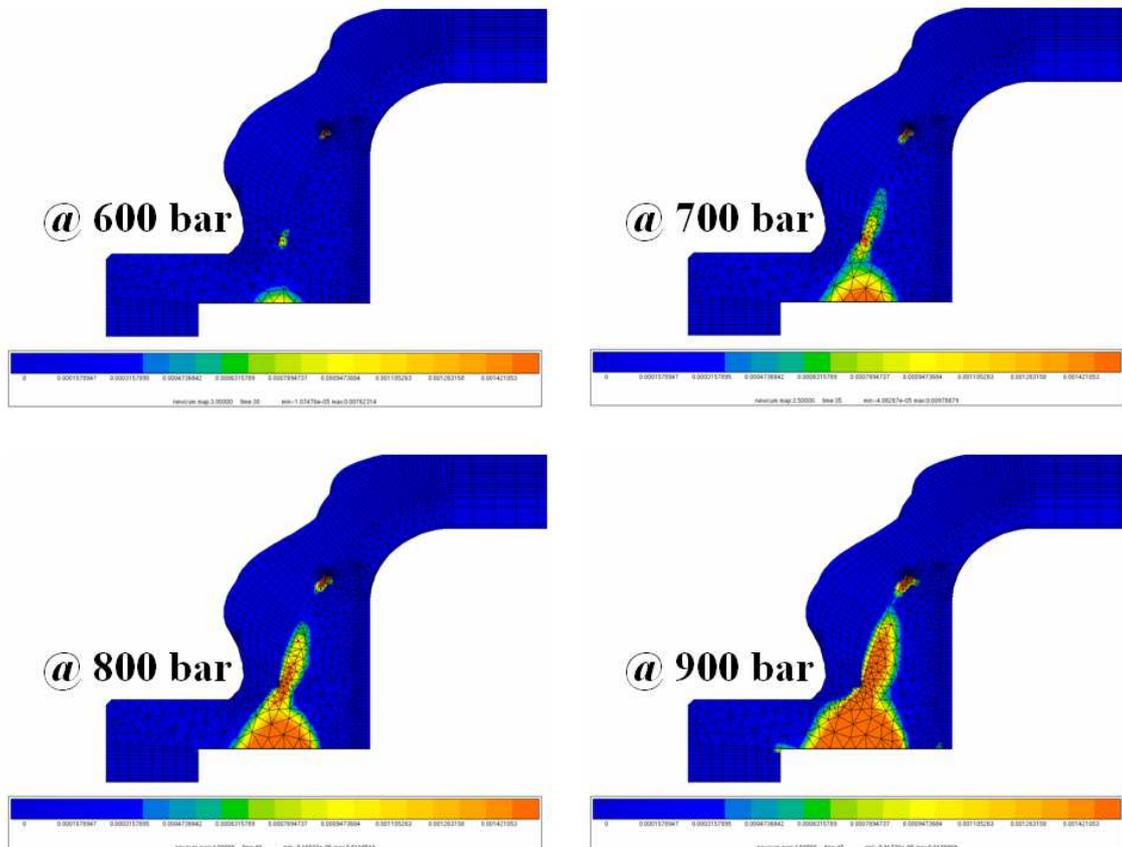


Figure VII.15 - Evolution de la plasticité au sein de l'embase

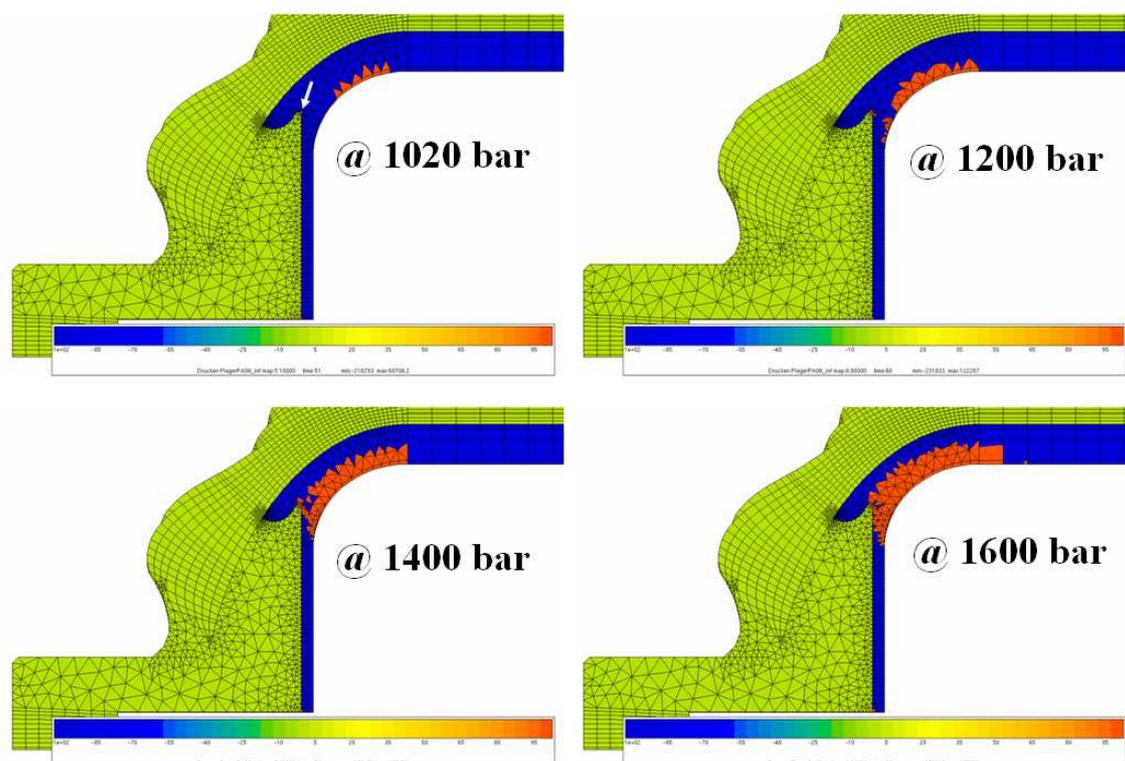


Figure VII.16 - Evolution du décollement à l'interface embase-liner

Au-delà de ces endommagements s'amorce la rupture des fibres selon un processus aléatoire vers 1400 bar. Ces ruptures se localisent au sein de la couche à 90° la plus interne à partir de 1500 bar (Figure VII.17). A ce stade, la dégradation du réservoir est visible sur le déplacement radial, elle correspond au premier signe d'instabilité sur la mesure expérimentale. Par la suite, ce sont les autres couches à 90° qui vont progressivement s'endommager. Cela s'effectue par transfert de charge en partant de l'intérieur du réservoir pour aller vers l'extérieur. Les couches à 90° les plus internes ne pouvant plus supporter la charge, vont reporter la pression en la transférant aux couches à 90° plus à l'extérieur qui à leur tour vont devoir supporter une pression supplémentaire conduisant par ce processus à accélérer la rupture des fibres et donc la rupture des couches. Ce mécanisme sera répété jusqu'à la rupture de la dernière couche à 90° correspondant à une contrainte avoisinant les 1750 bar. A ce stade, la chute du déplacement axial est significative. Les deux embouts de l'embase rentrent alors à l'intérieur du réservoir qui rompt pour une rupture dite « saine » du réservoir, c'est-à-dire dans la partie virole du réservoir. La Figure VII.18 présente l'évolution des contraintes dans un réservoir de huit couches à 90° ainsi que le déplacement radial obtenu numériquement et expérimentalement. L'état de chaque couche à 90° à la rupture du réservoir est présenté sur la Figure VII.19. La localisation des éléments rompus est parallèle à l'axe du réservoir, correspondant bien aux observations lors de l'éclatement réel d'un réservoir (Figure VII.20).

Par ailleurs grâce à notre démarche probabiliste, nous sommes en mesure d'évaluer la dispersion sur le comportement du réservoir et sa pression d'éclatement par le biais de plusieurs calculs moyennant des processus aléatoires différents (Figure VII.21). Cette démarche nous a ainsi conduits à des centaines de calculs. On trouve une pression d'éclatement de 1750,67 bar avec une dispersion très faible de 3,65 bar. Cette pression est très proche de celle obtenue expérimentalement lors d'essais effectués par le CEA (1759,4 bar).

En parallèle, l'utilisation d'un critère déterministe tel que celui de Hashin, donne une pression d'éclatement de 1475,9 bar. Il apparaît clairement que les résultats obtenus par le critère déterministe sont incapables de fournir une bonne prédiction. La comparaison des résultats est présentée dans le Tableau VII.7. Notons que cette mauvaise prédiction obtenue à l'aide d'un critère déterministe dit « commercial », tel le critère de Hashin a été analysée et présentée dans la partie qui suit.

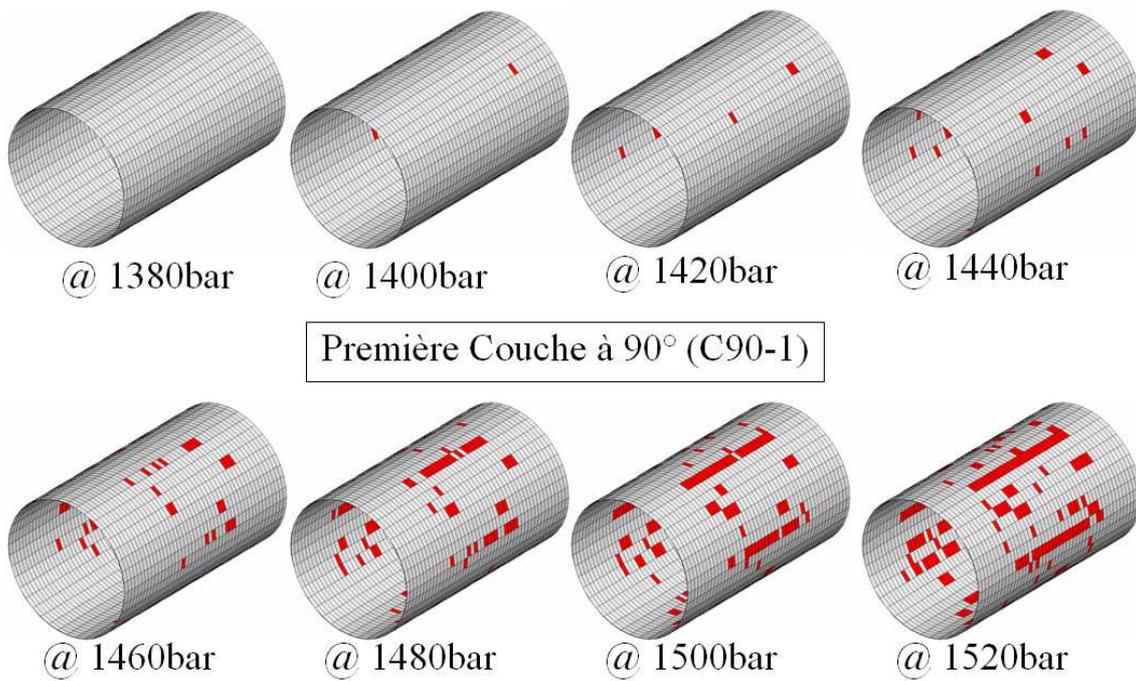


Figure VII.17 - Evolution des éléments rompus dans la première couche à 90° (C90-1)

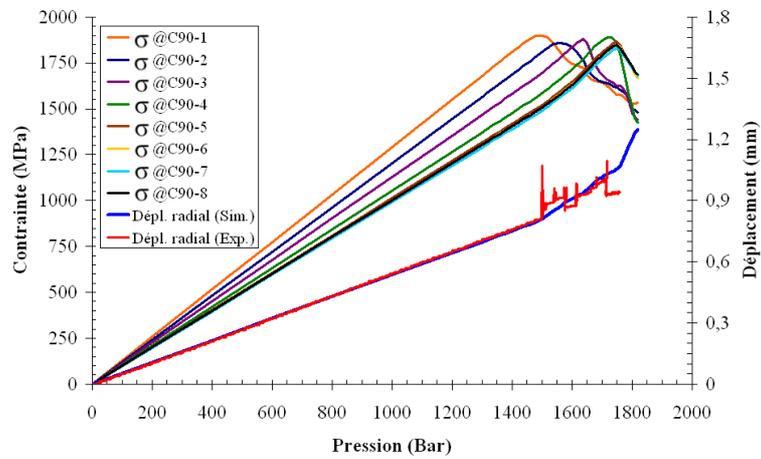


Figure VII.18 - Evolution de contrainte des couches à 90°

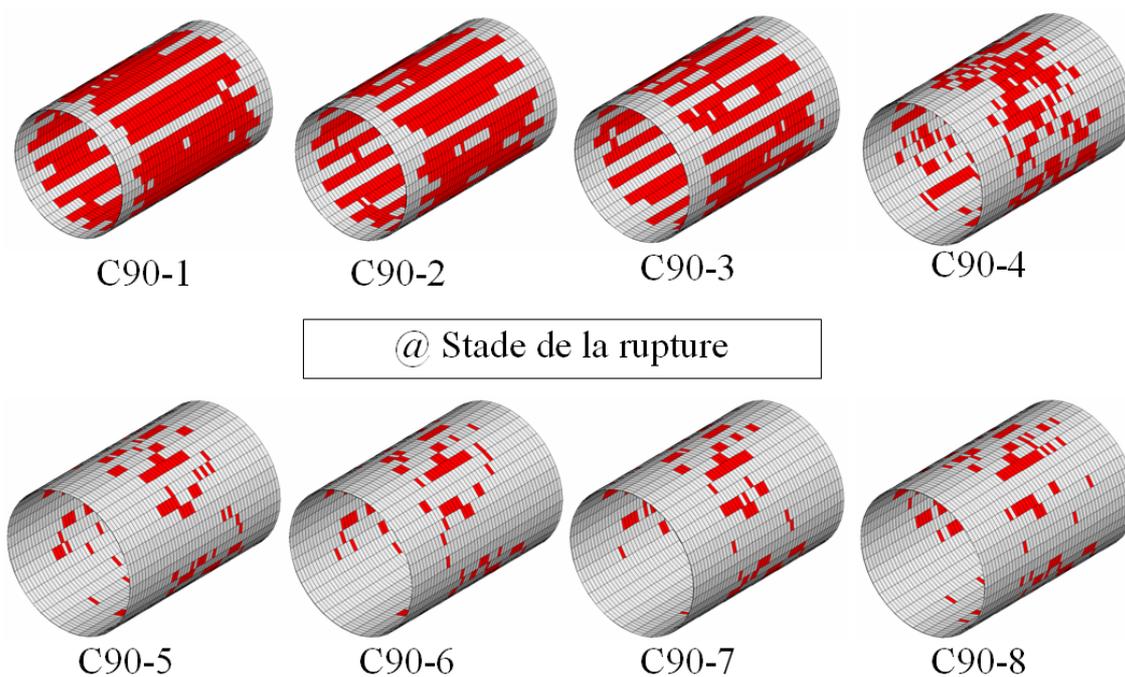


Figure VII.19 - Eléments rompus de chaque couche à 90° au stade de la rupture



Figure VII.20 - Réservoir éclaté et zone d'éclatement

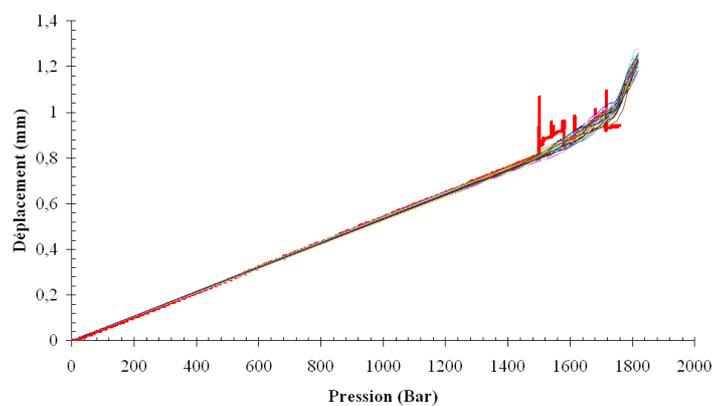


Figure VII.21 - Dispersion numérique sur le comportement et la pression d'éclatement

	Expérimentale (CEA)	Critère Probabiliste	Critère d'Hashin
Pression d'éclatement	1759,4	1750,67 (3,65)	1475,9

Tableau VII.7 - Comparaison entre les pressions d'éclatement

Le dernier mode de dégradation que nous n'avons pas encore mentionné est la fissuration des plis, dite transverse. Plus de trente calculs ont été menés en utilisant le comportement dégradé à saturation, associé à un processus de rupture probabiliste des fibres. L'objectif était d'évaluer d'un point de vue global, l'influence de ce mode de dégradation. Les résultats comparés avec ceux sans prise en compte de la fissuration sont présentés sur la Figure VII.20 et le Tableau VII.8. Notons que dans le cas d'une dégradation des couches à 90° seules, la pression d'éclatement est légèrement plus élevée qu'en l'absence de cette dégradation. Ceci peut s'expliquer par le fait que la diminution du comportement dans le sens transverse, tend à diminuer l'effet de la triaxialité et ainsi diminuer la contrainte dans le sens radial. La pression d'éclatement augmente de l'ordre 10 bar. En revanche, la présence de fissures dans des plis orientés au-delà de 45°, tend à légèrement de diminuer la pression d'éclatement. La perte de rigidité dans sens axial tend à augmenter la contrainte dans sens radial des couches 90°.

Quoiqu'il en soit ce mode de dégradation n'a que peu d'influence sur la durée de vie du réservoir même à son stade ultime. Pour cela, nous négligerons ce mode de dégradation.

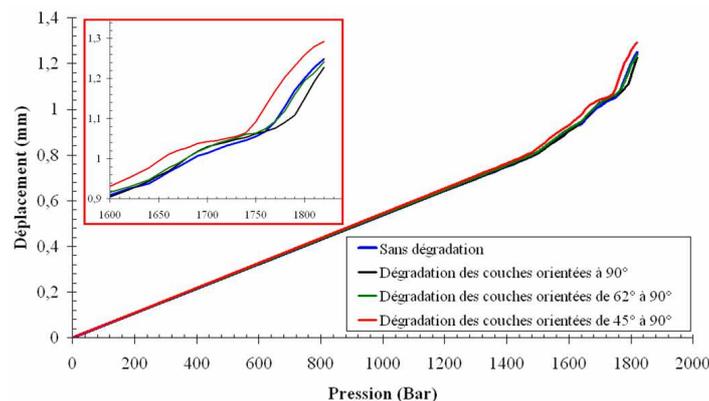


Figure VII.22 - Comparaison des déplacements radiaux des réservoirs dégradés

	Non pas prendre en compte des fissures	Dégradation des couches orientées à 90°	Dégradation des couches orientées de 62 à 90°	Dégradation des couches orientées de 45 à 90°
Pression d'éclatement	1750,67 (3,65)	1762 (4,07)	1749,33 (2,54)	1730 (4,55)

Tableau VII.8 - Comparaison de la pression d'éclatement des réservoirs dégradés

VII.6.2 Effet de la température

Les comportements thermomécaniques du composite et du liner PA6 pour les températures utilisées dans les calculs, ont été identifiés à partir des essais présentés auparavant. Comme déjà souligné, la rupture des fibres est le principal mode d'endommagement pour l'éclatement du réservoir. Pour cette raison, la rupture des fibres est le seul mécanisme qui a été envisagé en température, soit par une approche probabiliste, soit déterministe par le critère de Hashin. Selon ces modèles, les pressions d'éclatement pour les températures de -40°C et 85°C sont résumées dans le Tableau VII.6. Comme

VII. Simulation numérique du réservoir composite

l'essai d'éclatement à -40°C effectué par le CEA a échoué à cause de la trop grande fragilité du liner à cette température, nous n'avons que le résultat d'éclatement à 85°C , essai aussi effectué par le CEA. Par contre pour cet essai, les déplacements axial et radial n'ont pas été enregistrés. Nous avons néanmoins l'enregistrement du déplacement axial récupéré sur l'essai de fluage à 85°C effectué au Centre des matériaux. Le déplacement axial a été enregistré jusqu'à 600 bar, plage sur laquelle seront comparés les résultats numériques.

Tout comme les essais sur éprouvettes unidirectionnelles, la rupture à -40°C est légèrement supérieure à celle obtenue à 25°C tandis que bien inférieure à 85°C . On note qu'à 85° la pression d'éclatement obtenue numériquement est sous-estimée comparée à l'expérience. Si on compare la raideur axiale avec celle à 25°C , on trouve que numériquement la raideur chute énormément avec l'augmentation de température en comparaison avec l'expérience (Figure VII.21). Ce résultat souligne une fois de plus la présence de mèches ondulées dans les plaques fabriquées pour les essais entraînant que le comportement obtenu à 85°C par les essais sur plaques n'est pas totalement représentatif de celui du réservoir.

Types	-40°C	85°C	
Essais (bar)	-	1704	
Modèle d'Hashin (bar)	1576,7	942,89	
Modèle probabiliste (bar)	1844 (5,63)	1435 (5,09)	1427,67 (5,04) fibre modifiée, ch.6

Tableau VII.9 - Pressions d'éclatement simulées vs essais

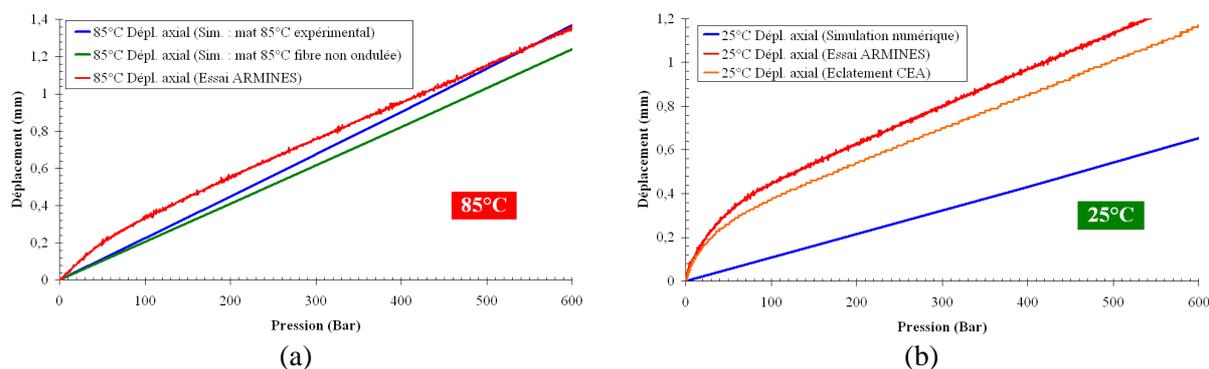


Figure VII.21 - Comparaison des déformations axiales numériques et expérimentales :
(a) à 85°C et (b) à 25°C

VII.7 Effet des jeux : analyse des jeux dans le dôme

Cette partie analyse numériquement le phénomène de non-linéarité constaté sur la déformation axiale lors de la mise en pression. Si on admet que la tenue mécanique des interfaces entre les différents matériaux demeure le point faible, des jeux au niveau du dôme peuvent se produire sous l'effet des dilatations thermiques différentielles entre matériaux (Tableau VII.7) pendant la phase de refroidissement (de 110°C refroidissement à 25°C). Pour valider cette l'hypothèse, des jeux ont numériquement été créés automatiquement pendant la phase de refroidissement (Figure VII.22). Comme la longueur de zone décollée n'est pas obtenue expérimentalement, nous avons simulé différentes longueurs de zones décollées (Figure VII.23). Notons que pour les couches de composites entrecroisées, nous avons utilisé un comportement homogène équivalent (§VII.4), selon une démarche identique à celle utilisée pour déterminer les coefficients de dilatation thermique équivalents du composite.

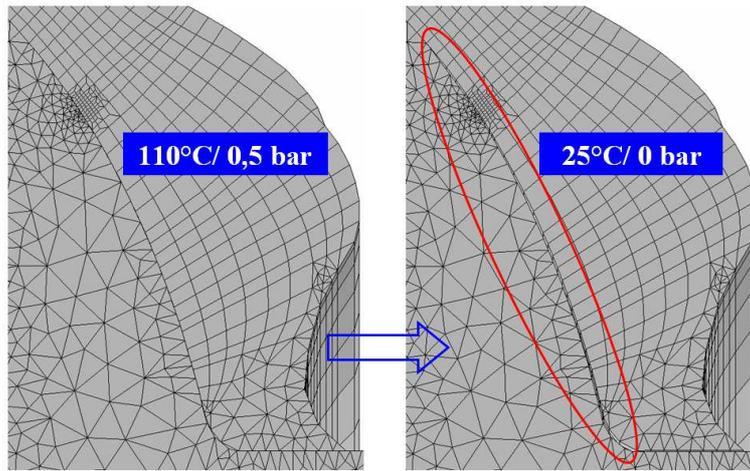


Figure VII.22 - Démonstration de l'existence de jeux dans la zone du dôme en raison de la phase de refroidissement de 100°C à 25°C

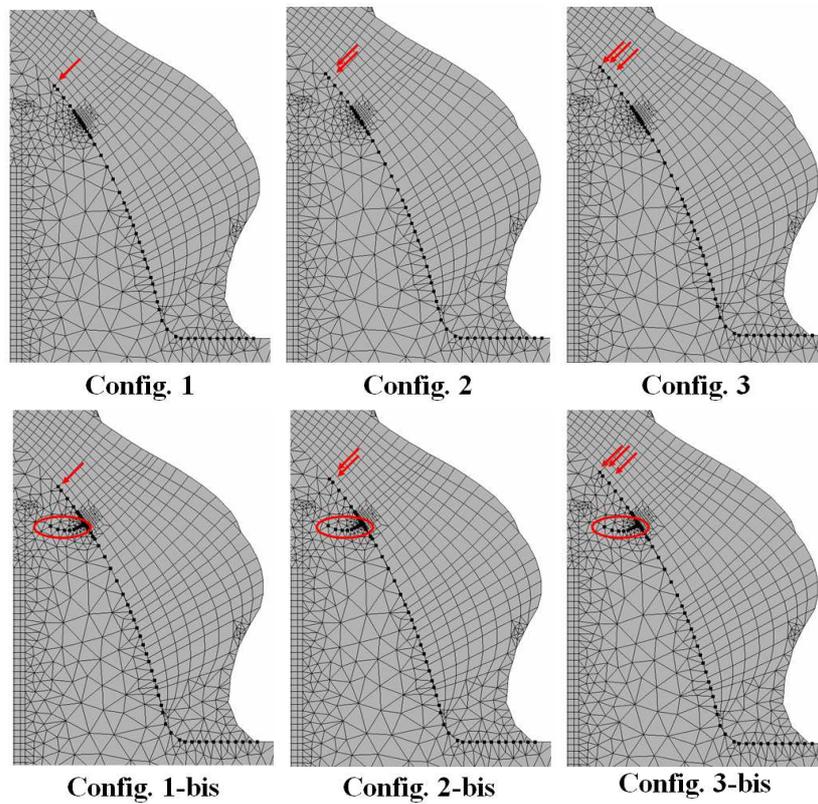


Figure VII.23 - Variation des différentes tailles de jeux au niveau du dôme (les points noirs représentent la ligne décollée)

	embase	liner	époxy	composite	
				longitudinal	transverse
Coefficient de dilatation thermique	$1,6 \times 10^{-5}$	7×10^{-5}	$5,8 \times 10^{-5}$	0,0	$3,4 \times 10^{-5}$

Tableau VII.10 - Coefficients de dilatation thermique des matériaux [OSI, 2013], [Soden et al., 1998]

VII. Simulation numérique du réservoir composite

Pour les différentes configurations de jeux au niveau du dôme, une simulation numérique associée à un modèle classique de Coulomb ayant un coefficient de glissement de 0,001, a été effectuée. Les résultats numériques sont présentés Figure VII.24. On trouve que la présence de jeux amène à une non-linéarité dans la rigidité du réservoir, identique à celle observée au début de la mise en pression du réservoir. En plus, le décollement à l'interface embase-liner (configuration bis) a une très faible influence sur la non-linéarité. Ce sont bien les décollements aux interfaces composite-embase et composite-liner qui jouent un rôle important.

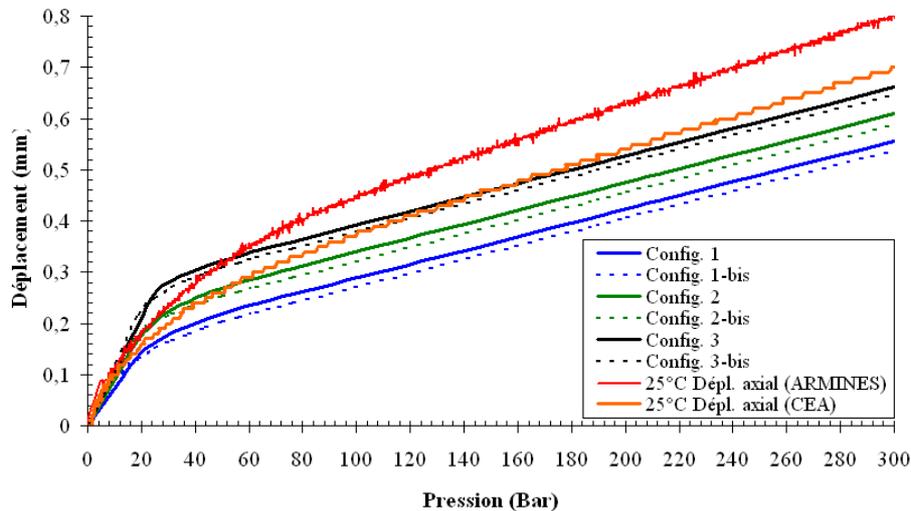


Figure VII.24 - Comparaison entre les calculs numériques pour différentes configurations de jeux et les résultats expérimentaux dans le sens axial

VII.8 Critère probabiliste vs déterministe (Hashin)

Afin de mettre en évidence les différences entre l'approche déterministe par le critère d'Hashin et l'approche probabiliste présentée auparavant, deux calculs correspondant à deux architectures de réservoirs ont été réalisés (Tableau VII.8). Les prédictions des pressions d'éclatement par ces deux approches ont été résumées dans le Tableau VII.9.

Comme nous l'avons déjà souligné, l'approche probabiliste donne une bien meilleure prédiction de l'éclatement que son homologue déterministe avec le critère de Hashin. La raison est que l'éclatement prédit par Hashin a lieu lors de la rupture de la première couche à 90°, correspondant au premier signe d'instabilité en cours d'essai sans que pour autant ce soit la pression d'éclatement du réservoir. Ainsi, la prédiction du critère d'Hashin se limite uniquement à la rupture de la première couche à 90°.

Tandis que l'approche probabiliste peut prédire le premier signe de perturbation et la progression de la dégradation jusqu'à l'éclatement final (la Figure VII.25 et VII.26). De plus, la première rupture de la couche à 90° de la configuration N°2 commence plus tard que la N°1. En revanche leur progression devient plus rapide conduisant à une pression d'éclatement inférieure. Pour cette raison, l'utilisation d'un critère d'Hashin ne garantit pas d'obtenir la configuration optimisée. Nous suggérons d'utiliser le critère probabiliste afin de déterminer cette configuration optimisée. On reviendra sur cet aspect dans le prochain chapitre.

N°	Architecture composite
1	[20 ₃ , 90 ₁ , 22 ₃ , 90 ₁ , 28 ₃ , 90 ₁ , 40 ₁ , 56 ₃ , 90 ₁ , 62 ₃ , 90 ₄]
2	[18 ₃ , 90 ₃ , 19 ₃ , 90 ₂ , 22 ₃ , 90 ₂ , 56 ₄ , 90 ₅]

Tableau VII.8 - Différentes architectures étudiées

N°	Critère d'Hashin	Critère probabiliste	
	Pression d'éclatement (bar)	Pression de 1 ^{ère} rupture couche à 90° (bar)	Pression d'éclatement (bar)
1	1475,9	1492 (9,97)	1750,67 (3,65)
2	1547,64	1554 (9,32)	1718 (4,84)

Tableau VII.9 - Résultats pour les différentes configurations de réservoirs étudiés

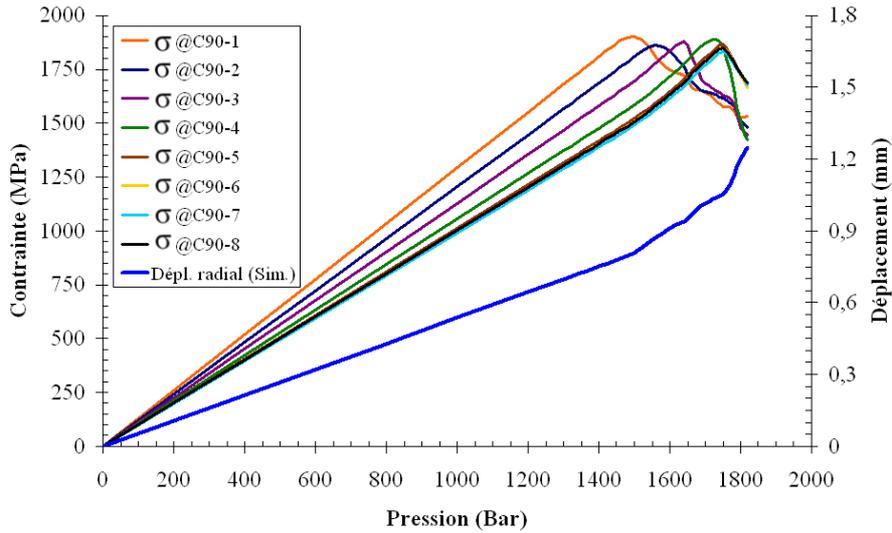


Figure VII.25 - Résultats numériques par le modèle probabiliste. Déplacement radial et évolution des contraintes des couches à 90° jusqu'à éclatement (réservoir original N°1)

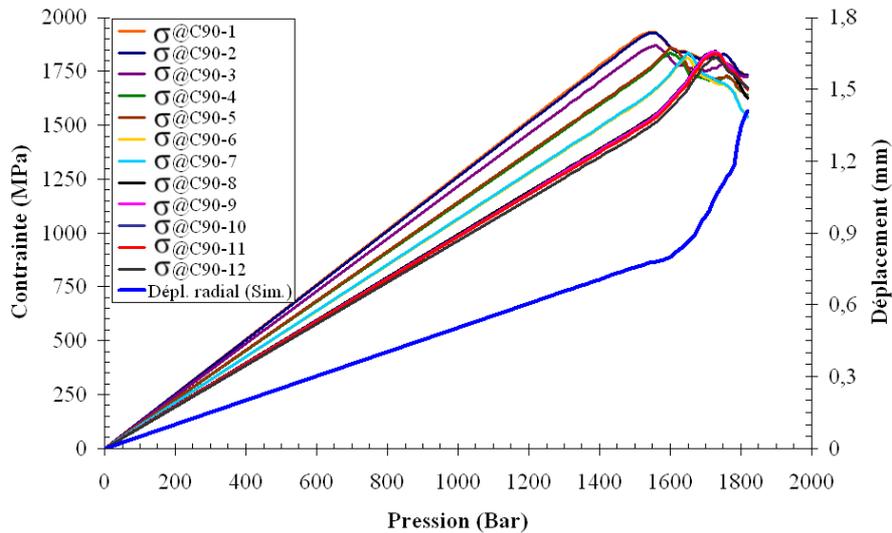


Figure VII.26 - Résultats numériques obtenus par le modèle probabiliste. Déplacement radial et évolution des contraintes des couches à 90° jusqu'à éclatement (réservoir original N°2)

Chapitre VIII

Recommandations sur l'embase et la coque composite

Dans ce chapitre, nous présentons l'application des outils numériques à des fins d'amélioration des performances de tenue en pression du réservoir et proposons des recommandations concernant l'embase et la coque composite.

Sommaire

VIII.1 Introduction

VIII.2 Recommandations sur l'embase

VIII.3 Recommandations sur la coque composite

VIII.1 Introduction

Ce dernier chapitre traite de l'application des outils numériques à des fins d'amélioration de la tenue mécanique et des performances des réservoirs soumis à des pressions. Les recommandations proposées concernent deux parties essentielles du réservoir : l'embase et la coque composite. L'objectif est de minimiser les valeurs des variables d'endommagement ainsi que la masse de composite. Ce dernier aspect trouve un autre intérêt dans la réduction du coût du réservoir.

Concernant l'embase, nous nous sommes intéressés à la géométrie et au choix du matériau métallique afin d'éviter ou de limiter toute plastification. Ce dernier aspect n'étant pas sans incidence sur la durabilité de la liaison embase liner d'un point de vue de sa tenue mécanique mais aussi de ses qualités de perméation.

Concernant la coque composite, nous avons optimisé sa conception en itérant sur l'amorçage puis l'évolution des endommagements en cours de sollicitations du réservoir. L'objectif ultime étant de minimiser la masse de la coque composite tout en conservant la même pression d'éclatement. Dans ce contexte, nous avons optimisé les orientations des plis et les épaisseurs des séquences d'empilement du composite. Il reste clair que ces optimisations doivent respecter les orientations géodésiques de fabrication.

VIII.2 Recommandations sur l'embase

Comme nous l'avons présenté au chapitre précédent, la plasticité au niveau de l'embase apparaissait pour des pressions avoisinant les 700 à 900 bar, dans trois zones plastifiées distinctes. Le problème qui en découle est que ces différents lieux de plasticité peuvent devenir rapidement importants lors de la mise sous pression, puis lors des maintiens en fluage ou lors de cyclages de fatigue. Ces zones plastiques progressent alors jusqu'à l'apparition d'endommagements dans la partie composite et au sein du réservoir.

Afin de prendre la mesure de ce problème et tenter de le résoudre, deux recommandations ont été envisagées. La première idée consiste à augmenter la longueur du bouchon, (Figure VIII.1). Un calcul numérique montre que cette modification peut favorablement retarder et minimiser la zone plastique, (Figure VIII.2). Pour autant, cela ne l'élimine pas. Dans les parties d'embase d'épaisseurs plus faibles, la plasticité demeure toujours présente à la pression de service de 700 bar. Cela reste limite vis-à-vis de la norme adoptée, qui exige une tenue des réservoirs pour une pression d'épreuve de 1250 bar. Par ailleurs il reste à vérifier que la proposition d'augmentation de la longueur du bouchon respecte les normes.

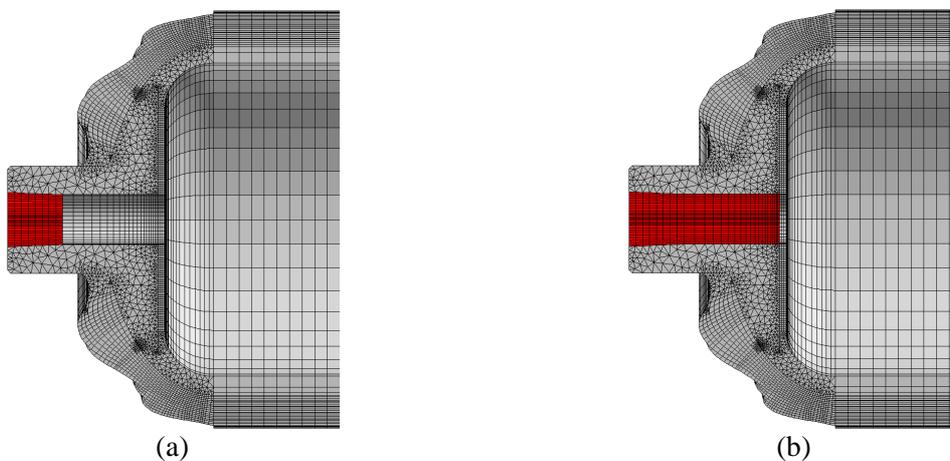


Figure VIII.1 - Comparaison entre le bouchon original (a) et le bouchon modifié (b)

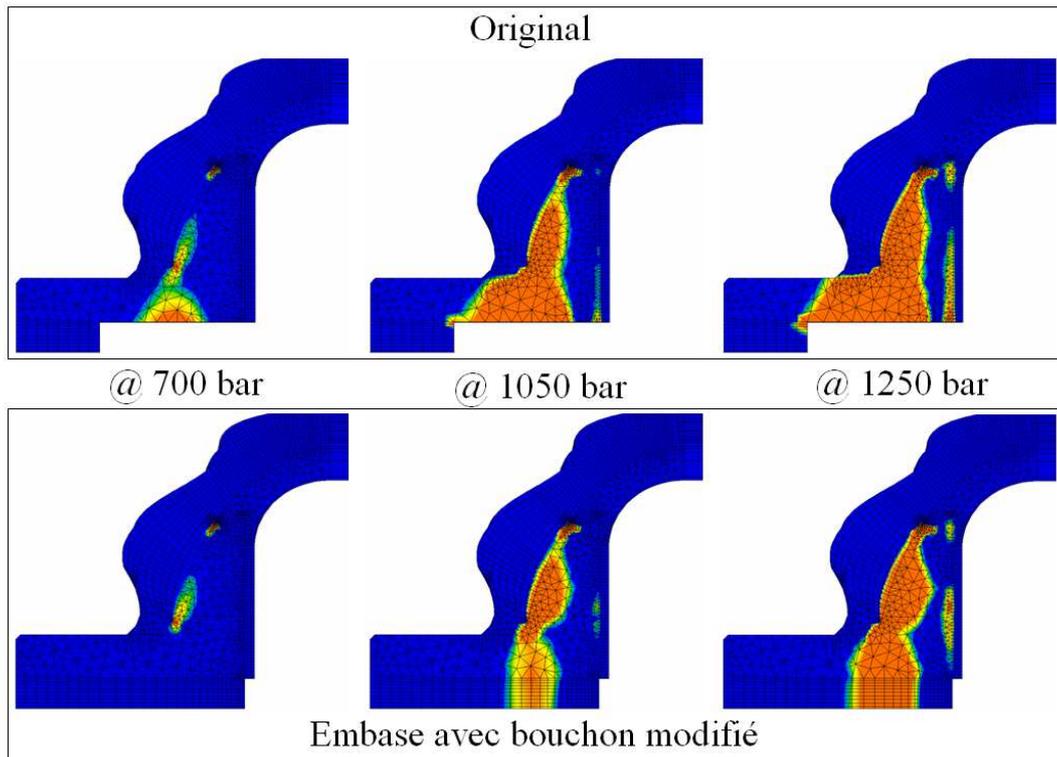


Figure VIII.2 - Comparaison des zones plastifiées entre l'embase initiale et l'embase avec le bouchon modifié

Une deuxième proposition consisterait à remplacer le matériau actuel de l'embase par un matériau dont la limite d'élasticité serait plus élevée et repousserait d'autant le début de la plasticité. Dans ce contexte et avec le souci que le matériau en question ne soit pas fragilisé par l'hydrogène, nous avons proposé un acier austénitique inoxydable d'AUBERT & DUVAL, à durcissement structural. Ses propriétés mécaniques sont résumées dans le Tableau VIII.1. En absence des lois de comportement expérimentales, nous avons utilisé une loi de plasticité simple: l'écrouissage cinématique linéaire avec un critère de plasticité de Von Mises (VIII.1-VIII.4). Le seul paramètre C de ce modèle peut être identifié à partir des propriétés fournies et vaut 1418MPa via l'équation (VIII.5). La comparaison entre les comportements de ce nouveau matériau et de l'ancien, est représentée sur la Figure VIII.3. Avec cette solution, les résultats numériques, montrent l'absence de toute déformation plastique à 700 bar. A 1250 bar, la déformation plastique reste très localisée dans la zone où les trois matériaux se croisent, (Figure VIII.4). Cette dernière proposition pourrait, si elle est acceptée, apporter une nette amélioration de la tenue mécanique du réservoir au voisinage de l'embase. Elle reste à être validée en termes d'industrialisation et de coût.

$$f(\tilde{\sigma}, \tilde{X}) = J(\tilde{\sigma} - \tilde{X}) - \sigma_y \quad (\text{VIII.1})$$

$$d\tilde{\alpha} = d\varepsilon^p \quad (\text{VIII.2})$$

$$\tilde{X} = \frac{2}{3} C \tilde{\alpha} \quad (\text{VIII.3})$$

$$d\tilde{X} = \frac{2}{3} C d\varepsilon_p \quad (\text{VIII.4})$$

$$\sigma = C\varepsilon^p + \sigma_y \quad (\text{VIII.5})$$

Données fournisseur	
E (GPa)	201
σ_y (MPa)	650
σ_R (MPa)	1000
ε_R (%)	25
Paramètre identifié	
C	1418

Tableau VIII.1 - Loi de comportement de l'acier XN26AW, à l'état traité

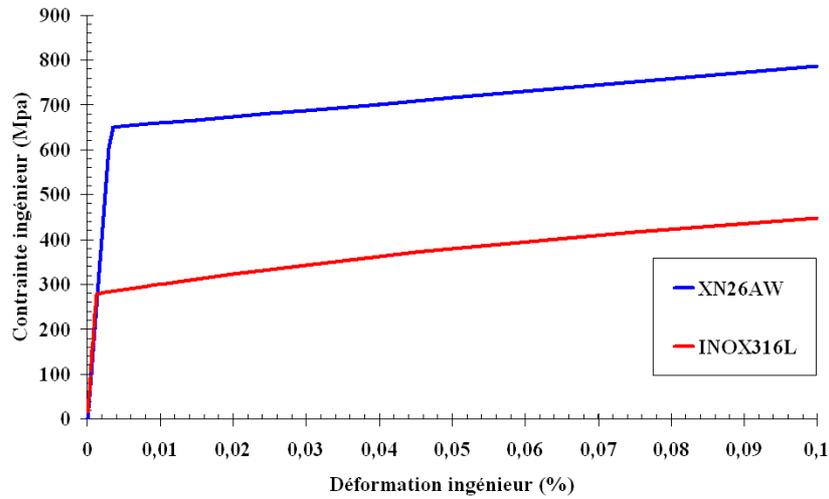


Figure VIII.3 - Lois de comportement des aciers inox 316L et XN26AW

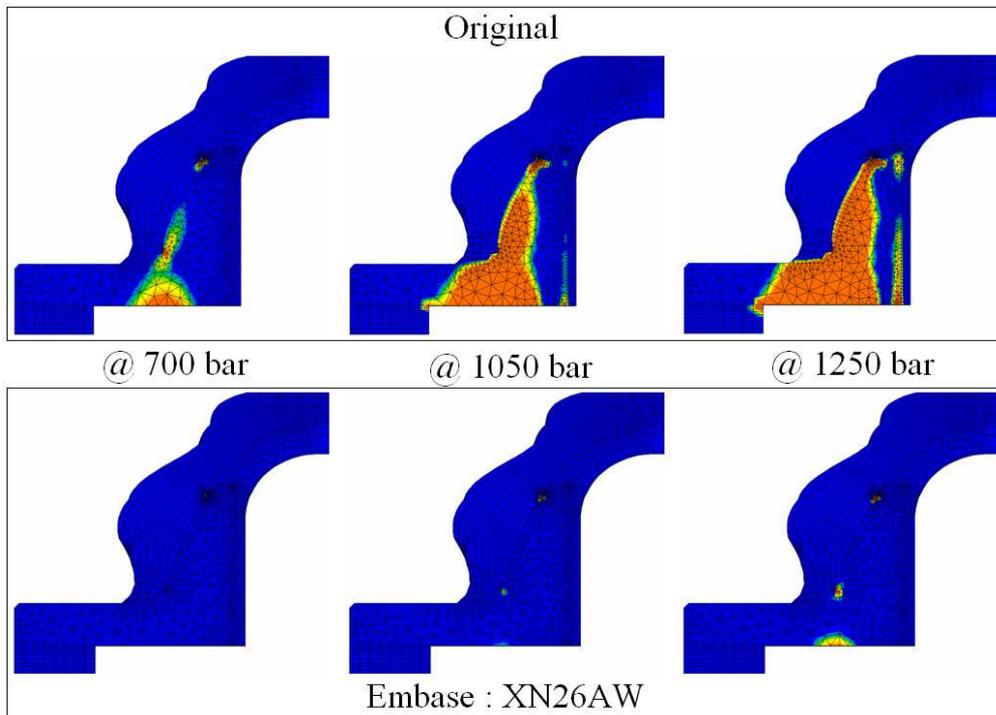


Figure VIII.4 - Comparaison des zones plastifiées, embase inox 316L et embase XN26AW

VIII.3 Recommandations sur la coque composite

La deuxième partie des recommandations concerne la coque composite. Les calculs numériques permettent d'avancer des recommandations concernant cette partie. Ils prennent en compte la plasticité de l'embase, l'orientation des couches et l'évolution des épaisseurs, le tout en respectant la loi de Cleraut (trajectoire géodésique des fibres).

Nous considérons uniquement l'endommagement principal dans le réservoir, à savoir la rupture des fibres. Notons que la fissuration des plis n'est pas un mode d'endommagement critique pour l'intégrité mécanique des réservoirs. L'amorçage du délaminage, qui se situe au point de retour des fibres où l'angle local des fibres est toujours égal à 90° , quelque soit l'architecture du composite, apparaît comme un mode d'endommagement inévitable. Pour l'éliminer ou le minimiser, la modification du profil de l'embase ou de la trajectoire non-géodésique, pour augmenter la zone de couverture par le composite, seront nécessaires. Les deux aspects restent à être discutés en termes d'industrialisation car le CEA souhaite de garder le profil de l'embase et la trajectoire géodésique des fibres.

Pour la rupture des fibres, deux approches sont étudiées, l'une déterministe prédit la rupture dès lors que la première couche atteint sa contrainte maximale. L'autre de nature probabiliste, pour laquelle la rupture commence de manière aléatoire, pour finir par se localiser et engendrer l'éclatement du réservoir. La démarche d'optimisation mise en place lors des calculs est représentée dans la Figure VIII.5. Les objectifs d'optimisation se divisent en deux modules selon les critères d'endommagement. Dans le premier, intitulé <<Objectif 1>>, le critère déterministe caractéristique de la rupture des fibres, (Hashin), a été utilisé comme premier filtre de population sélectionnée. L'avantage des critères déterministes est leur rapidité de calcul. Ils permettent d'éliminer rapidement les configurations non optimales, telles que configurations qui risquent un éclatement en mode non-sain au vu des contraintes locales. Cependant les critères déterministes présentent un inconvénient quant à la précision de la pression d'éclatement. C'est pour cette raison qu'une deuxième étape d'optimisation a été réalisée par une approche probabiliste appelé <<Objectif 2>>. Le modèle probabiliste donne une meilleure précision de la prédiction de la pression d'éclatement. Cependant, le modèle consomme beaucoup de temps de calcul. C'est pour cette raison, que nous utilisons les doubles filtres pour sélectionner la meilleure configuration.

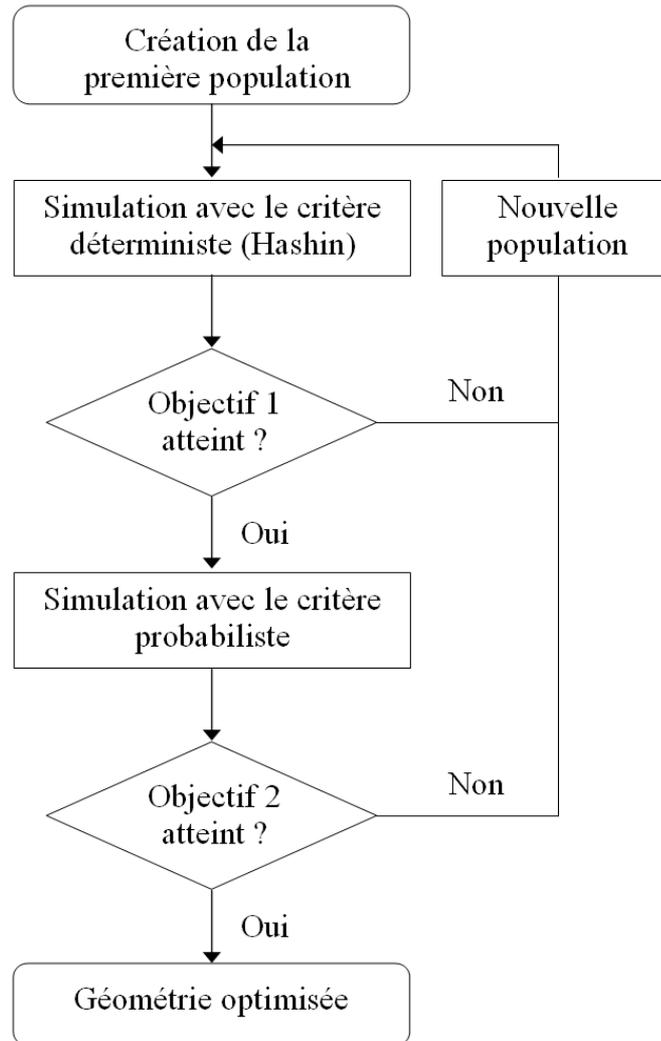


Figure VIII.5 - Démarche d'optimisation

N° de réservoir	Architecture du composite
0 (original)	[20 ₃ , 90 ₁ , 22 ₃ , 90 ₁ , 28 ₃ , 90 ₁ , 40 ₁ , 56 ₃ , 90 ₁ , 62 ₃ , 90 ₄]
1	[20 ₃ , 90 ₂ , 22 ₃ , 90 ₁ , 28 ₃ , 90 ₁ , 40 ₁ , 56 ₃ , 90 ₁ , 62 ₃ , 90 ₃]
2	[20 ₃ , 90 ₂ , 22 ₃ , 90 ₂ , 28 ₃ , 90 ₂ , 40 ₁ , 56 ₃ , 90 ₂]
3	[20 ₃ , 90 ₂ , 22 ₃ , 90 ₂ , 28 ₃ , 90 ₂ , 40 ₁ , 56 ₃ , 90 ₄]
4	[20 ₃ , 90 ₂ , 22 ₃ , 90 ₂ , 28 ₃ , 90 ₂ , 40 ₁ , 56 ₃ , 90 ₆]
5	[18 ₃ , 90 ₃ , 19 ₃ , 90 ₂ , 22 ₃ , 90 ₂ , 45 ₄ , 90 ₅]
6	[18 ₃ , 90 ₃ , 19 ₃ , 90 ₂ , 22 ₃ , 90 ₂ , 56 ₄ , 90 ₅]

Tableau VIII.2 - Différentes configurations étudiées

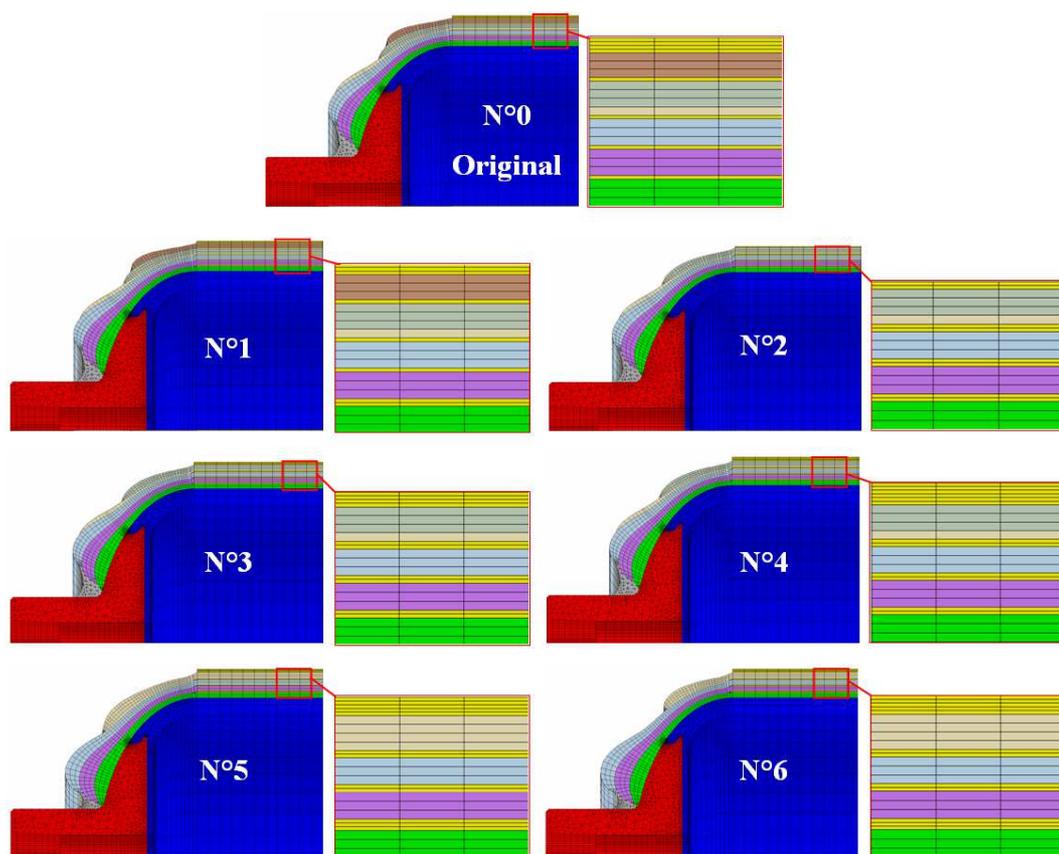


Figure VIII.6 - Architecture des réservoirs proposés

Les 6 architectures proposées du composite du réservoir ont été examinées en regardant la contrainte locale afin d'éviter un éclatement en mode non-sain. Ce sont les réservoirs N°1 à N°6 présentés dans le Tableau VIII.2 et la Figure VIII.6. Nous avons proposé les modifications, à partir du réservoir original. Le réservoir N°1 est très proche de l'original. Nous avons ramené une couche à 90° de l'extérieur à l'intérieur, afin de ralentir la rupture de la première couche. Pour les réservoirs N°2 à N°4, les couches à 62° ont été enlevées et remplacées par les couches à 90° pour les réservoirs N°3 et N°4. Pour les deux derniers réservoirs, (N°5 et N°6), nous proposons la modification complète de l'architecture du composite.

Pour l'endommagement concerné par la rupture des fibres, la couche à 90° la plus intérieure, correspond à la couche la plus sollicitée dans le sens des fibres. Selon le critère d'Hashin, (approche déterministe), cette couche sera considérée comme étant à l'origine de l'éclatement de réservoir. De manière générale, la couche à 90° la plus interne supporte le plus d'effort par rapport aux autres couches. Comme le réservoir d'origine présente une couche à 90° la plus interne avec une épaisseur très faible comparée aux couches en extrémité, cela explique que cette couche est bien à l'origine de l'éclatement de réservoir.

Différentes architectures ont été optimisées en utilisant le critère d'Hashin. Selon ce processus d'optimisation la configuration N°6, à l'issue de tous nos essais numériques, est considérée comme étant la plus aboutie, la plus satisfaisante et correspond au réservoir optimisé (Tableau VIII.3).

N° de réservoir	Masse du composite (g)	Δm (%)	P_{rupture} de la 1 ^{ère} couche (Bar)	$\Delta P_{\text{rupture}}$ (%)
0 (original)	1734		1475,9	
1	1734	0	1497,88	1,49

2	1488	-14,2	1198,81	-18,77
3	1543	-11	1353,36	8,3
4	1599	-7,8	1501,95	1,77
5	1640	-5,4	1390,98	-5,75
6	1597	-7,9	1547,64	4,86

Tableau VIII.3 - Résultats d'éclatement sur les différentes configurations de réservoirs étudiées

Ensuite, l'architecture N°6 considérée du point de vue du critère d'Hashin comme celle optimisée, a été in fine calculée par l'approche probabiliste. On trouve que les ruptures de fibres commencent plus tard, comparées au réservoir d'origine. La rupture de la première couche à 90° intervient à 1540 bar, ce qui représente une réelle amélioration par rapport au réservoir d'origine. Cependant, après la rupture de cette première couche à 90°, la rupture des fibres des couches supérieures s'accélère et conduit à une rupture de la couche la plus externe à 90° vers 1718 bar, avec un écart type de 4,84 bar. On remarque que cette valeur est légèrement inférieure à celle obtenue sur le réservoir d'origine (Tableau VIII.4). Par contre le réservoir optimisé présente un gain de masse de 7,9 %. La comparaison jusqu'à l'éclatement, la déformation radiale du réservoir ainsi que la dispersion, (30 calculs), sont présentés sur la Figure VIII.7.

	Réservoir original (N°0)	Réservoir optimisé (N°6)
Pression d'éclatement	1750,67 (3,65)	1718 (4,84)

Tableau VIII.4 - Résultats d'éclatement par le critère probabiliste

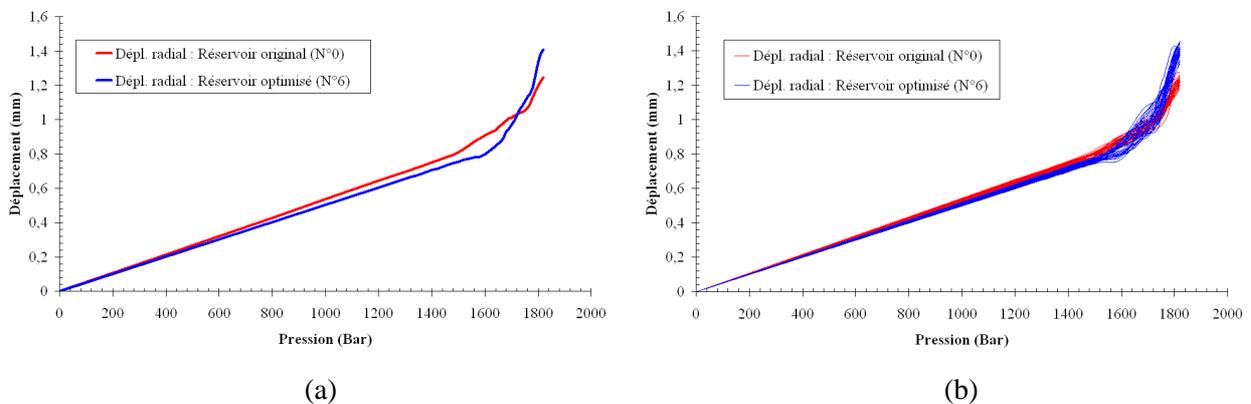


Figure VIII.7 - Comparaison de la déformation radiale du réservoir d'origine et de celui optimisé (a) : Un seul calcul et (b) : 30 calculs présentant la dispersion

Ces résultats purement numériques demandent à être validés expérimentalement: il faut confronter les simulations avec des essais d'éclatement sur les nouveaux réservoirs optimisés. Par ailleurs la modification des couches doit être validée au niveau du plan de fabrication.

Conclusion et perspectives

Cette étude s'est inscrite dans le cadre de travaux de recherche et de développement sur l'analyse et la conception de réservoirs en composites destinés au stockage de l'hydrogène. Les applications envisagées sont très liées au domaine des transports avec pour enjeu, l'amélioration des performances tout en réduisant les coûts du réservoir. Pour y parvenir nos travaux se sont focalisés sur l'étude des mécanismes d'endommagement associés aux différents constituants du réservoir afin de mieux prédire leur durabilité en conditions normales de service (hors accident/incident). Le but essentiel était de pouvoir rétroagir sur les technologies et outils de conception, d'élaboration, de caractérisation voir de qualification de ces réservoirs. Le développement de ces connaissances avait pour conséquence d'obtenir un dimensionnement plus fiable ainsi que des procédures d'optimisation des structures plus performantes. Pour atteindre ces objectifs, différents étapes à la fois expérimentales et numériques ont dues être menées, chacune d'elle apportant sa compréhension aux différentes échelles des matériaux et de la structure. Nous allons résumer ces étapes, en faisant ressortir les apports du travail de cette thèse.

Nous avons d'abord étudié le composite, élément principal du réservoir présent à la fois dans les dômes mais surtout dans la virole, zone essentielle où la structure composite doit tenir à la pression interne. Le comportement mécanique et les propriétés physiques du composite ont d'abord été caractérisés ainsi que la distribution de défauts le long des fibres de carbone. Il ressort que chaque défaut correspond à une contrainte à rupture dont la distribution peut être modélisée par une loi de Weibull. Une première originalité de ce travail de thèse a consisté à utiliser cette distribution des contraintes à rupture le long de la fibre dans des calculs multiéchelles allant de l'échelle des constituants à celle du réservoir. Par cette démarche nous avons proposé une approche de type probabiliste. Le comportement mécanique du composite a aussi été caractérisé pour différentes températures permettant d'obtenir la matrice de rigidité orthotrope aux dites températures. Au delà du domaine linéaire, nous avons étudié les trois modes principaux d'endommagement associés aux composites stratifiés : la rupture des fibres, la fissuration des plis et le délaminage. Ces études ont permis d'obtenir leurs évolutions en température et de mieux cerner leur impact sur le comportement du composite. Enfin deux techniques, la pyrolyse et l'analyse d'images ont été utilisées afin de déterminer les distributions de fractions volumiques aux différentes échelles d'une plaque composite jusqu'au sein de la structure du réservoir étudié. A nouveau l'originalité de notre démarche a consisté à inclure ces résultats dans notre approche probabiliste.

Autre étape de caractérisation importante, celle du comportement de l'embase et du liner. Ces deux éléments jouent un rôle prépondérant par rapport à l'étanchéité à l'hydrogène. Le comportement plastique de l'embase métallique est modélisé par un écoulement cinématique non-linéaire associé à un critère de Von-Mises. Pour le liner polymère, son comportement est caractérisé en température car très sensible à cette dernière. Enfin, zone cruciale pour l'étanchéité à l'hydrogène, la liaison embase-liner a aussi été caractérisée. Un critère de décollement d'interface basée sur une généralisation du critère de Drucker-Prager a été proposé et identifié pour la liaison considérée.

Toujours d'un point de vue expérimental, nous nous sommes intéressés à la tenue en pression de réservoirs en composite de 2L pour lesquels deux campagnes d'essais de pressurisation ont été réalisées. On a ainsi pu mettre en évidence l'état de déformation lors de la mise en pression, la non-linéarité du déplacement axial en début d'essai. A chaque étape nous avons pu vérifier la cohérence entre nos essais et ceux du CEA. La fraction volumique au sein du composite du réservoir a également été identifiée en utilisant les deux mêmes moyens que pour les plaques du même composite.

L'autre aspect important de cette thèse est la partie numérique. Nous avons mis en place un modèle de rupture du composite basé sur une approche probabiliste implémentée dans des calculs multiéchelles par élément finis. Cette démarche est compatible avec l'architecture du composite ayant la rupture des fibres comme mode d'endommagement principal. La distribution des contraintes à rupture des fibres de carbone caractérisée à l'échelle microscopique, a été utilisée pour prédire la rupture du composite à des échelles supérieures telle que l'éprouvette testée en laboratoire. Un VER (Volume Élémentaire Représentatif) a été défini, prenant en compte la distribution des contraintes à

rupture des fibres, la fraction volumique et l'arrangement des fibres. L'effet du changement de taille du VER en fonction des échelles considérées, a été résolu pour ces différents paramètres. La chute de rigidité d'un VER rompu a également été prise en compte. La méthode multitirage a été introduite afin de prendre en compte toutes les variations du matériau. Par ailleurs l'effet de la température a été introduit dans un modèle prenant en compte la variation du comportement de la matrice avec la température. Enfin, une validation du modèle a été faite par comparaison avec les résultats expérimentaux obtenus sur des éprouvettes de laboratoire. Ce modèle a ensuite été utilisé pour la simulation du réservoir dans sa partie composite.

L'étape suivante de ce travail numérique s'est focalisée sur la simulation du réservoir. Nous nous sommes intéressés à la prédiction de sa pression d'éclatement, de son déplacement global axial et radial et des endommagements au fur à mesure de leur apparition. Nous avons proposé plusieurs modèles pour les décrire : (i) un critère d'amorçage du délaminage aux interfaces composites, (ii) la dégradation par fissuration dans les plis, (iii) la rupture progressive des fibres par notre approche probabiliste, (iv) un critère de décollement à l'interface embase-liner et enfin (v) un modèle de plasticité pour l'embase. Tous ces modèles et critères ont été introduits dans nos calculs pour prédire l'éclatement. L'évolution de l'angle des couches composites dû au procédé d'enroulement filamentaire a également été prise en compte. Néanmoins, comme la rupture des fibres joue un rôle important dans la tenue mécanique du réservoir, c'est le seul endommagement qui a été identifié et retenu en température. Afin de comprendre le phénomène de non linéarité décelé en début de mise en pression, essentiellement dû aux défauts de fabrication du réservoir, l'effet des jeux situés entre les interfaces des matériaux de la zone du dôme, a été étudié. Enfin, la comparaison entre notre modèle probabiliste et des critères déterministes tel celui de Hashin, a révélé que la description de la rupture progressive des fibres par notre approche probabiliste, donne une meilleure précision sur la pression d'éclatement par comparaison avec les résultats expérimentaux.

Après validation de la fiabilité des résultats d'éclatement sur la partie composite du réservoir, la dernière étape a consisté à fournir des recommandations de dimensionnement, en particulier sur l'embase et la coque composite afin d'améliorer les performances du réservoir tout en minimisant la masse de composite, impact non négligeable sur les coûts du réservoir. Des modifications de géométrie et un choix différent du matériau de l'embase ont été proposés afin de retarder et diminuer, voire supprimer la plasticité du métal. Les modifications géométriques veulent correspondre à une durabilité accrue de la liaison embase liner d'un point de vue mécanique et de perméation. Nous nous sommes aussi intéressés à optimiser l'architecture composite, l'objectif, réduire la masse de la coque composite tout en conservant la pression d'éclatement. La démarche d'optimisation « déterministe-probabiliste » a été utilisée en bénéficiant de l'avantage de chaque approche. Un réservoir optimisé a été proposé. Néanmoins ces résultats purement numériques demandent encore à être validés expérimentalement. D'abord la modification des couches doit être validée au niveau du plan de fabrication, d'autre part il faut confronter les simulations avec des essais d'éclatement sur les nouveaux réservoirs optimisés.

L'ensemble de la démarche scientifique proposée dans ce travail de thèse, nous semble pertinente pour la conception des réservoirs en composite. Les outils de conception mis en place permettent un dimensionnement préliminaire d'un réservoir quelque en soit son architecture composite. Cependant, quelques aspects pourraient faire l'objet d'amélioration.

A titre de perspective, nous pouvons d'abord suggérer une qualité meilleure des plaques composites à caractériser. Nous pensons à l'ondulation des fibres qui viennent perturber les résultats. L'utilisation de plaques fabriquées par plis imprégnés, éviterait des phénomènes dus à des défauts de fabrication, peu représentatifs du composite de la structure, même si au départ on avait imaginé davantage se rapprocher d'un processus de fabrication industriel.

Autre amélioration possible, le modèle probabiliste. Même si l'utilisation de la distribution de la contrainte à rupture des fibres de carbone, obtenues par l'essai sur fibre unitaire, traduit assez bien la rupture des éprouvettes en laboratoire, nous constatons que ces résultats sont très sensibles à cette distribution. L'utilisation d'essais de multifragmentation pour caractériser la distribution des contraintes à rupture de la fibre pourrait mieux valider le modèle probabiliste. En outre ces essais

permettraient d'obtenir la longueur de non rechargement pour la rupture d'une fibre de carbone T700sc.

Selon les résultats numériques, nous trouvons que les multiples plans de clivage sont directement liés à la chute du comportement du VER rompu. Une analyse plus approfondie de ce phénomène pourrait conduire à une chute plus progressive du comportement du VER rompu. Par contre cet aspect intéressant nécessite énormément de temps de calcul et de ressources en ordinateurs.

Autre aspect perfectible, l'effet de la température introduit dans notre modèle qui n'est valable que pour quelques températures. On se limite à -40°C, 25°C et 85°C. Une identification plus continue permettrait de mieux cerner les effets de la température. La réalisation d'essais pour d'autres températures, permettrait de proposer un modèle probabiliste généralisé, quelque soit la température souhaitée.

Afin d'être capable de prédire la durée de vie sous sollicitations cyclées et fluage, l'effet de la viscosité de la résine doit être prise en compte. Cela viendrait aussi modifier les cinétiques d'endommagement tels que celle du délaminage et les décollements d'interface, modes critiques pour les fuites au niveau du réservoir. Ces problèmes d'interface moins critiques en statistique, vont progresser au cours de chargements cyclique ou du fluage. Pour cela un travail plus approfondi est nécessaire sur les critères mais aussi d'un point de vue numérique sur les problèmes d'interface.

Enfin comme dernière perspective, nous pourrions étendre le modèle probabiliste, actuellement cantonné aux couches à 90°. Si la rupture des fibres y est le mode d'endommagement principal, l'introduction aux autres couches entrecroisées serait intéressant notamment dans le cas d'un réservoir soumis à des sollicitations cyclées ou de fluage. La rupture des fibres se développant vraisemblablement plus lentement, la prise en compte de la rupture des fibres dans toutes les couches composites devrait s'avérer nécessaire.

Références Bibliographiques

- [Arcan et al., 1978] Arcan M., Hashin Z. et Voloshin A. (1978). A method to produce uniform plane stress states with applications to fiber-reinforced materials. *Experimental Mechanics*, Vol.18 (4), pp. 141-146.
- [Arcan et al., 1987] Arcan L., Arcan M. et Daniel I. (1987). SEM fractography of pure mixed mode interlaminar fracture in graphite/epoxy composite. *Fractography of Modern Engineering Materials: Composites and Metals*, ASTM STP 948, pp. 41-67.
- [Bader et Priest., 1982] Bader M.G. et Priest A.M. (1982). Statistical aspects of fibre and bundles strength in hybrid composites, in *Progress in Science and Engineering of Composites*, edited Hayashi T., Kawata K. et Umekawa S., Proceedings of ICCM-IV, Tokyo, pp.1129-1136.
- [Bader, 1988] Bader M.G. (1988). Tensile strength of uniaxial composites, *Science and Engineering of Composites Materials*, Vol.1, pp.1-11.
- [Barker et Vangerko, 1983] Barker A.J., Vangerko H. (1983). Temperature dependence of elastic constants of CFRP. *Composites*, pp 52-56.
- [Barrau et Laroze, 1987] Barrau J. et Laroze S. (1987). *Calcul des structures en matériaux composites*. Eyrolles et Masson.
- [Batdorf, 1982a] Batdorf S.B. (1982). Tensile strength of unidirectionally reinforced composites - 1, *Journal of reinforced plastics and composites*, Vol.1, pp 153-164.
- [Batdorf, 1982b] Batdorf S.B. (1982). Tensile strength of unidirectionally reinforced composites - 2, *Journal of reinforced plastics and composites*, Vol.1, pp 165-175.
- [Baxevanakis et al., 1993] Baxevanakis C., Jeulin D. et Valentin D. (1993). Fracture statistics of single-fibre composite specimens, *Composite Science and Technology*, Vol 48, pp 47-56.
- [Baxevanakis, 1994] Baxevanakis C. (1994). *Comportement statistique à rupture des composites stratifiés*. PhD thèse, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris.
- [Baxevanakis et al., 1995] Baxevanakis C., Jeulin D. et Renard J. (1995). Fracture statistics of a unidirectional composite, *International Journal of Fracture*, Vol 73, n°2, pp 149-181.
- [Berthelot, 2012] Berthelot J-M. (2012). *Matériaux composites : Comportement mécanique et analyse des structures*. 5^{ème} édition. Lavoisier.
- [Besson et al., 2001] Besson J., Cailletaud G., Chaboche J.L. et Forest S. (2001). *Mécanique non linéaire des matériaux*. Hermès-Lavoisier.
- [Blassiau, 2005] Blassiau S. (2005) *Modélisation des phénomènes microstructuraux au sien d'un composite unidirectionnel carbone/ époxy et prédiction de durée de vie : contrôle et qualification de réservoirs bobinés*, Thèse de doctorat, Ecole Nationale Supérieures des Mines de Paris.
- [Blassiau et al., 2006a] Blassiau S., Thionnet A. et Bunsell A.R. (2006). Micromechanisms of load transfer in a unidirectional carbon fibre-reinforced epoxy composite due to fibre failures. Part 1: Micromechanisms and 3D analysis of load transfer: The elastic case, *Composite Structures*, Vol.74, pp. 303-318.
- [Blassiau et al., 2006b] Blassiau S., Thionnet A. et Bunsell A.R. (2006). Micromechanisms of load transfer in a unidirectional carbon fibre-reinforced epoxy composite due to fibre failures. Part 2:

Références Bibliographiques

- Influence of viscoelastic and plastic matrices on the mechanisms of load transfer, *Composite Structures*, Vol.74, pp. 319-331.
- [Blassiau et al., 2008] Blassiau S., Thionnet A. et Bunsell A.R. (2008). Micromechanisms of load transfer in a unidirectional carbon fibre-reinforced epoxy composite due to fibre failures. Part 3: Multiscale reconstruction of composite behaviour, *Composite Structures*, Vol.83, pp. 312-323.
- [Blassiau et al., 2009] Blassiau S., Thionnet A. et Bunsell A.R. (2009). Three-dimensional analysis of load transfer micro-mechanisms in fibre/matrix composites, *Composite Science and Technology*, Vol.69, pp. 33-39.
- [Bunsell et al., 1971] Bunsell A.R., Hearle J.W.S., Hunter R.D. (1971). An apparatus for fatigue-testing of fibres. *Journal of Physics E – Scientific Instruments*, Vol. 4, pp 868-872.
- [Bunsell et Rernard, 2005] Bunsell A.R. et Renard J. (2005). Fundamentals of fibre reinforced composite materials. Series in Materials Science and Engineering IoP.
- [Cardona, 2000] Cardona J-M. (2000). Comportement et durée de vie des pieces multiperforées : application aux aubes de turbine. PhD thèse, Ecole Nationale Supérieur des Mines de Paris.
- [Chapelle et Perreux, 2006] Chapelle D. et Perreux D. (2006). Optimal design of a Type 3 hydrogen vessel: Part I - Analytic modelling of the cylindrical section. *International Journal of Hydrogen Energy*, Vol. 31, pp 627-638.
- [Choteau, 1999] Choteau M. (1999). Caractérisation de l'effet Bauschinger en sollicitations uniaxiales d'un acier inoxydable austénitique X2CrNiMo17-12-2. Thèse de doctorat, Université de Sciences et Technologie de Lille 1.
- [Cognard et al., 2004] Cognard J.Y., Davies P. et Sohier L. (2004). Design and Evaluation of bonded composite assemblies. 4th European Congress on Computation Methods in Applied Sciences and Engineering, Jyvaskyla, Finland.
- [Cognard et al., 2005] Cognard J.Y., Davies P., Gineste B. et Sohier L. (2005). Development of an improved adhesive test method for composite assembly design. *Composite Science and Technology*, Vol.65, pp. 359-368.
- [Courtney, 1990] Courtney T.H. (1990). Mechanical behavior of materials. McGraw-Hill.
- [Cox, 1952] Cox H.L. (1952). The elasticity and strength of paper and other fibrous materials. *British Journal of Applied Mechanics*, Vol.3, pp. 72-79.
- [Deng et al., 2007] Deng S., Hou M. et Ye L. (2007). Temperature-dependent elastic moduli of epoxies measured by DMA and their corrections to mechanical testing data. *Polymer testing*, Vol. 26, pp 803-813.
- [Drucker et Prager, 1952] Drucker D. et Prager W. (1952). Soil mechanics and plastic analysis or limit design. *Quarterly of Applied Mathematics*, Vol.10 (2), pp. 157-165.
- [Feyel, 2003] Feyel F. (2003). A multilevel finite element method (fe2) to describe the response of highly non-linear structures using generalized continua, *Computer methods in applied Mechanics and Engineering*, Vol.192, pp. 3233-3244.
- [Feih et Mouritz, 2012] Feih S. et Mouritz A.P. (2012). Tensile properties of carbon fibres and carbon fibre-polymer composites in fire. *Composites: Part A*, Vol. 43, pp 765-722.

- [Fukuda et Kawata, 1976] Fukuda H. et Kawata K. (1976). On the stress concentration factor in the fibrous composite, *Fibre Science and Technology*, Vol.9, pp. 189-203.
- [Fukunaga et Uemura, 1983] Fukunaga H. et Uemura M. (1983). Optimum design of helical wound composite pressure vessels. *Composite Structures*, Vol.1, pp. 31-49.
- [Goree et Gross, 1979] Goree J.G. et Gross R.S. (1979). Analysis of a unidirectional composite containing broken fibres and matrix damage. *Engineering Fracture Mechanics*, Vol.13, pp. 563-578.
- [Goree et Gross, 1980] Goree J.G. et Gross R.S. (1980). Stresses in a three-dimensional unidirectional composite containing broken fibers. *Engineering Fracture Mechanics*, Vol.13, pp. 395-405.
- [Hashin et Rotem, 1973] Hashin Z. et Rotem A. (1973). A fatigue failure criterion for fiber reinforced materials. *Composite Materials*, Vol.7, pp. 448-464.
- [Hashin, 1980] Hashin Z (1980). Failure criteria for unidirectional fiber composites. *Journal of Applied Mechanics*, Vol.47, pp. 329-334.
- [Hedgepeth, 1961] Hedgepeth J.M. (1961). Stress concentrations in filamentary structures. NASA TN D-882, Langley Research Center.
- [Hedgepeth et Van Dyke, 1967] Hedgepeth J.M. et Van Dyke P. (1967). Local stress concentrations in imperfect filamentary composite materials, *Journal of Composite Materials*, Vol.1, pp. 294-309.
- [Hitchon et Phillips, 1979] Hitchon J.W. et Phillips D.C. (1979). The dependence of the strength of carbon fibres on length, *Fibre Science and Technology*, Vol.12, pp. 217-233.
- [Huguet, 2002] Huguet S. (2002). Application de classificateurs aux données d'émission acoustique : identification de la signature acoustique des mécanismes d'endommagement dans les composites à matrice polymère. Thèse de doctorat, INSA de Lyon.
- [Ishikawa et al., 1977] Ishikawa T., Koyama K. et Kobayashi S. (1977). Elastic moduli of carbon-epoxy composites and carbon fibers. *J.composite materials*, Vol. 11, pp 332-344.
- [Joannès, 2007] Joannès, S. (2007). Caractérisation mécanique et outil d'aide au dimensionnement des collages structuraux. Thèse de doctorat, Ecole Nationale Supérieures des Mines de Paris.
- [Kabir, 2000] Kabir M.Z. (2000). Finite element analysis of composite pressure vessels with a load sharing metallic liner. *Composite Structures*, Vol.49, pp. 247-255.
- [Kim et al., 2003] Kim J.-K., Kim C.-S. et Song D.-Y. (2003). Strength evaluation and failure analysis of unidirectional composites using Monte-Carlo simulation, *Materials Science and Engineering A*, Vol.340, pp. 33-40.
- [Koyanagi et al., 2010] Koyanagi J., Yoneyama S., Nemoto A. et Melo J.D.D. (2012). Time and temperature dependence of carbon/epoxy interface strength. *Composites science and technology*, Vol. 70, pp 1395-1400.
- [Lagoudas et al. 1989] Lagoudas D.C., Hui C.Y. et Phoenix S.L. (1989). Time evolution of overstress profiles near broken fibers in a composite with a viscoelastic matrix, *International journal of solids and structures*, Vol.25, pp. 45-66.

- [Landis et McMeeking, 1999] Landis C.M. et McMeeking R.M. (1999). Stress concentrations in composites with interface sliding, matrix stiffness and uneven fiber spacing using shear lag theory, *International journal of solids and structures*, Vol.36, pp. 4333-4361.
- [Lee-Sullivan et Dykeman, 2000] Lee-Sullivan P. et Dykeman D. (2000). Guidelines for performing storage modulus measurements using the TA Instruments DMA 2980 three-point bend mode: I. Amplitude effects. *Polymer testing*, Vol. 19, pp 239-250.
- [Lemaitre et Chaboche, 2004] Lemaitre J. et Chaboche J.L. (2004). *Mécanique des matériaux solides*. 2^{ème} édition, Dunod.
- [Liang et al., 2002] Liang C.-C., Chen H.-W. et Wang C.-H. (2002). Optimum design of dome contour for filament-wound composite pressure vessels based on a shape factor. *Composite Structures*, Vol.58, pp. 469-482.
- [Liangbo et Fuqun, 1993] Liangbo D. et Fuqun F. (1993). Statistical analysis of unidirectionally fibre-reinforced composites with local load-sharing, *International Journal of Fracture*, Vol.59, pp. 69-81.
- [Masters, 1993] Masters J.E. (1993). Basic failure modes of continuous fiber composites, *Engineered materials handbook - Volume 1 : Composites*, Ohio, USA : ASM International, pp. 781-785, ISBN 0871702797 (v.1).
- [Matsuoka, 1992] Matsuoka S. (1992). *Relaxation phenomena in polymers*. Carl Hanser Verlag.
- [Nedele et Wisnom, 1994] Nedele M.R. et Wisnom M.R. (1994). Three dimensional finite element analysis of the stress concentration at a single fibre break, *Composites Science and Technology*, Vol.54, pp. 517-524.
- [Nielsen, 1974] Nielsen L.E. (1974). *Mechanical properties of polymers and composites*. M. Dekker.
- [Nim dum, 2009] Nim dum P. (2009). *Dimensionnement en fatigue des structures ferroviaires en composite épais*. PhD thèse, Ecole Nationale Supérieur des Mines de Paris.
- [Nim dum et Renard, 2009] Nim dum P. et Renard J. (2009). L'émission acoustique comme contrôle de santé des structures en matériaux composites. *Revue des composites et des matériaux avancés*, Vol. 19 n°3, pp 283-317.
- [Nim dum et Renard, 2012a] Nim dum P. et Renard J. (2012). Use of acoustic emission to discriminated damage modes in carbon-antenna-structures during tensile and buckling loading. 15th European conference on composite materials, Venice, Italy.
- [Nim dum et Renard, 2012b] Nim dum P. et Renard J. (2012). Use of acoustic emission to discriminated damage modes in carbon fibre reinforced epoxy laminate during tensile and buckling loading. 15th International conference on experimental mechanics, Porto, Portugal.
- [Nony et al.,2008] Nony F., Mazabraud P., Villalonga S. et al. (2008). Type IV 700 bar-vessel for compressed gaseous hydrogen storage : material reseach and performance achievements. 17th World Hydrogen Energy Conference, Brisbane, Australia.
- [Nony et al.,2009] Nony F., Villalonga S., Thomas C. et al. (2009). Reseach and developments towards new generation of full composite tanks dedicated to 70 MPa gaseous hydrogen storage. SAMPE Fall Technical Conference and Exhibition-Global Material Technology, Wichita, Etats-Unis

- [O'Brien et al., 2007] O'Brien D.J., Sottos N.R. et White S.R. (2007). Cure-dependent viscoelastic poisson's ratio of epoxy. *Experimental mechanics*, Vol. 47, pp 237-249.
- [Ochiai et al., 1991] Ochiai S., Schulte K. et Peters P.W. (1991). Strain concentration for fibers and matrix in unidirectional composites, *Composites Science and Technology*, Vol.41, pp. 237-256.
- [Okabe et al., 2001] Okabe T., Takeda N., Kamoshida Y., Shimizu M. et Curtin W.A. (1991). A 3D shear-lag model considering micro-damage and statistical strength prediction of unidirectional fiber-reinforced composites, *Composites Science and Technology*, Vol.61, pp. 1773-1787.
- [Okabe et Takeda, 2002] Okabe T. et Takeda N. (2002). Size effect on tensile strength of unidirectional CFRP composites-experiment and simulation, *Composites Science and Technology*, Vol.62, pp. 2053-2064.
- [Okutan, 2002] Okutan B. (2002). The effects of geometric parameters on the failure strength for pin-loaded multi-directional fiber-glass reinforced epoxy laminate. *Composite: Part B*, Vol.33, pp. 567-578.
- [Onder et al., 2009] Onder A., Sayman O., Dogan T. et Tarakcioglu (2009). Burst failure load of composite pressure vessels. *Composite Structures*, Vol.89, pp. 159-166.
- [Oumarou Mairagouna, 2012] Oumarou Mairagouna, M. (2012). Approche probabiliste du comportement mécanique des composites thermoplastiques assemblés par soudage laser. Thèse de doctorat, Ecole Nationale Supérieures des Mines de Paris.
- [OSI, 2013] Livrable M36 sur le projet OSIRHYS IV. Qualification des modèles de simulation de thermomécanique.
- [Parnas et Katirci, 2002] Parnas L. et Katirci N. (2002). Design of fiber-reinforced composite pressure vessels under various loading conditions. *Composite Structures*, Vol.58, pp. 83-95.
- [Reis et al., 2012] Reis J.M.L., Coelho A.H. et H.S. da Costa Mattos. (2012). Tensile behavior of glass/epoxy laminates at varying strain rates and temperatures. *Composites: part B*, Vol. 43, pp 2041-2046.
- [Renard et al, 1993] Renard J., Favre J-P. et Jeggy Th. (1993). Influence of transverse cracking on ply behaviour: introduction of a characteristic damage variable. *Composites Science and Technology*, Vol.46, pp. 29-37.
- [Rernard, 2005] Renard J. (2005). Elaboration, microstructure et comportement des matériaux composites à matrice polymère. Lavoisier.
- [Renard et Thionnet, 2006] Renard J. et Thionnet A. (2006). Damage in composites: from physical mechanisms to modelling. *Composites Science and Technology*, Vol.66, pp. 642-646.
- [Revest et al., 2009] Revest N., Thionnet A., Renard J., Boulay L. et Castaing P. Comportement en fatigue de structures épaisses en matériaux composites. JNC 16, Toulouse, France.
- [Rivière, 2012] Rivière S. (2012). Optimisation et simulation du rotomoulage réactif. PhD thèse, Ecole Nationale Supérieur d'Arts et Métiers.
- [Rosen, 1964] Rosen B.W. (1964). Tensile failure of fibrous composites. *AIAA Journal*, Vol.2, n°11, pp. 1985-1991.

- [Rousseau, 1997] Rousseau J. (1997). Une approche expérimentale et théorique de l'effet du procédé de fabrication sur les performances d'une structure composite : cas de l'enroulement filamentaire. PhD thèse, UFR des Sciences et Techniques de Franche-Comté.
- [Santiuste et al., 2010] Santiuste C., Sanchez-Saez S. et Barbero E. (2010). A comparison of progressive-failure criteria in the prediction of the dynamic bending failure of composite laminated beams. *Composite Structures*, Vol.92, pp. 2406-2414.
- [Sastry et Phoenix, 1993] Sastry A.M. et Phoenix S.L. (1993). Load redistribution near non-aligned fibre breaks in two-dimensional unidirectional composite using break-influence superposition, *Journal of Materials Science Letters*, Vol.12, pp. 1596-1599.
- [Sastry et Phoenix, 1993] Sastry A.M. et Phoenix S.L. (1994). Shielding and magnification of loads in elastic, unidirectional composites, *SAMPE Journal*, Vol.30, n°4, pp. 61-67.
- [Smith, 1993] Smith B.W. (1993). Fractography for continuous fiber composites. *Engineered materials handbook - Volume 1 : Composites*, Ohio, USA : ASM International, pp. 786-793, ISBN 0871702797 (v.1).
- [Soden et al., 1998] Soden P.D., Hinton M.J. et Kaddour A.S. (1998). Lamina properties, lay-up configurations and loading conditions for a range of fibre-reinforced composite laminates, *Composites Science and Technology*, Vol.58, pp.1011-1022.
- [Son et al., 2012] Son D.-S., Hong J.-H. et Chang S.-H. (2012). Determination of the autofretage pressure and estimation of material failures of a Type III hydrogen pressure vessel by using finite element analysis. *International Journal of Hydrogen Energy*, Vol.37, Issue 17, pp. 12771-12781.
- [Souza et al., 2008] Souza F.V., Allen D.H. et Kim Y.R. (2008). Multiscale model for predicting damage evolution in composites due to impact loading, *Composites Sciences and Technology*, Vol.68, pp. 2624-2634.
- [Thionnet et Renard, 1993] Thionnet A. et Renard J. (1993). Meso-macro approach to transverse cracking in laminated composites using Talreja's model. *Composites Engineering*, Vol.3, pp. 851-871.
- [Thionnet et al., 2003] Thionnet A., Martin C. et Barradas S. (2003). Mécanique et comportement des milieux continus. Tome 2 : Applications et théorie des invariants, Ellipses.
- [Thionnet et al., 2009] Thionnet A., Bunsell A.R., Camara S. et Allen D.H. (2009). Méthode de FE² simplifiée appliquée à la modélisation des ruptures de fibres et de ses conséquences. Calcul de réservoirs composites (A simplified FE² method to model fibre breaks and their consequences. Application to pressure vessels calculation), JNC16, Toulouse, France.
- [Thionnet et al., 2011] Thionnet A., Bunsell A.R., Camara S. et Allen D.H. (2011). Une méthode FE² simplifiée appliquée à la modélisation de l'écartement des réservoirs composites hautes pressions. (A simplified FE² method to model the burst of composite pressure vessels), JNC17, Poitiers, France.
- [Thomas, 2011] Thomas C. (2011). Etude des mécanismes d'endommagement des composites fibres de carbone / matrice polyamide : application à la réalisation de réservoirs de stockage de gaz sous haute pression de type IV. Thèse de doctorat, Ecole Nationale Supérieures des Mines de Paris.
- [Trotignon et al., 1996] Trotignon J.P., Verdu J., Dobraczynski A. et Piperaud M. (1996). Matières plastiques : Structures-propriétés, mise en œuvre, normalisation. Nathan.

- [Vafaeseefat et Khani, 2007] Vafaeseefat A. et Khani A. (2007). Head shape and winding angle optimization of composite pressure vessels based on a multi-level strategy. *Applied Composite Materials*, Vol.14, pp. 379-391.
- [Vafaeseefat, 2009] Vafaeseefat A. (2009). Dome shape optimization of composite pressure vessels based on rational B-Spline Curve and Genetic Algorithm. *Applied Composite Materials*, Vol.16, pp. 321-330.
- [Vangerko et Barker, 1985] Vangerko H. et Barker A.J. (1985). The stiffness of unidirectionally reinforced CFRP as a function of strain rate, strain magnitude and temperature. *Composites*, Vol. 16, No. 1, pp 19-22.
- [Velosa et al., 2007] Velosa J.C., Nunes J.P., Antunes P.J., Silva J.F. et Marques A.T. (2007). Development of a new generation of filament wound composite pressure cylinders. *Composites Science and Technology*, Vol.69, Issue 9, pp. 1348-1353.
- [Voloshin et Arcan, 1980] Voloshin A. et Arcan M. (1980). Pure shear moduli determination in fibre-reinforced materials. *Fibre Science and Technology*, Vol. 13 (2), pp. 125-134.
- [Voloshin et Arcan, 1984] Voloshin A. et Arcan M. (1984). Failure of unidirectional fiber reinforced materials – new methodology and results. *Experimental Mechanics*, Vol. 20 (3), pp. 280-284.
- [Von Mises, 1913] Von Mises, R. (1913). *Göttinger Nachrichten. Math.-Phys. Klasse*, pp. 582.
- [Wang et al., 2010] Wang R., Jiao W., Liu W. et Yang F. (2010). A new method for predicting dome thickness of composite pressure vessels. *Journal of Reinforced Plastics and Composite*, Vol.29, n°22, pp. 3345-3352.
- [Wild et Vickers, 1997] Wild P.M. et Vickers G.W. (1997). Analysis of filament-wound cylindrical shells under combined centrifugal, pressure and axial loading. *Composite Part A*, Vol.28(1), pp. 47-55.
- [Weibull, 1951] Weibull W. (1951). A statistical distribution function of wide applicability. *Journal of Applied Mechanics*, Vol. 9, pp. 293-296.
- [Xia et al., 2002] Xia Z., Curtin W.A. et Okabe T. (2002). Green's function vs. shear-lag models of damage and failure in fiber composites, *Composites Science and Technology*, Vol.62, pp.1279-1288.
- [Zhu et al., 1989] Zhu Y., Zhou B. He G. et Zheng Z. (1989). A statistical theory of composite materials strength, *Journal Composite Materials*, Vol.23, pp. 280-287
- [Zweben, 1968] Zweben C. (1968). Tensile failure of fibrous composites. *AIAA Journal*, Vol.6, n°12, pp. 2325-2331.

Annexe

Annexe A : Théorie du maillon le plus faible

Dans cette théorie, le matériau est considéré comme une chaîne de N maillons (éléments de volume). Elle est basée sur plusieurs hypothèses :

- le champ de contrainte est supposé uniforme dans chaque élément de volume ;
- les contraintes à rupture des éléments de volume sont des variables aléatoires indépendantes l'une de l'autre et il n'y a aucune interaction entre les défauts ;
- chaque élément de volume a la même probabilité de rupture lorsqu'il est soumis à la contrainte de sollicitation c'est-à-dire que le matériau est supposé homogène et isotrope vis-à-vis des défauts qu'il contient ;
- le nombre de défauts est grand ;
- La rupture au niveau du défaut le plus critique conduit à la ruine de l'ensemble

En conséquence, la probabilité de survie de N maillons sous une contrainte donnée σ , en considérant les probabilités de survie des différents maillons comme des événements indépendants, est s'écrit sous l'équation (A.1) avec $P_{r,N}(\sigma)$ est la probabilité de rupture de la chaîne ou N maillons et $P_{r,m}(\sigma)$ représente la probabilité de rupture de chaque maillon. Cette probabilité de survie est donc égale au produit des probabilités de survie de chaque maillon.

$$\text{Probabilité de survie de N maillons} = (1 - P_{r,m}(\sigma))^N = (1 - P_{r,N}) \quad (\text{A.1})$$

Remarque : $P_{r,m}(\sigma)$ doit en conséquence vérifier les conditions suivantes :

- $\lim_{\sigma \rightarrow 0} P_{r,m}(\sigma) = 0$
- $\lim_{\sigma \rightarrow \infty} P_{r,m}(\sigma) = 1$

Le nombre N correspond aux N maillons de la chaîne représentant le volume V du matériau sollicité. L'équation (A.1) peut alors s'écrire :

$$\ln(1 - P_{r,N}) = V \ln(1 - P_{r,m}) = -\Psi \quad (\text{A.2})$$

$$\Rightarrow d\Psi = -\ln(1 - P_{r,m})dV \quad (\text{A.3})$$

$$d\Psi = \Phi(\sigma)dV \Rightarrow \Psi = \int_V \Phi(\sigma)dV \quad (\text{A.4})$$

où la fonction Φ représente le risque de rupture par unité de volume. A partir des équations A.2 et A.4, on exprime la probabilité cumulée de rupture P_R du matériau :

$$P_R = 1 - e^{-\int_V \Phi(\sigma)dV} \quad (\text{A.5})$$

La fonction de $\Phi(\sigma)$ a été choisie arbitrairement par Weibull comme une fonction puissance.

$$\Phi(\sigma) = \left(\frac{\sigma - \sigma_s}{\sigma_0} \right)^m \text{ pour } \sigma > \sigma_s \quad (\text{A.6})$$

m : paramètre de forme, appelé module de Weibull. Il est caractéristique de la dispersion des contraintes à rupture.

σ_0 : facteur d'échelle. Il n'a pas de réelle signification physique mais à la dimension d'une contrainte.

σ_s : contrainte seuil. C'est la valeur de la contrainte en dessous de laquelle la probabilité de rupture est nulle. En pratique, dans le cas des fibres de carbone, on la prend égale à 0.

Ainsi, à partir des équations A.5 et A.6 l'expression de la probabilité cumulée de rupture prend la forme suivant :

$$P_R = 1 - e^{-\left(\frac{V}{V_0}\right)\left(\frac{\sigma}{\sigma_0}\right)^m} \quad (\text{A.7})$$

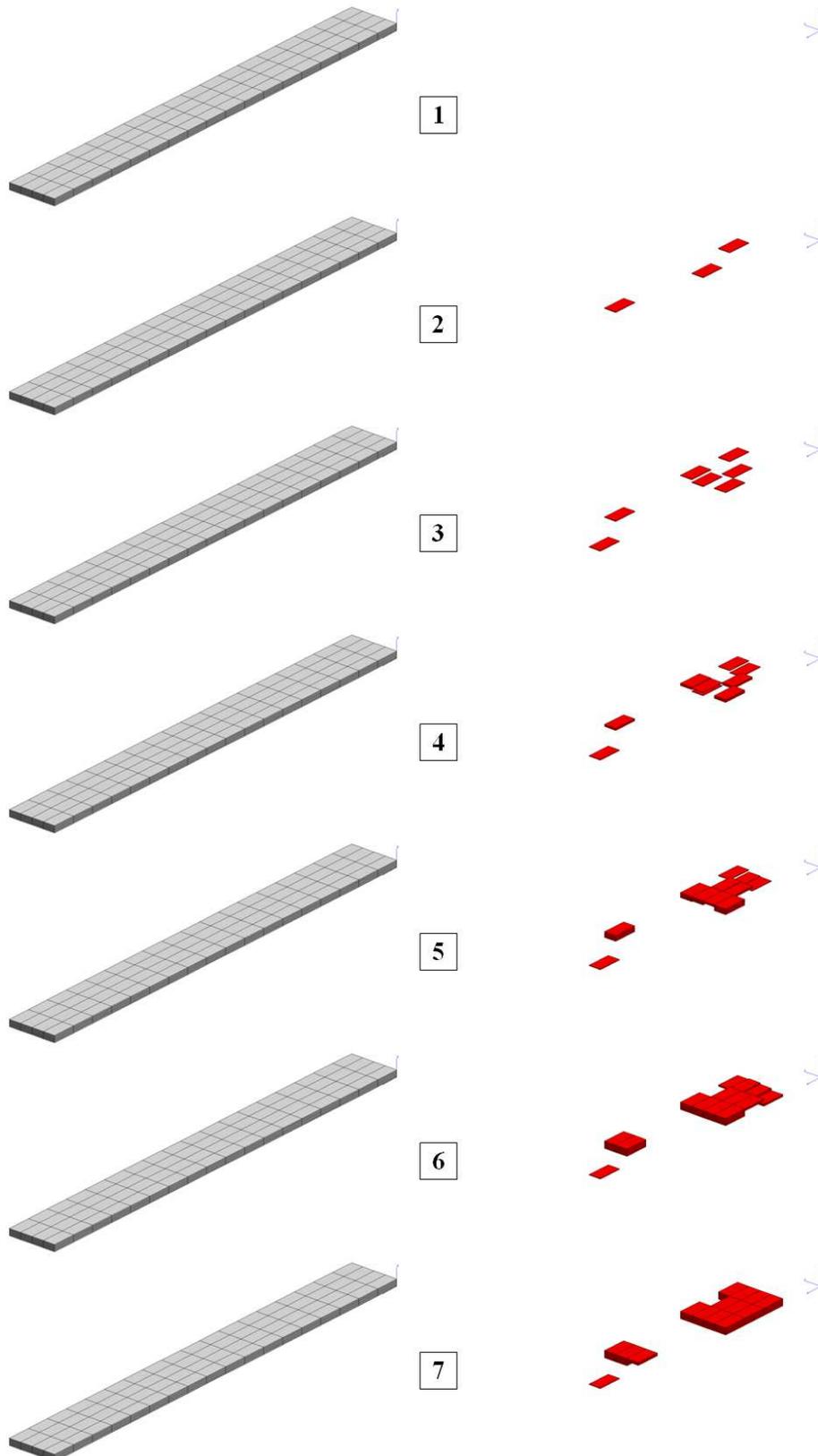
Dans le cas où les matériaux étudiés sont des fibres, leur structure peut être représentée par un fil infiniment long de section négligeable : $L \gg S$. L'équation (A.8) devient :

$$P_R = 1 - e^{-\left(\frac{L}{L_0}\right)\left(\frac{\sigma}{\sigma_0}\right)^m} \quad (\text{A.8})$$

Le rapport L/L_0 correspond à l'effet de changement d'échelle où L est une longueur souhaitée à extrapoler choisi arbitrairement et L_0 est la longueur de jauge testée. L'effet de taille est donc traduit pour un m et un σ_0 donné, la valeur moyenne de la contrainte à rupture diminue lorsque la longueur de jauge augmente.

Annexe B : Evolution des éléments rompus du VER et VER₂₉₆**Taille des éléments : VER**

Taille des éléments : VER₂₉₆



Annexe C : Correspondance entre les angles d'Euler et les angles des coordonnées cylindriques

L'espace est rapporté au repère orthonormé $R = (O, \vec{x}_1, \vec{x}_2, \vec{x}_3)$ dont la base $b = (\vec{x}_1, \vec{x}_2, \vec{x}_3)$ est la base usuelle cartésienne supposée orthonormée directe. Le repérage cylindrique est fondé sur la donnée de deux longueurs et d'un angle. On considère le repère des coordonnées cylindriques $R_{cyl} = (O, \vec{e}_1, \vec{e}_\varphi, \vec{x}_3)$ dont la base cylindrique $b_{cyl} = (\vec{e}_1, \vec{e}_\varphi, \vec{x}_3)$ est une base orthonormée directe pour lequel, au point M (Figure F.1) :

- les deux vecteurs suivants :

$$\begin{aligned} \cdot \vec{e}_l &= \frac{\vec{OH}}{\|\vec{OH}\|}; \\ \cdot \vec{e}_\varphi &= \vec{x}_3 \wedge \vec{e}_l, \end{aligned}$$

- les deux grandeurs suivantes :

$$\begin{aligned} \cdot l &= \|\vec{OH}\|; \\ \cdot \varphi_C &= (\widehat{\vec{x}_1, \vec{OH}}) \text{ mesuré autour de } \vec{x}_3, \varphi \in [0, 2\pi] \end{aligned}$$

La base cylindrique dépend du point M car les vecteurs \vec{e}_1 et \vec{e}_φ dépendent de l'angle φ_C . En ce sens, on dit que c'est une base locale. Tout repère $R_{loc} = (O, \vec{I}, \vec{J}, \vec{K})$, supposé ici orthonormé direct, peut être positionné dans l'espace à l'aide des trois angles d'Euler usuels, ψ , la précession, θ , la nutation et φ , la rotation propre, l'axe propre étant défini par l'axe (O, \vec{K}) et les repères R_{loc} et R coïncidant pour $\psi = 0$, $\theta = 0$, $\varphi = 0$. Pour symboliser ce fait, on écrit : $R_{loc} = R_{loc}(\psi, \theta, \varphi)$.

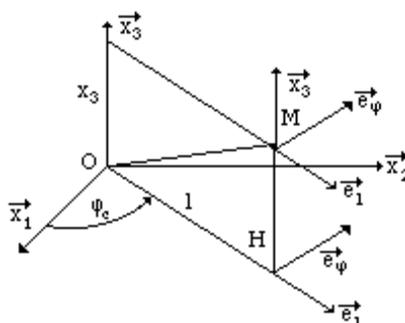


Figure F.1 - Repère de coordonnées cylindriques

Annexe D : Formules de changement de base

Les relations entre les contraintes, les déformations et la loi de comportement respectivement dans le repère du stratifié R et le repère local du pli R_{loc} , sont les suivantes :

$$\begin{aligned}\tilde{\sigma}_{loc} &= \tilde{T}_{\sigma} * \tilde{\sigma}_R \Leftrightarrow \tilde{\sigma}_R = \tilde{T}_{\sigma}^{-1} * \tilde{\sigma}_{loc} \\ \tilde{\varepsilon}_{loc} &= \tilde{T}_{\varepsilon} * \tilde{\varepsilon}_R \Leftrightarrow \tilde{\varepsilon}_R = \tilde{T}_{\varepsilon}^{-1} * \tilde{\varepsilon}_{loc} \\ \tilde{C}_{loc} &= \tilde{T}_{\sigma} : \tilde{C}_R : \tilde{T}_{\varepsilon}^{-1} \Leftrightarrow \tilde{C}_R = \tilde{T}_{\sigma}^{-1} : \tilde{C}_{loc} : \tilde{T}_{\varepsilon} \\ \tilde{S}_{loc} &= \tilde{T}_{\varepsilon} : \tilde{S}_R : \tilde{T}_{\sigma}^{-1} \Leftrightarrow \tilde{S}_R = \tilde{T}_{\varepsilon}^{-1} : \tilde{S}_{loc} : \tilde{T}_{\sigma}\end{aligned}$$

Pour chaque pli unidirectionnels i , orienté d'un angle θ , les différentes matrices nécessaires au changement de base en notation de Voigt sont :

$$\tilde{T}_{\sigma} = \begin{bmatrix} \cos^2 \theta & \sin^2 \theta & 0 & 0 & 0 & 2 \sin \theta \cos \theta \\ \sin^2 \theta & \cos^2 \theta & 0 & 0 & 0 & -2 \sin \theta \cos \theta \\ 0 & 0 & 1 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & \cos \theta & -\sin \theta & 0 \\ 0 & 0 & 0 & \sin \theta & \cos \theta & 0 \\ -\sin \theta \cos \theta & \sin \theta \cos \theta & 0 & 0 & 0 & \cos^2 \theta - \sin^2 \theta \end{bmatrix}$$

$$\tilde{T}_{\varepsilon} = \begin{bmatrix} \cos^2 \theta & \sin^2 \theta & 0 & 0 & 0 & \sin \theta \cos \theta \\ \sin^2 \theta & \cos^2 \theta & 0 & 0 & 0 & -\sin \theta \cos \theta \\ 0 & 0 & 1 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & \cos \theta & -\sin \theta & 0 \\ 0 & 0 & 0 & \sin \theta & \cos \theta & 0 \\ -2 \sin \theta \cos \theta & 2 \sin \theta \cos \theta & 0 & 0 & 0 & \cos^2 \theta - \sin^2 \theta \end{bmatrix}$$

On peut ainsi effectuer le changement de base sur le tenseur des contraintes, le tenseur des déformations et les tenseurs de rigidité et de souplesse en utilisant les formules de changement de base définies précédemment.

Conception et durabilité de réservoirs en composites destinés au stockage de l'hydrogène

RESUME :

A l'heure actuelle le stockage de l'hydrogène sous forme gazeuse, comprimée à haute pression, apparaît comme la solution la plus mature présentant le meilleur compromis en termes de masse, de pression de service mais aussi de volume des réservoirs. Cependant pour un développement plus large et sécurisé, l'amélioration des performances et la réduction des coûts des réservoirs restent des enjeux prioritaires. C'est dans ce contexte que nous avons étudié le stockage de l'hydrogène dans des réservoirs de type IV, en composites fibres de carbone/époxy. Ce travail a eu pour objectif d'accroître la fiabilité du dimensionnement. Dans un premier temps, une étude expérimentale de caractérisation des matériaux constitutifs du réservoir a été réalisée. Pour améliorer la fiabilité des calculs, un modèle probabiliste a été proposé pour décrire le comportement de la partie composite du réservoir, principalement la rupture des fibres. Des calculs multiéchelles ont été mis en place basés sur les propriétés mécaniques et physiques des fibres. Les autres modes de dégradations, décollement entre plis, liaison embase-liner ont aussi été pris en compte dans les calculs de comportement du réservoir jusqu'à son éclatement. Enfin des recommandations de dimensionnement du réservoir ont été proposées afin d'améliorer les performances tout en minimisant la masse de composite dans un objectif de réduction des coûts.

Mots clés : composite carbone de carbone/époxy, endommagement, approche probabiliste, réservoir composite, dimensionnement

Conception design and durability of composite pressure vessel for hydrogen storage

ABSTRACT :

Presently, the compressed hydrogen storage under high pressure appears to be the most sophisticated solution regarding to a compromise of mass, service pressure and also volume of pressure vessels. However, the challenges of pressure vessels nowadays are their performance improvement as well as their cost reduction. In this context, we studied the type IV hydrogen storage pressure vessel in carbon fibre/epoxy composites. This work aims to obtain a reliable pressure vessel design. Firstly, an experimental study of associated materials and pressure vessel characterisation has been carried out. Then, we proposed a probabilistic model for a composite which is dedicated in particular to fibre breakage using multi-scale simulations in accordance with its mechanical and physical properties. Once this model joined with damage criteria dedicated separately to the others damage mechanisms are integrated into the pressure vessel simulations. Finally, recommendations on composite pressure vessels have been proposed in order to improve their performances and to decrease the mass of composite directly corresponding to the reduction of composite pressure vessels cost.

Keywords : carbon fiber/epoxy composite, damage, probabilistic approach, composite pressure vessel, design